

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS
Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel
Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Encapsulação de extrato da casca de cebola roxa (*Allium cepa* L.) em fibras
ultrafinas de amidos de batata-doce pela técnica de *electrospinning***

Elder Pacheco da Cruz
Tecnólogo em Alimentos

Pelotas, 2022

Elder Pacheco da Cruz

**Encapsulação de extrato da casca de cebola roxa (*Allium cepa* L.) em fibras
ultrafinas de amidos de batata-doce pela técnica de *electrospinning***

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do Título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Comitê de Orientação:

Prof. Dr. Alvaro Renato Guerra Dias

Prof^a. Dr^a. Elessandra da Rosa Zavareze

Dr^a. Laura Martins Fonseca

Pelotas, 2022

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas
Catalogação na Publicação

C955e Cruz, Elder Pacheco da

Encapsulação de extrato da casca de cebola roxa (*Allium cepa* L.) em fibras ultrafinas de amidos de batata-doce pela técnica de electrospinning / Elder Pacheco da Cruz ; Alvaro Renato Guerra Dias, orientador ; Elessandra da Rosa Zavareze, Laura Martins Fonseca, coorientadores. — Pelotas, 2022.

90 f. : il.

Dissertação (Mestrado) — Ciência e Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, 2022.

1. Polímero. 2. Compostos bioativos. 3. Embalagem ativa. 4. Matriz alimentícia. I. Dias, Alvaro Renato Guerra, orient. II. Zavareze, Elessandra da Rosa, coorient. III. Fonseca, Laura Martins, coorient. IV. Título.

CDD : 661.8

Sumário

1. INTRODUÇÃO	18
2. OJETIVOS	20
2.1 Objetivo geral	20
2.2 Objetivo específicos	20
3. HIPÓTESE	21
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
4.1 Cebola	21
4.2 Extrato da casca de cebola	22
4.3 Encapsulação de compostos bioativos	23
4.5 Amido	26
4.6 Batata-doce	29
4.7 Amido como material de parede na técnica de <i>electrospinning</i>	30
5. MATERIAL E MÉTODOS	31
5.1 Material	31
5.2 Delineamento experimental e métodos	32
5.3 Extração do amido de batata-doce amarela e branca e teor de amilose	33
5.4 Teor de amilose do amido de batata-doce amarela e branca	34
5.5 Obtenção do extrato da casca de cebola roxa (ECCR)	35
5.6 Preparo das soluções poliméricas	35
5.7 Caracterização das soluções poliméricas	36
5.7.1 Condutividade elétrica	36
5.7.2 Viscosidade aparente	36
5.8 Processo de <i>electrospinning</i> para encapsulação do extrato da casca de cebola roxa (ECCR)	36
5.9 Caracterização das fibras ultrafinas	37
5.9.1 Morfologia e distribuição de tamanho	37
5.9.2 Identificação e quantificação dos compostos por HPLC-MS	37
5.9.3 Eficiência de encapsulação	38
5.9.4 Análise termogravimétrica (TGA)	39

5.9.5 Simulação da liberação <i>in vitro</i> dos compostos fenólicos em meios hidrofílicos e hidrofóbicos	39
5.9.6 Ângulo de contato	40
5.9.7 Atividade antioxidante <i>in vitro</i>	40
5.9.7.1 Capacidade de inibição do radical ABTS	40
5.9.7.2 Capacidade de inibição do radical DPPH	41
5.9.8 Atividade antibacteriana <i>in vitro</i>	41
5.9.8.1 Reativação das bactérias	42
5.9.8.2 Difusão em ágar	42
5.9.8.3 Concentração inibitória mínima (CIM)	42
5.9.2.4 Concentração bactericida mínima (CBM)	43
5.10 Análise estatística	43
6. RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
6.1 Rendimento da extração e teor de amilose do amido de batata-doce amarela e branca	44
6.2 Caracterização das soluções poliméricas	45
6.2.1 Condutividade elétrica	45
6.2.2 Viscosidade aparente	46
6.3 Caracterização do extrato da casca de cebola roxa	47
6.4 Morfologia e distribuição de tamanho	50
6.5 Eficiência de encapsulação	55
6.6 Análise termogravimétrica (TGA)	57
6.7 Simulação da liberação <i>in vitro</i> dos compostos fenólicos em meios hidrofílicos e hidrofóbicos	60
6.8 Ângulo de contato	63
6.9 Atividade antioxidante	65
6.10 Atividade antibacteriana	69
7. CONCLUSÕES	71
8. REFERÊNCIAS	73
9. APÊNDICES	88

Banca examinadora:

Prof. Dr. Alvaro Renato Guerra Dias (DCTA/UFPel) - Orientador

Prof^a. Dr^a. Caroline Dellinghausen Borges (CCQFA/UFPel)

Prof. Dr. Eliezer Avila Gandra (CCQFA/UFPel)

Dr^a. Laura Martins Fonseca (DCTA/UFPel)

**Aos meus pais, Eder e Débora e aos meus
sobrinhos, Eliézer, Livia e Enzo, dedico.**

Agradecimentos

Agradeço, primeiramente a Deus, por trilhar meus caminhos da melhor forma possível e permitir realizar esta etapa com saúde, perseverança e com todos que me amam e apoiam ao meu lado.

Em especial, agradeço as pessoas mais importantes da minha vida, meus pais Eder e Débora, por me apoiarem em cada decisão e nunca medir esforços para me ajudar a alcançar tudo que almejo. A pessoa que me tornei é devido ao amor e educação que vocês me proporcionaram. Amo vocês, incondicionalmente.

Aos meus avôs David, Ceni, Ana Clara (*in memoriam*) e Noé, guardo no coração as lembranças e afeto comigo. Tenho muito orgulho de ser neto de vocês.

À minha irmã Tamires, que ajudou na minha criação e me ajuda em todas as trajetórias da minha vida. Obrigado por tanto, por apoiar todas decisões que tenho.

Aos meus irmãos Roberson, Romário e ao meu irmão de coração Matheus, que na medida do possível sempre tiveram ao meu lado e torcem por mim.

Aos meus sobrinhos, Eliézer, Livia e Enzo, aos quais me proporcionaram e proporcionam momentos e sentimentos inexplicáveis e inesquecíveis. Amo vocês.

Aos meus afilhados, Henrique e Bernardo, meus gêmeos, que tenho tanta gratidão e amor por estarem na minha vida.

À toda minha família e amigos que se preocupam e desejam meu sucesso. Embora ausente, meu carinho por todos nunca muda.

Aos meus orientadores, Prof. Alvaro e Prof^a. Elessandra, aos quais sempre me ouviram, me incentivaram e ensinaram. O sentimento que tenho por vocês é de gratidão e carinho, por tudo que vocês fazem para que os orientados sejam felizes durante e após o curso e que alcancem o sucesso. Obrigado pela dedicação e profissionalismo.

À minha co-orientadora Laura, por me ajudar e ensinar tanto. Obrigado pela amizade, carinho e dedicação comigo. Tu és incrível e sou imensamente grato por tudo.

À minha grande amiga Estefani, que trabalhou, chorou, riu, brincou e me acompanhou durante este período de curso. Minha trajetória se tornou especial e única, por estarmos juntos. Meu carinho por ti é eterno, assim como nossa amizade que carrego guardada no meu coração.

Aos meus colegas e amigos, Marjana, Francine, Alice, Betina, Helen, Diego, Jéssica, Juliani, Felipe, Laura, Glória, Eduarda, Tatiane, Taiane e Shanise, que de alguma forma me ajudaram nessa caminhada. Obrigado por terem me ajudado a chegar até aqui e/ou pelos momentos de descontração.

Aos meus colegas de graduação, Flávia, Marília e João, que se tornaram meus eternos amigos. A amizade de vocês é especial.

À Prof^a. Caroline, por prontamente ter aceitado o convite para compor a banca examinadora deste projeto. Agradeço também pelas horas de ensinamentos e dedicação comigo durante a graduação, contribuindo para que eu chegasse até aqui.

Ao Prof. Eliezer, por aceitar fazer parte da banca examinadora e pela disponibilidade de colaboração nas análises microbiológicas.

Aos professores do PPGCTA, por todos os ensinamentos.

Ao PPGCTA e coordenação por toda assistência durante a realização do curso.

À UFPEl, FAPERGS, CAPES, CNPq e aos funcionários do CEME-SUL (FURG) por colaborar com a realização das análises de microscopia.

“Um homem precisa viajar. Por sua conta, não por meio de histórias, imagens, livros ou TV. Precisa viajar por si, com seus olhos e pés, para entender o que é seu. Para um dia plantar as suas próprias árvores e dar-lhes valor. Conhecer o frio para desfrutar o calor. E o oposto. Sentir a distância e o desabrigo para estar bem sob o próprio teto. Um homem precisa viajar para lugares que não conhece para quebrar essa arrogância que nos faz ver o mundo como o imaginamos, e não simplesmente como é ou pode ser. Que nos faz professores e doutores do que não vimos, quando deveríamos ser alunos, e simplesmente ir ver.”

(Amyr Klink - Mar sem fim)

CRUZ, Elder Pacheco da. **Encapsulação de extrato da casca de cebola roxa (*Allium cepa* L.) em fibras ultrafinas de amidos de batata-doce pela técnica de *electrospinning***. 2022. 90 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2022.

Resumo

O extrato da casca de cebola roxa (ECCR) contém compostos fenólicos que são sensíveis as condições ambientais e, com isso, devem ser protegidos para sua melhor preservação e manutenção. Assim, o objetivo do estudo foi produzir fibras ultrafinas de amido nativo de duas cultivares de batata-doce (amarela e branca) com diferentes concentrações de ECCR encapsulado (0, 3, 6 e 9%, p/p) e não encapsulado utilizando a técnica de *electrospinning*. As soluções poliméricas para encapsulação do ECCR foram de 0,6 g de amido (20%, p/v) em 3 mL de ácido fórmico (75%, v/v). Os parâmetros utilizados foram fluxo constante de 0,75 mL.h⁻¹, tensão de 18 kV e distância de 20 cm da ponta da agulha a placa coletora. Foi avaliada a condutividade elétrica e viscosidade aparente das soluções poliméricas, o perfil fenólico do ECCR foi avaliado por cromatografia líquida de alta performance, as fibras ultrafinas foram avaliadas pela morfologia, distribuição de tamanho, eficiência de encapsulação, análise termogravimétrica, simulação da liberação *in vitro* dos compostos fenólicos em condições hidrofílicas e hidrofóbicas, ângulo de contato, atividade antioxidante *in vitro* frente aos radicais ABTS e DPPH e atividade antibacteriana *in vitro* frente a *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*. Os compostos fenólicos identificados no ECCR foram quercetina 3-o-acetil-ramnosídeo, miricetina, quercetina 3-o-glicosídeo, isoramnetina 3-glicuronídeo, quercetina e apigenina 7-arabinosídeo. Como resultados, houve diferença significativa na viscosidade aparente e condutividade elétrica das soluções poliméricas, entre os diferentes amidos. As fibras ultrafinas apresentaram morfologias de acordo com a concentração de ECCR. No entanto todas apresentaram-se aleatórias e sem a presença de *beads* e, com diâmetros médios variando de 251 a 611 nm. A eficiência de encapsulação do ECCR nas fibras ultrafinas variou de 67 a 78%. A análise termogravimétrica mostrou que as fibras ultrafinas suportam temperaturas mais elevadas até sua degradação, quando comparadas com o extrato. Os compostos fenólicos encapsulados apresentaram baixa liberação em condições hidrofílicas e maior liberação em condições hidrofóbicas. As fibras ultrafinas de amidos apresentaram-se mais permeáveis à medida que houve a incorporação do ECCR, através da análise de ângulo de contato. A atividade antioxidante do ECCR foi de 97,97% e 84,94% para os radicais ABTS e DPPH, respectivamente e as fibras ultrafinas quando encapsulas com 9% de ECCR, apresentaram inibição ao radical ABTS acima de 92%. A análise antibacteriana mostrou que o ECCR encapsulado e não encapsulado apresentou atividade inibitória frente a *E. coli* e *S. aureus*. No entanto, somente o ECCR não encapsulado apresentou atividade bactericida. As fibras ultrafinas produzidas mostraram-se promissoras para aplicação na indústria de alimentos, porém a escolha das fibras ultrafinas com o ECCR depende das condições, características e finalidade na matriz alimentícia ou embalagem que forem aplicadas.

Palavras-chave: Polímero; compostos bioativos; embalagem ativa, matriz alimentícia.

CRUZ, Elder Pacheco da. **Encapsulation of red onion (*Allium cepa* L.) skin extract in ultrafine fibers of sweet potato starches by electrospinning technique**. 2022. 9 f. Dissertation (Master's in Food Science and Technology) – Postgraduate Program in Food Science and Technology, Faculty of Agronomy Eliseu Maciel, Federal University of Pelotas, Pelotas, 2022.

Abstract

Red onion skin extract (ROSE) contains phenolic compounds that are sensitive to environmental conditions. For that, they must be protected for better preservation and maintenance. The objective of the study was to produce ultrafine fibers from native starch from two sweet potato cultivars (yellow and white) with different concentrations of ROSE (0, 3, 6, and 9%, w/w) encapsulated by electrospinning and non-encapsulated. The polymeric solutions for encapsulation of the ROSE were composed by 0.6 g of starch (20%, w/v) in 3 mL of formic acid (75%, v/v). The electrospinning parameters were: constant flow of 0.75 mL.h⁻¹; voltage of 18 kV; and distance of 20 cm from the needle tip to the collector plate. The electrical conductivity and apparent viscosity of the polymeric solutions were evaluated. The phenolic profile of the ROSE was analyzed by high performance liquid chromatography. The ultrafine fibers were evaluated by morphology, size distribution, encapsulation efficiency, thermogravimetric analysis, simulation of the *in vitro* release of phenolic compounds under hydrophilic and hydrophobic conditions, contact angle, *in vitro* antioxidant activity against ABTS and DPPH radicals, and *in vitro* antibacterial activity against *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. The phenolic compounds identified in ROSE were quercetin 3-o-acetyl-rhamnoside, myricetin, quercetin 3-o-glycoside, isorhamnetin 3-glucuronide, quercetin, and apigenin 7-arabinoside. Significant difference was found in the apparent viscosity and electrical conductivity of the polymeric solutions between the different starches. The ultrafine fibers presented distinct morphologies according to the ROSE concentration. However all fibers presented random morphologies, without the presence of beads, and average diameters ranging from 251 to 611 nm. The ultrafine fibers, when compared to the extract, withstand high temperatures until their degradation. The phenolic compounds identified in the encapsulated-ROSE showed low release of phenolic compounds under hydrophilic conditions and high release under hydrophobic conditions. The ultrafine fibers were more permeable (through the contact angle analysis, as the ROSE was incorporated. The antioxidant activity of the ROSE was 97,97 and 84,07% for the ABTS and DPPH radicals, respectively. The ultrafine fibers when encapsulated with 9% ROSE showed inhibition of the ABTS radical above 92%, close to the non-encapsulated ROSE. The antibacterial analysis showed inhibitory activity against *E. coli* and *S. aureus* for the encapsulated and non-encapsulated ROSE. However, only the non-encapsulated ROSE presented bactericidal activity. The ultrafine fibers showed to be promisor for application in the food industry, being necessary to determine the objective, conditions, characteristics, and purpose in the food matrix or packaging, and then choose an specific concentration of the ROSE into the ultrafine fibers for the effective application.

Keywords: Polymer; bioactive compounds; active packaging, food matrix.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Ilustração do processo convencional de <i>electrospinning</i>	25
Figura 2. Estrutura química da amilose	27
Figura 3. Estrutura química da amilopectina	28
Figura 4. Morfologia das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela e branca com diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).....	51
Figura 5. Distribuição de tamanho das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela e branca com diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).....	53
Figura 6. Análise termogravimétrica (TGA) do amido de batata-doce amarela e branca, do extrato da casca de cebola (ECCR) não encapsulado e das fibras ultrafinas encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR	58
Figura 7. Ângulo de contato das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela e branca com diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECCR)...	64

APÊNDICES

Figura 8. Matérias-primas utilizadas para extração de amido: (A) Batata-doce amarela (cultivar Amélia) e (B) Batata-doce branca (cultivar Cuia).....	88
Figura 9. Matérias-primas utilizadas para elaboração do extrato fenólico: Cebola roxa (<i>Allium Cepa</i> L., cultivar Crioula)	89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Delineamento experimental para produção e caracterização do extrato da casca de cebola roxa (ECCR) não encapsulado, das soluções poliméricas e das fibras ultrafinas encapsuladas com ECCR produzidas por electrospinning	33
Tabela 2. Condutividade elétrica, viscosidade aparente das soluções poliméricas de amido de batata-doce amarela e branca com 0, 3, 6 e 9% de extrato da casca de cebola roxa	45
Tabela 3. Compostos fenólicos presentes no extrato no extrato da casca de cebola roxa (<i>Allium Cepa</i> L., var. Crioula)	49
Tabela 4. Eficiência de encapsulação (%) das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela (FBDA) e branca (FBDB) com 3, 6 e 9 % de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).....	55
Tabela 5. Simulação da liberação <i>in vitro</i> dos compostos fenólicos das fibras ultrafinas de amido encapsulado com extrato da casca de cebola roxa (ECCR) em meios hidrofílicos e hidrofóbicos.	62
Tabela 6. Atividade antioxidante e antibacteriana de extrato da casca de cebola roxa não encapsulado e encapsulado em fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela e branca	68

APÊNDICES

Tabela 7. Análise termogravimétrica do extrato da casca de cebola roxa (ECCR), do amido de batata-doce amarela (BDA) e branca (BDB) e das fibras ultrafinas com 0, 3, 6 e 9 % de ECCR	90
--	----

LISTA DE ABREVISTURAS E SIGLAS

% = porcentagem

°C = grau Celsius

μL = microlitro

μm = micrometro

μS = microSiemens

Abs = absorbância

ABTS = radical 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolin) 6-ácido sulfônico

Api 7A = apigenina 7-arabinosídeo

BDA = amido de batata-doce branca

BDB = amido de batata-doce amarela

CBM = concentração bactericida mínima

CE = energia de colisão

CIM = concentração inibitória mínima

CLSI = *Clinical and Laboratory Standards Institute*

cm = centímetros

cP = centipoise

DMSO = dimetilsulfóxido

DPPH = radical 2,2-difenil-1-picril-hidrazilo

E. coli = *Escherichia coli*

ECCR = extrato da casca de cebola roxa

EE = eficiência de encapsulação

EU = União Européia

EUA = Estados Unidos

FAOSTAT = *Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database*

FBDA = fibras ultrafinas de batata-doce amarela

FBDB = fibras ultrafinas de batata-doce branca

g.mol⁻¹ = gramas por mol

h = horas

H₂O = água

I₂/KI = iodo/iodeto de potássio

Iso 3G = isoramnetina 3-glicuronídeo

kg = quilograma

kV = quilovolt

L = litros

m/z = massa por carga

mg = miligrama

mg.g^{-1} = miligrama por grama

mg.mL^{-1} = miligrama por mililitro

mil.ha^{-1} = mil por hectare

min = minutos

Mir= miricetina

mL = mililitro

mL.h^{-1} = mililitro por hora

mL.min^{-1} = milímetro por minuto

mm = milímetro

mM = milimolar

$\text{mm}/\mu\text{m}$ = milímetros por micrômetro

ms = milissegundo

mS/cm = miliSiemens por centímetro

N_2 = gás nitrogênio

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ = metabissulfito de sódio

NaClO = hipoclorito de sódio

nd = não detectado

nm = nanômetros

OH = hidroxila

p/p = peso por peso

p/v = peso por volume

PEO = poli(óxido de etileno)

PLA = poli(ácido láctico)

ppm = parte por milhão

Que = quercetina

Que 3OAR = quercetina 3-O-acetil-ramnosídeo

Que 3OG = quercetina 3-O-glicosídeo

s = segundos

S. aureus = *Staphylococcus aureus*

S. Typhimurium = *Salmonella* Typhimurium

t.ha⁻¹ = tonelada por hectare

TGA = análise termogravimétrica

TR = tempo de retenção

v/v = volume por volume

Vpp = valor de pico a pico

α = alfa

$\mu\text{g.mL}^{-1}$ = micrograma por mililitro

1. INTRODUÇÃO

A cebola (*Allium cepa*, L.) pertence à família Amaryllidaceae, sendo amplamente cultivada em quase todos os países do mundo, porém a China, Índia e Estados Unidos, se destacam como os maiores produtores (FAOSTAT, 2022; PERUZZI; CARTA; ALTINORDU, 2017). Devido a ampla distribuição mundial, existem inúmeras cultivares de cebola, como, *Allium cepa* Premier (cebola verde), Rouge e Crioula (cebola roxa) e Jaune d'Espagne (cebola amarela), sendo estes apenas alguns exemplos (BENKEBLIA, 2005; SIDHU et al., 2019).

Correspondente à vasta produção e consumo mundial, a forma de utilização da cebola produz uma quantidade considerável de resíduos (GONZÁLEZ-SÁIZ et al., 2008), estimulando novos estudos com alternativas para sua valorização. Comumente os resíduos da cebola são desperdiçados, em especial sua casca, no entanto a casca apresenta de 3 a 5 vezes maior quantidade de compostos fenólicos que o bulbo da cebola (ŠKERGET et al., 2009), podendo ser utilizada como fonte alternativa desses compostos bioativos. De acordo com Lee et al. (2014), o extrato etanólico de casca de cebola possui 327,5 mg GAE/g de fenólicos totais e 183,95 mg QE/g de flavonoides totais.

Esses compostos presentes na casca da cebola, estão diretamente relacionados com as atividades antioxidante e antibacteriana (SINGH et al., 2009; ŠKERGET et al., 2009). Essas atividades desempenham um papel importante na indústria alimentícia, pois atuam na inibição da peroxidação lipídica, eliminação de radicais livres e na inibição de doenças transmitidas por alimentos (DTA), extensão do prazo de validade e diminuição de perdas econômicas, as quais são características ideais para a indústria de alimentos (KUMAR et al., 2022; LEE et al., 2011; YE; DAI; HU, 2013).

Os compostos bioativos presentes nos extratos fenólicos, apresentam diversas aplicações na indústria de alimentos, farmacêutica e de embalagens, devido a suas propriedades biológicas. No entanto, são instáveis na presença de alguns fatores, como luz, oxigênio, temperatura e umidade, devendo estar protegidos do ambiente externo para uma maior estabilidade e efetividade (CRUZ et al., 2021; KUMAR et al., 2022; WEN et al., 2017; ZHANG et al., 2020). Uma possibilidade para proteger esses compostos, é

através do seu encapsulamento em matrizes poliméricas, como em fibras ultrafinas, garantindo sua proteção e mantendo sua biodisponibilidade e funcionalidade (CRUZ et al., 2021; ZHANG et al., 2020).

A técnica de *electrospinning* é uma técnica relativamente simples, de baixo custo e potencialmente capaz de produzir fibras ultrafinas contínuas em escala nanométrica (BHARDWAJ; KUNDU, 2010; ZHANG et al., 2020). Além disso, essa técnica utiliza somente temperatura ambiente durante o processo, permitindo o encapsulamento de compostos termossensíveis, indicando grande importância para preservar a estrutura e aumentar a estabilidade e funcionalidade dos compostos bioativos durante o processamento e armazenamento de alimentos (WEN et al., 2017). Essas vantagens estruturais e funcionais tornam a técnica de *electrospinning* promissora para produção de fibras ultrafinas visando aplicações tanto diretamente na matriz alimentícia, como no desenvolvimento de embalagens ativas para alimentos (RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ et al., 2021; WEN et al., 2017; ZHANG et al., 2020).

Nesta técnica, o uso de amido como material de parede vem despertando interesse e sendo estudado por ser um polímero que produz soluções incolores, ser de baixo custo, atóxico (não possui propriedades nocivas), natural (oriundo diretamente da natureza), biodegradável (característica de poder se degradar naturalmente) e biocompatível (capacidade de não causar danos ou rejeição no sistema biológico em que é inserido) (CRUZ et al., 2021b; FONSECA et al., 2019c, FONSECA et al. 2020a, FONSECA et al. 2021). Apesar desse polímero apresentar características vantajosas, o amido apresenta dificuldade na eletrofiação (FONSECA et al., 2019b; KONG; ZIEGLER, 2012). Essa característica é particular para amidos com alto teor de amilopectina, pois apresentam estruturas com cadeias ramificadas, o que restringe o movimento molecular, dificulta o emaranhamento e associação das cadeias para formação de fibras ultrafinas (FONSECA et al., 2019b). Por essa razão, estudos que utilizam a técnica de *electrospinning* na produção de fibras ultrafinas de amido, se direcionavam principalmente, a amidos modificados com alto teor de amilose (KONG; ZIEGLER, 2012; KONG; ZIEGLER, 2014; LANCUŠKI et al., 2015), se mostrando eficazes na capacidade de encapsulação de compostos bioativos (FONSECA et al., 2019c, FONSECA et al.,

2020a). No entanto, ainda são escassos os estudos que utilizam amido nativo para produção de fibras ultrafinas.

O amido de batata-doce possui potencial para pesquisas científicas e aplicações industriais como na produção de macarrão (SILVA et al., 2013), cremes para saladas (EKE-EJIOFOR, 2015), filmes comestíveis (DASH et al., 2019), termoplásticos (ZHANG; WANG; WANG, 2011), bioetanol (SRICHUWONG et al., 2012), entre outros. Todavia, não foram encontrados estudos que tenham utilizado o amido de batata-doce como polímero para encapsulação, tornando-se necessária essa aplicação utilizando diferentes cultivares, uma vez que as condições edafoclimáticas podem propiciar particularidades distintas.

2. OJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Obter, avaliar e encapsular pela técnica de *electrospinning* o extrato da casca de cebola roxa (*Allium cepa* L., var. Crioula) em fibras ultrafinas de amidos de batata-doce (*Ipomoea batatas* L., var. Amélia e Cuia), visando manter as atividades biológicas dos compostos bioativos para aplicação na indústria de alimentos.

2.2 Objetivo específicos

- Extrair amido de batata-doce de duas cultivares;
- Obter o extrato da casca de cebola roxa;
- Produzir fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce de duas cultivares pela técnica de *electrospinning* e incorporar o extrato da casca de cebola roxa em diferentes concentrações;
- Caracterizar as soluções poliméricas formadoras de fibras quanto a viscosidade aparente e condutividade elétrica;
- Caracterizar o extrato da casca de cebola roxa não encapsulado quanto aos compostos fenólicos individuais, análise termogravimétrica, atividade antioxidante

frente aos radicais ABTS e DPPH e, atividade antibacteriana frente as bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*;

- Caracterizar as fibras ultrafinas produzidas com extrato encapsulado quanto a morfologia, distribuição de tamanho, eficiência de encapsulação, análise termogravimétrica, liberação simulada em meio hidrofílico e hidrofóbico, ângulo de contato, atividade antioxidante frente aos radicais ABTS e DPPH e, atividade antibacteriana frente as bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*.

3. HIPÓTESE

A encapsulação de diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa em fibras ultrafinas de amido de batata-doce de duas cultivares promove a proteção e manutenção das atividades antioxidante e antibacteriana e liberação *in vitro* dos compostos bioativos do extrato.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Cebola

Botanicamente, a cebola (*Allium cepa* L.) pertencia a família Liliaceae, porém recentemente, esquemas taxonômicos descrevem que o gênero *Allium* pertence à família Amaryllidaceae, subfamília Allioideae (PERUZZI; CARTA; ALTINORDU, 2017). A cebola é um vegetal versátil, bulboso, bienal e considerado a segunda cultura hortícola mais importante no mundo todo, sendo o tomate o primeiro. Logo, é amplamente cultivada e consumida em quase todo o planeta, sendo que, os países China, Estado Unidos e Índia, são os maiores produtores (BYSTRICKÁ et al., 2013; FAOSTAT, 2022). A produção brasileira em 2020 foi estimada em 1 milhão e 495 mil toneladas, com rendimento médio de 314,9 t.ha⁻¹ em área de aproximadamente 47,5 mil.ha⁻¹ (FAOSTAT, 2022).

A cebola é considerada um importante ingrediente alimentar, em razão, de exibir aromas e sabores fortes e característicos. É consumida tanto crua, quanto cozida, sendo propriamente usada como vegetal, condimento ou processada em produtos, como pó desidratado ou óleo essencial em diversas áreas culturais (YE; DAI; HU, 2013;

MARRELLI et al., 2019). Além de chamar atenção da cultura gastronômica, esse vegetal desperta interesse de muitos estudos científicos.

As atividades biológicas que são atribuídas a cebola, estão diretamente relacionadas com sua composição química, a qual, contém muitas vitaminas, minerais e aminoácidos sulfurados. Além disso, uma variedade de metabólitos secundários já foram identificados na composição da cebola, como flavonoides (particularmente flavonóis e antocianinas), fitoesteróis e saponinas (GRIFFITHS et al., 2002; BYSTRICKÁ et al., 2013; LIGUORI et al., 2017; PAREEK et al., 2018). A cebola é a principal fonte de flavonoides na dieta em muitos países, sendo que, as cultivares de cor roxa se destacam na quantidade desses compostos (LEE et al., 2011; NILE et al., 2017; NILE et al., 2018; KIM; KO; CHUNG, 2019). No entanto, devido a sua ampla distribuição mundial, a cebola apresenta uma quantidade relevante de resíduos que são depositados no mundo, sendo esses resíduos decorrentes do não aproveitamento de partes como a casca. Assim são necessárias alternativas para dar diferentes finalidades aos resíduos desse vegetal.

4.2 Extrato da casca de cebola

Os resíduos agroindustriais são considerados um dos grandes problemas do planeta e têm se tornado cada vez mais importantes nos países em desenvolvimento, devido aos seus efeitos adversos no meio ambiente e sustentabilidade. Se esses resíduos forem descartados incorretamente, podem apresentar uma grande ameaça ao meio ambiente. As estatísticas mostraram que os EUA e os países europeus descartam de 100.000 a 500.000 toneladas de resíduos de cebola anualmente (SHARMA et al., 2016). Os principais resíduos oriundos da cebola durante as etapas dos possíveis processamentos incluem as cascas, tanto a camada superficial, como as duas camadas de polpa subsequentes e as raízes, e ainda, podem ser descartados os bulbos mal formados, que apresentam algum tipo de injúria mecânica ou biológica (BENÍTEZ, 2012).

No entanto, a casca de cebola se diferencia pois pode ser uma matriz rica em compostos biologicamente ativos que apresentam benefícios para a saúde (KRISHNASAMY SEKAR et al., 2020; KUMAR et al., 2022; LEE et al., 2016; RO et al., 2015). Assim, é possível dar diferentes finalidades a casca da cebola, como sua utilização

como corante natural (DUTTA et al., 2021), aplicação em alimentos funcionais (CHADORSHABI; HALLAJ-NEZHADI; GHASEMPOUR, 2022) como pães (PIECHOWIAK et al., 2020), massas de trigo (MICHALAK-MAJEWSKA et al., 2020), produtos cárneos, como salsichas e hamburguers (BEDRNÍČEK et al., 2019; KURT; CEYLAN; AKKOÇ, 2019), entre outros.

Uma possibilidade para o reaproveitamento dos resíduos da cebola, é a utilização na preparação de extratos. Os extratos vegetais são preparações concentradas, que podem ser de consistência variável, obtidas a partir de diferentes partes de materiais vegetais, com ou sem tratamento (inativação enzimática, moagem, entre outros), e preparadas por processos que envolvem o uso de solventes (água, etanol, metanol, entre outros) (ALCÁZAR-ALAY et al., 2017). Estudos mostraram que extratos da casca da cebola, apresentam, pelo menos, três vezes maior quantidade de compostos fenólicos que o bulbo da cebola (ŠKERGET et al., 2009).

Nos últimos anos os resíduos e subprodutos dessa cultura vem chamando atenção na ciência para desenvolvimento de tecnologias e aplicações de seu reaproveitamento ou valorização, devido a sua composição rica em compostos bioativos, como os flavonóides, especialmente pela alta quantidade de quercetina e, ainda, incluem antocianinas, e flavonóis como kaempferol, isorhamnetina e seus glicosídeos (KUMAR et al., 2022). No entanto, esses compostos são facilmente degradados devido as condições externas, necessitando que tecnologias sejam aplicadas para preservação e manutenção desses compostos, como por exemplo a sua encapsulação.

4.3 Encapsulação de compostos bioativos

Impulsionado pela crescente demanda de melhoria da saúde ou prevenção de doenças por meio da dieta, os compostos bioativos vêm sendo pesquisados para distintas aplicações em áreas industriais.

A baixa estabilidade desses compostos aos fatores ambientais durante o processamento ou armazenamento de alimentos e ainda sua baixa biodisponibilidade ou instabilidade química quando expostos as condições do trato gastrointestinal, compromete significativamente seus benefícios previstos quando inseridos, como por

exemplo, diretamente em matrizes alimentícias (JANSEN-ALVES et al., 2018; RADÜNZ et al., 2020). Assim, é desejável uma abordagem de entrega eficaz que possa preservar a atividade biológica, aumentar a biodisponibilidade e alcançar a liberação controlada e específica dos compostos bioativos. A encapsulação pode representar uma solução adequada para superar estes problemas, possibilitando a inserção desses compostos no alimento, oferecendo vantagens como mascarar odores e sabores indesejáveis para melhorar a aceitação do produto e até mesmo assegurando a sua bioatividade (JANSEN-ALVES et al., 2018; WEN et al., 2017).

Além da aplicação direta em matrizes alimentícias, os compostos bioativos quando encapsulados podem ser aplicáveis em embalagens ativas, melhorando sua estabilidade e a biodisponibilidade. As embalagens ativas são aquelas em que um composto biologicamente ativo é incorporado para aprimorar as propriedades de um alimento acondicionado (WEN et al., 2017; ZHANG et al., 2020). Essas embalagens atuam diretamente no alimento, absorvem ou liberam uma substância e garantem proteção contra fatores externos, são capazes de apresentar diferentes funções como efeito antibacteriano e/ou antioxidante, absorvedores de oxigênio e etileno, umidade, odor ou sabor (NEO et al., 2013; RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ et al., 2021). Dentre as técnicas de encapsulação para preservação desses compostos bioativos, o *electrospinning* chama atenção por um processo altamente eficaz e por utilizar somente temperatura ambiente para produção de fibras ultrafinas.

4.4 Técnica de *electrospinning*

Electrospinning (eletrofiação do português) é uma técnica relativamente simples, confiável e alvo de diversos estudos, em que, utiliza alta tensão para produzir nanomateriais e permite a encapsulação de compostos bioativos. Essa técnica possibilita a continuidade na geração de fibras uniformes e homogêneas, além de apresentar boa eficiência, em razão da grande área superficial dos materiais formados em relação ao volume (GHORANI; TUCKER, 2015; ZHANG et al., 2020).

Na produção convencional de fibras por *electrospinning* (Figura 1), são necessários quatro componentes principais: uma fonte de alta tensão (para geração do campo elétrico); um tubo capilar (agulha de pequeno diâmetro); uma bomba de infusão

(para alimentação da solução polimérica no sistema) e uma placa coletora. O processamento, se dá com a fixação de um eletrodo a uma agulha que se conecta ao tubo capilar (seringa) contendo o polímero, enquanto outro eletrodo conecta-se ao coletor. O campo elétrico é gerado por uma alta tensão pela diferença de potencial aplicada no coletor e na extremidade do tubo capilar contendo o fluido que induz uma carga elétrica na superfície do líquido. À medida que a intensidade do campo elétrico é aumentada, a superfície do fluido na ponta do tubo capilar se alonga para desenvolver uma forma cônica, comumente conhecida como Cone de Taylor. No processo do jato da agulha para o coletor, o solvente evapora e as fibras secas são depositadas na placa coletora como uma rede interligada (KONG; ZIEGLER, 2014; GHORANI; TUCKER, 2015; MENDES; STEPHANSEN; CHRONAKIS, 2017; ZHANG et al., 2020).

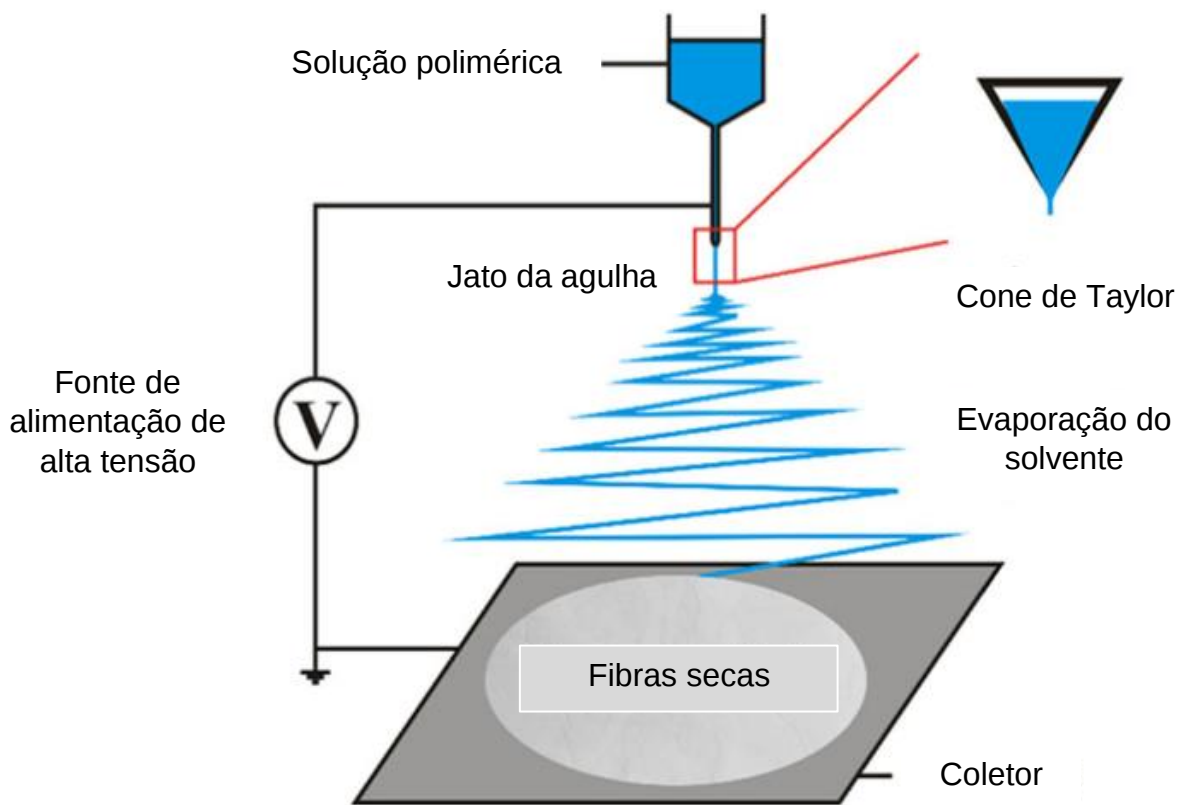


Figura 1. Ilustração do processo convencional de *electrospinning*
Fonte: Adaptado de Zhang et al. (2020).

Durante esse processo, os principais parâmetros que podem influenciar nas características das fibras ultrafinas formadas pela técnica de *electrospinning* são os parâmetros do processo: tensão elétrica, taxa de fluxo e distância ao coletor; as propriedades da solução polimérica: viscosidade, condutividade e tensão superficial, e as condições ambientais: umidade relativa e temperatura (GHORANI; TUCKER, 2015; GÖNEN; TAYGUN; KÜÇÜKBAYRAK, 2016). Além desses parâmetros, a versatilidade da técnica *electrospinning* permite o processamento de diferentes biopolímeros, sendo que, as características do tipo de polímero permitem a seleção das propriedades e funcionalidades almejadas (FONSECA et al., 2020a).

Embora a obtenção de fibras a partir de polímeros sintéticos seja relativamente mais fácil, em razão das suas estruturas químicas complexas, baixa solubilidade e alta tensão superficial, os polímeros naturais são desejados devido à sua biocompatibilidade e biodegradabilidade. Em destaque, o amido é um polímero que tem sido alvo de interesse e curiosidade na obtenção de fibras por *electrospinning*, por apresentar essas características, além de ser de fácil acesso, versátil e de baixo custo (FONSECA et al., 2019b; KONG; ZIEGLER, 2012; KONG; ZIEGLER, 2014; LANCUŠKI et al., 2015).

4.5 Amido

O amido é um polissacarídeo biodegradável, renovável e abundantemente encontrado em diversas fontes botânicas, como em raízes, caules, tubérculos, frutos e sementes, e, com isso, apresenta diferentes características e propriedades (HONG et al., 2016). Em razão de sua abundância, é designado como a fonte mais importante de carboidratos na alimentação humana, consistindo de 70 a 80% das calorias que o homem consome (DENARDIN; SILVA, 2009; MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

A conformação estrutural do amido permite o empacotamento das moléculas de glicose (produzidas nas folhas e armazenado nos amiloplastos) em estruturas muito densas, insolúveis e fisiologicamente inertes chamados grânulos (PÉREZ; BERTOFT, 2010; NELSON; COX, 2014). Estruturalmente, essas moléculas de glicose presentes na estrutura do amido, formam dois componentes, a amilose (molécula linear) e a

amilopectina (molécula ramificada), diferindo em suas propriedades e funcionalidades (PÉREZ; BERTOFT, 2010; NELSON; COX, 2014).

Em grande parte, as moléculas de amilose (Figura 2) são lineares de tamanho médio, com unidades de α -D-glucopirranose por ligações glicosídicas $\alpha(1-4)$, possuindo ligações capazes de manter cerca de 350 a 1000 unidades de glicose unidas à sua estrutura. A amilose representa em torno de 17-30% do total de amido, com algumas exceções. Em particular, algumas moléculas de amilose com elevado peso molecular, apresentam até dez ou mais ramificações, com ligações $\alpha(1-6)$ e, sua forma quase linear resulta na formação de hélices com interior hidrofóbico, podendo acomodar menores moléculas, como por exemplo, ácidos graxos, álcoois e iodo (PÉREZ; BERTOFT, 2010; ASHOGBON; AKINTAYO, 2014; NELSON; COX, 2014; CHEN et al., 2015; TABASUM et al., 2019).

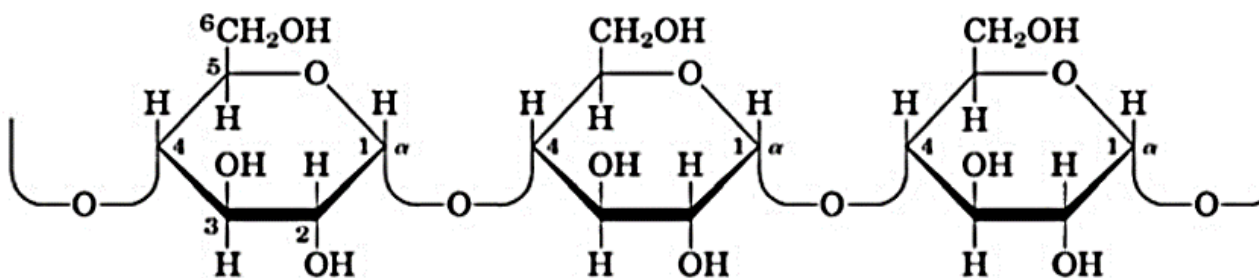


Figura 2. Estrutura química da amilose
Fonte: Adaptado de Nelson e Cox (2014).

Já, a amilopectina é extensa e ramificada, todavia, suas ramificações são relativamente curtas e constituem cerca de 5% da molécula, o que resulta em uma complexa estrutura molecular, com ramos que aparecem a cada 24-30 unidades de glicose na cadeia principal (Figura 3). A amilopectina possui unidades de α -D-glucopirranose unidas por ligações $\alpha(1-4)$ e $\alpha(1-6)$, as quais conferem ramificações a cadeia, entre um grupo hidroxila e um carbono das cadeias de glicose (PÉREZ; BERTOFT, 2010; ASHOGBON; AKINTAYO, 2014; NELSON; COX, 2014; CHEN et al., 2015; TABASUM et al., 2019).

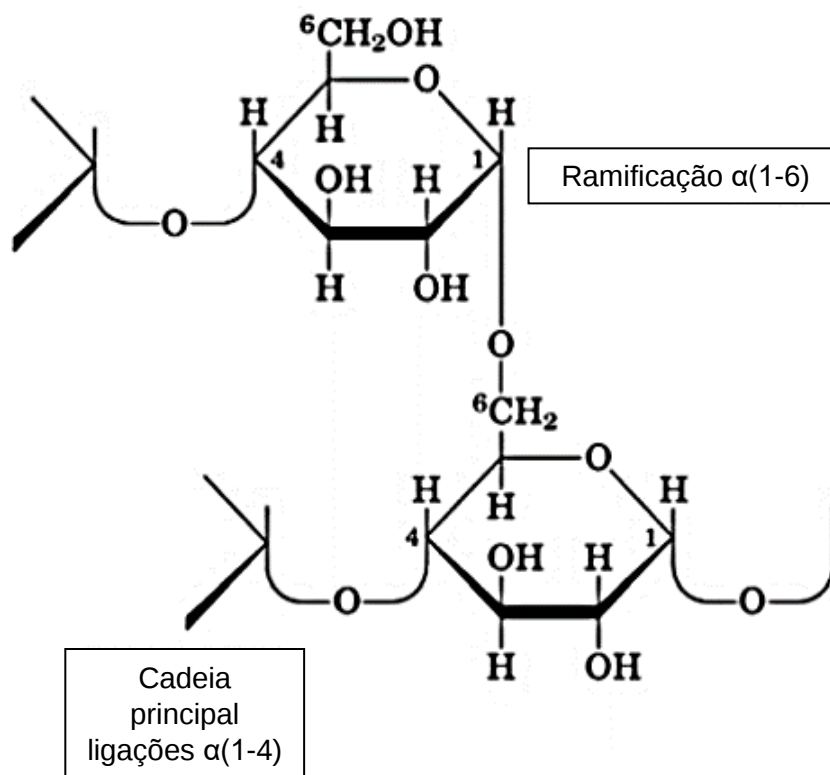


Figura 3. Estrutura química da amilopectina
 Fonte: Adaptado de Nelson e Cox (2014).

Esse polissacarídeo é amplamente utilizado em diversas indústrias, como por exemplo, em indústrias de alimentos (VAFINA et al., 2018), cosmética e farmacêutica (LIU et al., 2017; MARTO et al., 2018), biomédica (KOMUR et al., 2017), efluentes (DAS et al., 2019), têxtil (TESFAYE et al., 2018), e até mesmo na indústria de construção civil (MANSOUR et al., 2020), dentre outras. Recentemente, o amido também tem sido alvo de estudos de aplicação em embalagens (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010; ATEs; KUZ, 2020). No qual, uma possível alternativa de sua utilização é na produção de nanofibras ou fibras ultrafinas (FONSECA et al., 2019c; SUNTHORNVARABHAS et al., 2014). Evidentemente, seu uso industrial é crescente e necessário. A mandioca, o milho, a batata e o arroz, são as principais fontes comerciais desse carboidrato (DENARDIN; SILVA, 2009; MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010), todavia a batata-doce apresenta potencial para extração de amido e sua utilização em pesquisas.

4.6 Batata-doce

A batata-doce (*Ipomoea batatas* L.) é uma planta rasteira, pertencente à família botânica das Convolvuláceas, originária da América Latina. Destaca-se pelo alto rendimento por hectare, baixo custo de produção e retorno elevado (ZHU; WANG, 2014). De acordo com os últimos dados publicados pela *Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database* (FAOSTAT), a produção brasileira em 2020 foi estimada em 847,9 mil toneladas, com rendimento médio de 152,5 t.ha⁻¹ em área de aproximadamente 59,5 mil.ha⁻¹ (FAOSTAT, 2022). Possui uma produção de fácil manutenção, cultivada em praticamente todas as regiões do Brasil, com destaques para as regiões Sul e Nordeste, sendo responsáveis 50 e 29% desse montante, respectivamente (IBGE, 2016).

A batata-doce apresenta em sua composição 50 a 70% de carboidratos (particularmente amido, com teor de amilose em torno de 16-30%), em torno de 70% de umidade, 2,36 a 7,79% de proteínas, 0,24 a 1,11% de gordura, 5,02 a 14,35% de fibra dietética total e 1,07 a 9,78% de açúcares (KOUROUMA et al., 2020). Classifica-se também como ótima fonte de vitamina C, B2, B6, fibras dietéticas, potássio, cobre, manganês e ferro (FU et al., 2016). Suas raízes tuberosas podem ser consumidas na forma *in natura* ou processada.

Assim como a mandioca, a batata-doce é matéria-prima para a produção de farinha e amido, utilizando praticamente o mesmo processo e a mesma destinação. De tal modo, por apresentar uma vasta produção mundial, é perspicaz estudar seus constituintes, como o amido. O amido de batata-doce possui potencial para pesquisas científicas e aplicações industriais, no entanto vêm sendo muito estudado para sua utilização para produção de macarrão (CHEN et al., 2002; KOLARIC ET AL., 2019; SILVA et al., 2013). Na literatura não foram encontrados relatos do amido de batata-doce utilizado como um polímero encapsulante, portanto uma possível finalidade é utilizar o amido oriundo dessa matéria-prima como material de parede para preservação e manutenção de compostos bioativos.

4.7 Amido como material de parede na técnica de *electrospinning*

O amido não é facilmente eletrofiado, em razão, das moléculas de amilopectina serem mais volumosas e não se emaranharem o suficiente durante o processo para formação das fibras. Já amidos com alto teor de amilose são eletrofiados com um melhor desempenho, em razão, da amilose ser mais propícia ao emaranhamento, que é necessário para a formação de um jato de polímero estável durante o processo de *electrospinning* e formação de fibras (FONSECA et al., 2019b; KONG; ZIEGLER, 2012; KONG; ZIEGLER, 2014). Assim, estudos utilizando amido com alto teor de amilose ou amidos modificados são facilmente encontrados na literatura (KONG; ZIEGLER, 2012, 2014b; LANCUŠKI et al., 2015; WANG et al., 2015). Além disso, também são encontrados estudos que usam eletrofiação de amido combinado com outros polímeros sintéticos, como por exemplo, poli(óxido de etileno) (PEO), na solução formadora de fibras. Por mais que seja comum, nesses casos, o amido não é o principal polímero na fibra resultante. Assim, para tornar a produção das fibras ultrafinas de amido como polímero único na solução e economicamente viável, alguns estudos têm sido realizados, no entanto são poucos estudos que utilizam o amido nativo para tal finalidade.

A utilização de amido como polímero encapsulante por eletrofiação se torna uma alternativa extremamente interessante, pois essa técnica não envolve altas temperaturas ou pressões na produção de materiais. Assim, possibilita a proteção dos compostos bioativos para não se degradarem quando em contato com o ambiente externo. Além de propiciar uma liberação controlada e específica, e, aumentar sua aplicabilidade devido as atividades antioxidante e antibacteriana, por exemplo (CRUZ et al., 2021; FONSECA et al., 2019c; FONSECA et al., 2020a). Deste modo, tornando viável sua aplicação na indústria de alimentos, tanto na matriz alimentar, quanto em uma embalagem ativa. Porém, ainda são poucos os estudos que utilizam fibras de amido com essa finalidade.

No estudo realizado por Fonseca et al. (2019c), foi proposto um método utilizando o ácido fórmico na encapsulação de carvacrol em nanofibras eletrofiadas de amido de batata solúvel (com teor de amilose de $32,5 \pm 3,6\%$). Os pesquisadores realizaram a caracterização quanto as propriedades físicas, térmicas e mecânicas, bem como as atividades antimicrobiana e antioxidante das nanofibras. Por fim, constataram que as nanofibras foram eletrofiadas com sucesso, e que, as nanofibras de amido de batata puro

apresentaram morfologia fundida. Entretanto, aquelas carregadas com carvacrol apresentaram morfologia homogênea com diâmetros médios variando de 73 a 95 nm. Além disso, as nanofibras de amido carregadas com carvacrol apresentaram alta atividade antioxidante e antimicrobiana, ressaltando, que essas atividades são promissoras em aplicações como sistemas de embalagem ativas de alimentos para estender a vida útil e garantir a segurança dos produtos alimentícios.

Em outro estudo, foi realizada a encapsulação de extrato da casca de pinhão (*Araucaria angustifolia*) rico em compostos fenólicos, em fibras de amido de batata solúvel produzidas por eletrofiação, em que, avaliaram sua atividade antioxidante e liberação de compostos fenólicos *in vitro*. Esse estudo encapsulou com sucesso o extrato da casca de pinhão, e ainda, as fibras produzidas apresentaram morfologia homogênea e diâmetros médios variando de 96 a 124 nm e atividade antioxidante de aproximadamente 28%. Além disso, a estabilidade térmica do extrato foi aumentada quando incorporado nas fibras de amido. Também apresentaram rápida, mas baixa liberação de compostos fenólicos *in vitro* em meios hidrofílicos e hidrofóbicos (FONSECA et al., 2020a). Embora sejam escassos os estudos, a utilização de amido como material encapsulante pela técnica de *electrospinning* se torna uma alternativa muito promissora na investigação e encapsulação de compostos bioativos oriundos de diferentes fontes como frutas e hortaliças e seus resíduos.

5. MATERIAL E MÉTODOS

5.1 Material

A cebola (*Allium cepa* L., var. Crioula), a batata-doce (*Ipomoea batatas* L.) de cor amarela (var. Amélia) e branca (var. Cuia) foram adquiridas de produtores e no comércio local da cidade de Pelotas, Rio Grande do Sul, Brasil. A água ultrapura foi obtida pelo sistema MegaPurity® da MecLab. O ácido fórmico foi utilizado como solvente (85% de pureza, Dinâmica, CAS 64-18-6). Os radicais livre 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolin) 6-ácido sulfônico (ABTS, Sigma Aldrich, CAS 30931-67-0), 2,2-difenil-1-picril-hidrazilo (DPPH, Sigma Aldrich, CAS 1898-66-4) e o padrão de amilose de batata (Sigma Aldrich, CAS 9005-82-7) foram adquiridos da Sigma Aldrich. O etanol (≥99,8% de pureza, Êxodo

Científica, CAS 64-17-5) utilizado foi obtido da Êxodo Científica e o metanol ($\geq 99,8\%$ de pureza, NEON, CAS 67-56-1) foi obtido da NEON. O iodo (pureza $\geq 99,8\%$, Synth, Lote 210066) e o Iodeto de potássio (pureza $\geq 99,9\%$, Synth, Lote 210066) foram adquiridos da Synth. O padrão de quercetina dihidratada (Extrasynthese, CAS 6151-25-3) foi obtido da Extrasynthese. A acetonitrila (pureza $\geq 99,9\%$, Honeywell, CAS 75-055-8) e os demais reagentes utilizados foram de grau analítico.

5.2 Delineamento experimental e métodos

A Tabela 1 apresenta o delineamento experimental utilizado para elaboração e caracterização do extrato da casca de cebola roxa (ECCR), caracterização das soluções poliméricas e, produção e caracterização das fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela e branca produzidas por *electrospinning* contendo ECCR.

Tabela 1. Delineamento experimental para produção e caracterização do extrato da casca de cebola roxa (ECCR) não encapsulado, das soluções poliméricas e das fibras ultrafinas encapsuladas com ECCR produzidas por *electrospinning*

Tratamento	Variáveis Independentes		Variáveis dependentes
	Fibras	Concentração de extrato (p/p) (%)	
			Extrato da casca de cebola roxa (ECCR) não encapsulado
			Compostos fenólicos individuais
			Propriedades térmicas
			Atividade antioxidante <i>in vitro</i>
			Atividade antibacteriana <i>in vitro</i>
			Soluções poliméricas
			Viscosidade aparente
			Condutividade elétrica
			Fibras ultrafinas encapsuladas com ECCR
1	Fibras ultrafinas de batata-doce amarela (FBDA)	0	Morfologia
2		3	Distribuição de tamanho
3		6	Eficiência de encapsulação
4		9	Propriedades térmicas
5	Fibras ultrafinas de batata-doce branca (FBDB)	0	Simulação da liberação <i>in vitro</i>
6		3	Ângulo de contato
7		6	Atividade antioxidante <i>in vitro</i>
8		9	Atividade antibacteriana <i>in vitro</i>

5.3 Extração do amido de batata-doce amarela e branca e teor de amilose

Os amidos de batata-doce foram extraídos de acordo com Silva et al. (2021), com pequenas modificações. Primeiramente a batata-doce amarela (Apêndice A, Figura 8A) e a batata-doce branca (Apêndice A, Figura 8B) foram lavadas em água corrente, descascadas, cortadas manualmente e imersas em solução aquosa de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, 0,5%, p/v) por 15 min na proporção de 1 kg de matéria-prima para 2 L

de solução. Após, foram trituradas em liquidificador industrial por 1 min e 30 s. Os amidos foram filtrados, peneirados (Mesh 230, 63 μm) e foram realizadas sucessivas lavagens da massa. As massas filtradas foram decantadas e posteriormente purificadas. Após, foram secas em estufa de circulação de ar por 24 h à 40 °C. O produto seco foi moído para obtenção de um pó e armazenado em frasco hermeticamente fechado a temperatura ambiente (22 ± 2 °C). Por fim, o rendimento médio do processo extrativo (Equação 1) foi obtido, sendo os resultados expressos em porcentagem (%).

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{Amido seco}}{\text{Massa de batata}} \times 100 \quad \text{Eq 1.}$$

5.4 Teor de amilose do amido de batata-doce amarela e branca

O teor de amilose dos amidos de batata-doce amarela e branca foram determinados de acordo Mcgrance, Cornell e Rix, (1998), por método colorimétrico com iodo. Primeiramente, os amidos foram previamente desengordurados com hexano em um extrator *Soxhlet*. Após, 20 mg de cada amido juntamente com 8 mL de dimetilsulfóxido (DMSO) à 90% foram agitados durante 1 min em vórtex e, posteriormente acondicionados em banho à 90 °C durante 2 h, agitando em vórtex a cada 30 min por 1 min. O conteúdo foi transferido para tubos Falcon, homogeneizado e após arrefecimento foi adicionado 17 mL de H₂O (Milli-Q, v/v). Em seguida, 1 mL da solução foi adicionada em 5 mL de solução de I₂/KI (0,0025 mol. L⁻¹ de I₂ e 0,0065 mol.L⁻¹ de KI) e 44 mL de H₂O (Milli-Q, v/v). A solução resultante foi homogeneizada e mantida no escuro e em repouso por 15 min, e após, foi realizada a leitura da absorbância em espectrofotômetro (FischerScientific, Jenway™ 6705, UK) em 600 nm. Para a construção da curva padrão de amilose foi utilizada 40 mg de amilose de batata pura (Sigma Aldrich, CAS 9005-82-7) sendo retiradas alíquotas de 0,00; 0,01; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 mL para determinação da absorbância em espectrofotômetro. O teor de amilose foi determinado referindo-se a absorbância à curva padrão ($y = 0,4466x + 0,0018$, $R^2 = 0,9997$) e expressa em porcentagem (%).

5.5 Obtenção do extrato da casca de cebola roxa (ECCR)

Inicialmente, as cebolas foram selecionadas em função da presença de deterioração ou fungos aparentes, e após foram retiradas as cascas (Apêndice B, Figura 9). Em seguida, foram lavadas com água, sanitizadas em solução aquosa de hipoclorito de sódio (NaClO, 0,02%, v/p) por 15 min na proporção de 1 kg de matéria-prima para 2 L de solução, enxaguados com água e secas em temperatura ambiente (24 ± 3 °C). Após as cascas foram separadas para dar continuidade ao estudo e as cebolas foram liofilizadas (Liofilizador, Liotop K108, Brasil) e armazenadas a - 63 °C para futuros estudos.

A preparação do ECCR foi realizada de acordo com Lee et al. (2014), com modificações. As cascas foram secas em estufa com circulação de ar forçado por 8 h à 60 °C. Após secas, as cascas foram adicionadas em uma picadora de alimentos (Cuori, CUO-3110, Itália) por 3 min. Posteriormente, foram misturadas com etanol 70% (em H₂O Milli-Q, v/v) na proporção de 1:45 (p/v), aquecidas em banho maria à 60 °C por 3 h, com agitação manual a cada 30 min. Em seguida, a solução extratora foi filtrada e inserida em um rota-evaporador (Laborota 4000eco, Heidolph, Alemanha), acoplado em banho ultra-termostático (Q214M2, Quimis, Brasil) a 60 °C e 90 rpm de agitação, até a completa evaporação do solvente. Por fim, foi armazenado em ultrafreezer a - 63 °C e, após, liofilizado (Liofilizador, Liotop K108, Brasil) com os seguintes parâmetros: temperatura do condensador de -100 °C, pressão abaixo de 100 µHg, permanecendo por um período de 72 h, obtendo-se assim o ECCR liofilizado. O extrato liofilizado obtido foi contido em frasco hermeticamente fechado e armazenado em congelador a - 17 ± 3 °C. O rendimento médio do processo de extração foi obtido, sendo os resultados expressos em porcentagem (%).

5.6 Preparo das soluções poliméricas

Inicialmente foram preparadas as soluções poliméricas formadoras de fibras ultrafinas, para isso utilizou-se 0,6 g de amido de batata-doce amarela e de batata-doce branca individualmente (20% p/v) em 3 mL de ácido fórmico 75% (em H₂O Milli-Q, v/v), conforme definidos em testes preliminares. A solução foi agitada em agitador magnético

(VELP Scientific, F203A0177, Itália) por 20 h para que houvesse a gelatinização e completa dissolução dos amidos (FONSECA et al., 2020a). Após o tempo de agitação, o ECCR foi adicionado e novamente foi agitado por 20 min, para ocorrer a homogeneização do ECCR na solução polimérica. O ECCR foi incorporado à solução nas concentrações de 0, 3, 6 e 9% (p/p) em base seca (definidas em testes preliminares).

5.7 Caracterização das soluções poliméricas

5.7.1 Condutividade elétrica

A condutividade elétrica das soluções poliméricas foi avaliada utilizando um condutímetro (Modelo EC150, Simpla, China) e expressa mS/cm, utilizando aproximadamente 12 mL de amostra. A análise foi realizada em triplicata e em temperatura ambiente (22 ± 2 °C) (RADÜNZ et al., 2020).

5.7.2 Viscosidade aparente

A viscosidade aparente das soluções poliméricas foi determinada em um viscosímetro digital (Brookfield, Modelo DV-II+Pro, EUA), com *spindle* nº18 e expressa em cP. Aproximadamente 12 mL de amostra foram necessárias para medição, sendo realizadas em triplicata e em temperatura ambiente (22 ± 2 °C).

5.8 Processo de *electrospinning* para encapsulação do extrato da casca de cebola roxa (ECCR)

Posterior ao preparo das soluções poliméricas conforme escrito na seção 5.6, ocorreu a encapsulação do ECCR em fibras ultrafinas de amido, que se deu através de uma estação horizontal de *electrospinning*. Para isso, as soluções foram adicionadas individualmente em uma seringa plástica de 3 mL com agulha de aço inoxidável de 0,8 mm de diâmetro e bombeadas a uma taxa de fluxo constante de $0,75 \text{ mL.h}^{-1}$ por uma bomba de infusão de seringa (KD Scientific, Modelo 100, Holliston, Inglaterra). Foi aplicada uma tensão de 18 kV através de uma fonte de alimentação (Faíscas, Modelo FA+30kV, Brasil) e uma distância de 20 cm da ponta da agulha a placa coletora revestida

com folha de alumínio (FONSECA et al., 2020a). A coleta foi realizada em temperatura ambiente em 16 ± 2 °C controlado utilizando com ar condicionado (Electrolux, Brasil) e a umidade relativa foi controlada em $43 \pm 5\%$ utilizando desumidificador (ARSEC, Modelo 160, Brasil).

5.9 Caracterização das fibras ultrafinas

5.9.1 Morfologia e distribuição de tamanho

A morfologia das fibras ultrafinas dos amidos com e sem ECCR encapsulado foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Jeol, JSM - 6610LV, EUA). Uma pequena quantidade do material foi fixada em *stubs* com fita dupla face e recobertas com ouro utilizando um metalizador (Sputtering, Denton Vacuum Desk V, EUA) e analisadas com uma aceleração de tensão de 10 kV. O diâmetro médio e a distribuição de tamanho foram obtidas através das imagens de MEV com base na medição de 65 (sessenta e cinco) fibras ultrafinas selecionadas aleatoriamente, utilizando o software *ImageJ* versão 2015 (RADÜNZ et al., 2020).

5.9.2 Identificação e quantificação dos compostos por HPLC-MS

Para análise de compostos fenólicos individuais foram pesadas 5 mg do ECCR e adicionado de 400 µL de solução de ácido fórmico (75%, em H₂O Milli-Q, v/v), agitado em vórtex durante 2 min, posteriormente foi adicionado 1,1 mL de solução de acetonitrila:água (1:1 em H₂O Milli-Q, v/v) agitado em vórtex durante 30 s, centrifugado durante 10 min, a 4 °C e 6000 rpm. Após, foi filtrado e 10 µL foram injetados em sistema Cromatografia líquida de alta performance (HPLC) (Shimadzu, Japão). A separação dos compostos ocorreu com a utilização de fases móveis contendo água ultra pura acidificada com 0,1% de ácido fórmico (fase A) e acetonitrila acidificada com 0,1% de ácido fórmico (fase B) e coluna C18 Cogent Bidentate (100 mm x 2.1 mm x 2.2 µm ID, MicroSolv Technology Corporation, Greater Wilmington NC, EUA). O gradiente de eluição foi o seguinte: 0-1 min, 10% B; 1-10 min, 100% B; 10-11 min, 100% B; 11-11,05 min, 10% B; 11,05-15 min, 10% B.

Para identificação dos compostos foi acoplado à cromatografia, o espectrômetro de massas de alta resolução (tipo quadrupolo-tempo de voo) (Maxis Impact, Bruker Daltonics, Bremen, Alemanha). O modo de ionização negativo foi operado com os seguintes parâmetros: voltagem do capilar em 3,5 kV, gás de secagem em 8,0 L min⁻¹ e temperatura de 180 °C, pressão do gás de nebulização (N₂) de 2 bar, colisão de RF de 500 Vpp, tempo de transferência 120 ms e armazenamento pré-pulso de 8 µs. Os espectros de massas foram adquiridos ao longo de uma faixa de massa de *m/z* 50 a 1200. O equipamento foi calibrado com formiato de sódio 10 mM. A análise e processamento de dados foram realizados utilizando o programa DataAnalysis (Bruker Daltonics, Alemanha), o qual forneceu uma lista de possíveis fórmulas elementares usando a ferramenta Smart Formula. As fórmulas moleculares candidatas foram escolhidas com base no erro de massa exato (ppm) e nos valores de similaridade da distribuição isotópica (mSigma).

O método cromatográfico foi validado utilizando o padrão quercetina dihidratada. Os limites de detecção e quantificação foram determinados a partir da curva de calibração, estimados em uma relação sinal-ruído de 3 e 10, respectivamente. A precisão foi avaliada pela repetibilidade em três dias, analisando três concentrações (LOQ, ponto médio e máximo da curva de calibração) e no mesmo dia, com sete repetições sequenciais de injeções em três concentrações (LOQ, ponto médio e máximo da curva de calibração).

5.9.3 Eficiência de encapsulação

A eficiência de encapsulação (EE) das fibras ultrafinas dos amidos com ECCR encapsulado em diferentes concentrações foi avaliada por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). As amostras de fibras ultrafinas foram devidamente preparadas e o processo de identificação e quantificação foi realizado conforme descrito na seção 5.9.2, em que, foram pesadas 5 mg do ECCR e adicionado de 400 µL de solução de ácido fórmico (75%, em H₂O Milli-Q, v/v). A mistura foi agitada em vórtex durante 2 min e, posteriormente, foi adicionado 1,1 mL de solução de acetonitrila:água (1:1 em H₂O Milli-Q, v/v), agitado em vórtex durante 30 s e centrifugado durante 10 min, a 4 °C e 6000 rpm.

A identificação dos compostos oriundos do ECCR presentes nas fibras ultrafinas dos amidos foi confirmada pela comparação dos espectros de massas com o composto livre (não encapsulado), e através de uma curva analítica de calibração (FONSECA et al., 2020a). A EE foi apresentada em porcentagem (%) e calculada conforme a Equação 2.

$$EE (\%) = \frac{\text{Quantidade de composto nas fibras}}{\text{Quantidade real de composto}} \times 100 \quad \text{Eq 2.}$$

5.9.4 Análise termogravimétrica (TGA)

O equipamento foi previamente calibrado de acordo com as especificações do fabricante. Para a análise, foram utilizadas aproximadamente 5 a 10 mg das amostras acondicionadas em suporte de α -alumina aberto (Shimadzu). As análises foram realizadas em equipamento TG-60 (TA-60WS, Shimadzu, Kyoto, Japão), sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL.min⁻¹, temperatura inicial de 30 °C, taxa de aquecimento de 10 °C.min⁻¹ até alcançar temperatura final de 600 °C. Para aquisição dos dados, temperatura inicial (Tp₀), temperatura de pico (Tp_n) e perda de massa (Δ_{mn}) foi utilizado o programa TA-60WS versão 2.20 (Shimadzu Corporation) (RADÜNZ et al., 2020).

5.9.5 Simulação da liberação *in vitro* dos compostos fenólicos em meios hidrofílicos e hidrofóbicos

A análise foi realizada em meio considerado como simulador de alimentos pelo Regulamento da Comissão 10/2011 da UE (10/2011/EC). O ensaio de liberação *in vitro* dos compostos fenólicos do ECCR encapsulado em fibras ultrafinas de amido procedeu-se conforme descrito por Fonseca et al. (2020a), com modificações. As fibras ultrafinas de amido (5 mg) foram adicionadas em 1,5 mL do simulador de meio hidrofílico (etanol 10%) e hidrofóbico (etanol 50%) em H₂O Milli-Q (v/v), em temperatura ambiente (24 ± 3 °C) com agitação manual suave. Após, 24 h foi realizada a análise de compostos fenólicos individuais por cromatografia líquida de alta performance (HPLC), conforme descrito na seção 5.9.2, afim de identificar e quantificar os compostos liberados na

simulação *in vitro*. O perfil de liberação nos meios hidrofílicos e hidrofóbicos foram apresentados em porcentagem (%) e calculado conforme a Equação 3.

$$\text{Liberação (\%)} = \frac{\text{Quantidade de composto no meio simulante}}{\text{Quantidade de composto nas fibras}} \times 100 \quad \text{Eq 3.}$$

5.9.6 Ângulo de contato

Para avaliação da hidrofilicidade (molhabilidade) as fibras ultrafinas de amido com ECCR encapsulado e não encapsulado foram eletrofiadas por 40 min sendo coletadas em lâminas de vidro afim de formar uma membrana. Essas foram avaliadas através da medição do ângulo de contato, utilizando goniômetro (Labometric, LB-DX, EUA) em temperatura ambiente (22 ± 2 °C). Uma gota d'água destilada de 7 µL foi colocada sobre a amostra. O tempo para absorção d'água foi registrado em câmera digital e uma foto foi registrada após 45 s em que a gota permaneceu em contato com a membrana.

5.9.7 Atividade antioxidante *in vitro*

A atividade antioxidante do extrato da casca de cebola roxa encapsulado e não encapsulado em fibras ultrafinas de amido foi determinada de acordo com os métodos de eliminação do radical ABTS (radical 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolin) 6-ácido sulfônico) sugerido por Re et al. (1999) e DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazilo) sugerido por Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995).

5.9.7.1 Capacidade de inibição do radical ABTS

A capacidade de eliminação do radical ABTS frente aos compostos do ECCR encapsulado e não encapsulado em fibras ultrafinas dos amidos foi determinada. A solução estoque de ABTS 7,4 mM (5 mL) foi misturada com persulfato de sódio 140 mM (88 µL) e mantida no escuro por 16 h em temperatura ambiente (22 ± 2 °C). Em seguida, 1 mL dessa solução, foi diluída em aproximadamente 100 mL de etanol e ajustado para $0,70 \pm 0,05$ nm medido a 734 nm. As amostras (1 mg) foram pesadas em tubos

separados, e em seguida foi adicionado 3 mL de solução ABTS e agitadas por 1 min e mantidas por 30 min no escuro em temperatura ambiente ($24 \pm 3^\circ\text{C}$), e posteriormente a absorbância foi medida a 734 nm utilizando um espectrofotômetro de microplacas (SpectraMax 190, Molecular Devices, EUA). Ao final da reação, a capacidade de eliminação do radical foi calculada usando a Equação 4.

Em que: $Abs_{amostra}$ é a absorbância do extrato encapsulado e não encapsulado em fibras ultrafinas de amido e Abs_{branco} é a absorbância das soluções sem amostra.

Os resultados foram expressos em porcentagem (%) de inibição do radical, sendo calculados em base seca.

$$\text{Inibição (\%)} = \frac{(Abs_{branco} - Abs_{amostra})}{Abs_{branco}} \times 100 \quad \text{Eq 4.}$$

5.9.7.2 Capacidade de inibição do radical DPPH

A capacidade de doação de átomos de hidrogênio pelos compostos oriundos do ECCR encapsulado e não encapsulado em fibras ultrafinas dos amidos pelo método de radical DPPH foi determinada. Inicialmente, a solução estoque de DPPH (0,6 mM) foi preparada com 6 mg de DPPH em 25 mL de metanol, após, 10 mL dessa solução foi diluída em aproximadamente 45 mL de metanol e a absorbância ajustada para $1,10 \pm 0,02$ a 515 nm. As amostras (1 mg) foram pesadas em tubos individualmente, e em seguida foi adicionado 3,9 mL de DPPH recentemente preparado, e depois agitados em um vórtex por 60 s sendo mantido no escuro em temperatura ambiente ($22 \pm 3^\circ\text{C}$) por 2 h e 30 min. Posteriormente a absorbância foi medida a 515 nm utilizando um espectrofotômetro de microplacas (SpectraMax 190, Molecular Devices, EUA).

Ao final da reação, a capacidade de eliminação do radical foi calculada usando a Equação 4.

5.9.8 Atividade antibacteriana *in vitro*

Para a determinação da atividade antibacteriana *in vitro* do extrato não encapsulado e encapsulado em fibras ultrafinas de amido foram utilizadas cepas padrão de duas

bactérias de origem alimentar: *Escherichia coli* (ATCC 25922) e *Staphylococcus aureus* (ATCC 14458).

5.9.8.1 Reativação das bactérias

Para a reativação, individualmente, uma alçada de cada bactéria foi transferida para tubos contendo caldo Soja Trypticaseína (TSB, Kasvi, Itália) e incubadas em estufa durante 24 h a 37 °C. Do crescimento bacteriano em caldo TSB, foi retirado 1 mL e ressuspendida em 10 mL de solução salina (NaCl 0,85%, Synth, Brasil) e testado no padrão de turbidez 1,0 na escala de McFarland ($3,0 \times 10^8$ UFC.mL⁻¹). Os dados foram obtidos em triplicata.

5.9.8.2 Difusão em ágar

A análise de difusão em ágar foi realizada seguindo a metodologia *Clinical and Laboratory Standards Institute* (CLSI, 2015), com adaptações. Para isto, foi semeada 100 µL da solução salina 0,85% contendo o inóculo em placas de ágar Muller-Hinton (MH, Kasvi, Itália). Em seguida, em cada placa com ágar foram realizados três poços com diâmetro de 4 mm, em que, dois poços foram colocados 15 µL do extrato ou 2 mg das fibras ultrafinas dos amidos com ECCR. Foi utilizado um controle contendo água destilada esterilizada no terceiro poço. Após, as placas foram incubadas por 24 h a 37 °C e então efetuada a medição dos halos de inibição com auxílio de um paquímetro universal (FORTG, FG8330, Brasil). Os resultados foram expressos em mm.

5.9.8.3 Concentração inibitória mínima (CIM)

A CIM foi realizada de acordo com o método descrito por Cabral et al., (2009), com algumas modificações. Foram utilizadas placas de microtitulação de 96 poços, em que se adicionou em cada poço 180 µL de caldo de Infusão Cérebro-Coração (BHI, HiMedia, Índia), e 20 µL de água salina (0,85%) com crescimento bacteriano (inóculo) e ECCR não encapsulado (22, 17,6, 11, 4,4 e 2,2 mg.mL⁻¹) e as fibras ultrafinas de amido com ECCR encapsulado com 9% (3,96, 3,17 e 1,98 mg.mL⁻¹), 6% (2,64, 2,11 e 1,32 mg.mL⁻¹) e 3% (1,32, 1,06 e 0,66 mg.mL⁻¹) em diferentes concentrações, em que

variaram devido a quantidade do extrato encapsulado. As placas foram lidas em espectrofotômetro de microplacas (SpectraMax 190, Molecular Devices, EUA) a 620 nm e incubadas por 24 h a 37 °C, e após, realizada uma nova leitura em espectrofotômetro. A CIM foi considerada como a menor concentração em que não houve crescimento bacteriano no meio de cultura.

Dois controles foram utilizados na determinação da CIM: o primeiro com extrato e sem adição da solução salina contendo o inóculo; e o segundo sem o extrato e com da solução salina contendo o inóculo.

5.9.2.4 Concentração bactericida mínima (CBM)

Após a realização da CIM, foram retirados 15 µL dos poços das amostras onde se verificou a ocorrência de inibição das bactérias e estriados em placas de Petri com ágar Padrão para Contagem (PCA, Lab M Limited, Reino Unido) e incubados por 24 h a 37 °C. A CBM foi considerada aquela correspondente às placas em que não tiveram crescimento bacteriano (CABRAL et al., 2009).

5.10 Análise estatística

Os resultados foram analisados através da análise de variância (ANOVA) e as médias foram comparadas pelo teste de Tukey com nível de significância de 5% para comparar as diferentes concentrações de extrato encapsulado nas fibras ultrafinas de amido (batata-doce amarela ou branca). Já para comparar as fibras ultrafinas produzidas com amido de batata-doce branca e amarela (com a mesma concentração de extrato) foi utilizado o Test t-Student ($p \leq 0,05$).

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Rendimento da extração e teor de amilose do amido de batata-doce amarela e branca

O rendimento de extração do amido de batata-doce amarela e branca foi de 13,4% e 15,3%, respectivamente. Domingos et al. (2020) relataram rendimentos de 11,57% e 12,63% para batata-doce Brazlândia Roxa e batata-doce Beauregard, respectivamente, valores relativamente próximos ao atual estudo. O rendimento e as características do amido, como por exemplo o teor de amilose, características e tamanho dos grânulos, variam de acordo com o estágio de desenvolvimento da planta de origem, fonte botânica, o tipo de solo e local, condições edafoclimáticas e armazenamento da matéria-prima (WANG et al., 2020).

O teor de amilose do amido de batata-doce amarela e branca foi de $29,7 \pm 0,2\%$ e $29,8 \pm 0,4\%$, respectivamente. Valores inferiores foram obtidos por Babu et al. (2015), que relataram teor de amilose de 18,56% de amido de batata-doce proveniente da Índia. No entanto, 28,04% foi o teor de amilose para amido de batata-doce relatado por Guo et al. (2019), relativamente semelhante ao atual estudo.

O teor de amilose desempenha um papel importante nas propriedades funcionais dos amidos, a transparência e o inchaço do amido diminuem com o aumento do teor de amilose (WANG et al., 2020). Além disso, é um fator fundamental no processo de *electrospinning*, contribuindo em todas as características das fibras ultrafinas ou nanofibras formadas. Fonseca et al. (2019a) encontraram teor de amilose de 32,54% para amido de batata solúvel, sendo capaz de formar fibras ultrafinas. De acordo com Kong e Ziegler (2012), amidos que apresentam alto teor de amilose, fazem com que as moléculas interagem entre si e formem um emaranhado mais facilmente, comparado aos amidos com menor teor de amilose, uma vez que as moléculas de amilopectina são mais volumosas e não se emaranham o suficiente durante o processo para formação das fibras ultrafinas ou nanofibras. Por essa razão, são escassos os estudos que utilizam amidos de forma nativa ou de baixa amilose, sendo encontrados mais facilmente estudos utilizando amidos modificados, com teor de amilose alto ou em conjunto com outros polímeros.

6.2 Caracterização das soluções poliméricas

6.2.1 Condutividade elétrica

A condutividade elétrica das soluções de amido de batata-doce amarela e branca incorporadas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR estão apresentadas na Tabela 2. A condutividade elétrica não foi influenciada significativamente ($p > 0,05$) quanto as soluções poliméricas de amido de batata-doce amarela (BDA) incorporadas com 0 e 3% de ECCR, no entanto apresentou um aumento significativo ($p < 0,05$) na condutividade quando adicionada de 6 e 9% de ECCR, as quais não diferiram estatisticamente entre si. Quanto às soluções poliméricas de batata-doce branca (BDB), à medida que o ECCR foi incorporado, a condutividade aumentou, no entanto, as incorporadas com 3 e 6% de ECCR não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$). As soluções poliméricas produzidas com os amidos BDA e BDB apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$) na condutividade aparente nas soluções poliméricas incorporadas com a mesma porcentagem de ECCR.

Tabela 2. Condutividade elétrica e viscosidade aparente das soluções poliméricas de amido de batata-doce amarela e branca com 0, 3, 6 e 9% de extrato da casca de cebola roxa

Solução polimérica		Condutividade (mS/cm)	Viscosidade (cP)
Amostra ¹	Concentração (% ECCR) ²		
BDA	0	5,45 ± 0,02 ^{b*}	3.790,25 ± 21,06 ^{a*}
	3	5,36 ± 0,03 ^{b*}	3.449,33 ± 117,67 ^{b*}
	6	5,77 ± 0,06 ^{a*}	2.704,25 ± 23,67 ^{c*}
	9	5,83 ± 0,03 ^{a*}	2.548,75 ± 52,87 ^{d*}
BDB	0	4,77 ± 0,02 ^{C*}	2.868,80 ± 50,00 ^{A*}
	3	5,06 ± 0,02 ^{B*}	2.538,30 ± 21,00 ^{B*}
	6	5,10 ± 0,04 ^{B*}	2.373,00 ± 18,20 ^{C*}
	9	5,28 ± 0,13 ^{A*}	2.696,00 ± 93,00 ^{B*}

Os resultados são expressos como média ($n = 3$) ± desvio padrão. ¹Solução polimérica a partir de amido de batata-doce amarela (BDA) e amido de batata-doce branca (BDB); ²Concentração de 0, 3, 6 e 9% de extrato da casca de cebola roxa (ECCR) incorporado nas soluções poliméricas de amido.

a, b, c, d Valores com letras diferentes na mesma coluna são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela para o teste de Tukey ($p < 0.05$) para cada parâmetro avaliado.
A, B, C Valores com letras diferentes na mesma coluna são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce branca para o teste de Tukey ($p < 0.05$) para cada parâmetro avaliado.
* Valores com asterisco na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t-Student ($p < 0.05$) entre as fibras ultrafinas dos diferentes amidos com a mesma concentração de extrato encapsulado.

De forma geral, a incorporação do ECCR aumentou a condutividade elétrica nas soluções poliméricas dos diferentes amidos. Entretanto, esse aumento não afetou o processo eletromagnético na formação de fibras ultrafinas pela técnica de *electrospinning*, uma vez que houve a formação de jatos estáveis, contínuos e com pouco gotejamento. Krumreich et al. (2019) citam que a solução com maior condutividade elétrica promove o alongamento do jato ao longo de seu eixo, produzindo fibras de menor diâmetro. Entretanto, a maior condutividade das soluções poliméricas do presente estudo não mostrou influenciar o alongamento do jato e a coleta efetiva de fibras ultrafinas.

Em um estudo realizado por Radünz et al. (2020) utilizando zeína, foi visto um comportamento semelhante de condutividade elétrica nas soluções poliméricas de extrato de brócolis/zeína (v/v) em diferentes concentrações (100:0; 0:100; 10:90; 20:80; 30:70; 40:60; 45:55; 50:50; 60:40; 70:30; 80:20; 90:10, extrato de brócolis:zeína), em que a condutividade aumentava concomitantemente com a concentração de extrato de brócolis. De acordo com Bhardwaj e Kundu (2010), a condutividade elétrica da solução polimérica é influenciada por fatores distintos, principalmente na escolha do polímero e concentração do polímero, tipo de solvente utilizado, tempo de agitação e tempo de envelhecimento e também pela disponibilidade de compostos ionizáveis e, esses fatores podem influenciar na morfologia das fibras ultrafinas.

6.2.2 Viscosidade aparente

A viscosidade aparente das soluções de amido de batata-doce amarela e branca incorporadas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR estão apresentadas na Tabela 2. A incorporação do ECCR nas soluções poliméricas dos amidos BDA e BDB reduziram significativamente ($p < 0.05$) a viscosidade aparente das soluções poliméricas. No entanto, as soluções poliméricas de amido BDB incorporado com 3 e 9% de ECCR não apresentaram

diferença significativa ($p > 0,05$). As soluções poliméricas produzidas com os amidos BDA e BDB apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$) na viscosidade aparente quando incorporadas com as mesmas porcentagens de ECCR.

Comportamento semelhante de viscosidade aparente foi obtido por Fonseca et al. (2020b), que observaram uma diminuição de viscosidade nas soluções poliméricas de amido de batata solúvel (50%, p/p) em ácido fórmico (75%, v/v, em água Milli-Q) incorporada com 0%, 1%, 3% e 5% de óleo essencial de tomilho (v/p em base seca). Já um comportamento distinto foi obtido para soluções formadoras de fibras de amido de batata solúvel (50%, p/p) em ácido fórmico (75%, v/v, em água Milli-Q) incorporadas com 0%, 0,5%, 1,0% e 1,5% (p/p) de extrato da casca de pinhão (FONSECA et al., 2020a). No entanto, soluções poliméricas que tendem a diminuir a viscosidade aparente e aumentar a condutividade elétrica estão mais propícias a formar fibras menos espessas. As diferenças no comportamento da viscosidade aparente podem ser devido a concentração de sólidos na produção da solução formadora de fibras ou o tipo de polímero e solvente utilizado, bem como as condições de preparo.

De acordo com Neo et al. (2012), a influência da viscosidade das soluções poliméricas para produção de fibras ultrafinas pela técnica de *electrospinning* pode estar vinculada ao emaranhamento entre as moléculas que é forte suficientemente para estabilizar os jatos eletrificados propiciando essa produção, assim o grau de emaranhamento da cadeia precisa ser suficiente para manter o nível de viscosidade das soluções, mantendo jatos uniformes durante o processo de *electrospinning* e restringindo os efeitos da tensão superficial, que desempenha um papel significativo na produção dos *beads*.

6.3 Caracterização do extrato da casca de cebola roxa

O rendimento da casca seca para elaboração do ECCR (em base seca), foi de 12,3%. Lee et al. (2014) relataram que os rendimentos de extração de extratos de casca de cebola por extração utilizando água subcrítica tanto a 110 e 165 °C foram 17,7 e 20,0%, respectivamente, maiores do que aqueles por extração com etanol e água quente (4,5 e 8,3%, respectivamente).

Seis compostos fenólicos foram identificados no extrato da casca de cebola roxa (Tabela 3). Com base nos valores de massa experimental e perfis de fragmentação, o pico 1 foi identificado como o composto quercetina 3-O-acetil-ramnosídeo (Que 3OAR), com m/z 489 [M]⁻, o pico 2 como o composto miricetina (Mir) (m/z 317 [M]⁻), o pico 3 quercetina 3-O-glicosídeo (Que 3OG) (m/z 463 [M]⁻), o pico 4 como isoramnetina 3-glicuronídeo (Iso 3G) (m/z 491 [M]⁻), o pico 5 como quercetina (Que) (m/z 301 [M]⁻) e o pico 6 identificado como apigenina 7-arabinosídeo (Api 7A) (m/z 401 [M]⁻). Os fragmentos obtidos estão apresentados na Tabela 3 e corroboram com resultados encontrados em outros estudos de casca de cebola (CAMPONE et al., 2018; CELANO et al., 2021; NILE et al., 2021; REMPE et al., 2017). Dentre os compostos fenólicos encontrados no ECCR, a quercetina é o composto mais abundante. Lee et al. (2014), quantificaram 62,39 mg.g⁻¹ de quercetina em um extrato etanólico da casca de cebola.

Os compostos fenólicos e flavonóides da cebola são conhecidos como bioativos, que proporcionam vários efeitos benéficos à saúde (KUMAR et al., 2022), a cebola é abundante em quercetina e decorrente a isso apresenta efeitos antiobesidade, antidiabetes, anti-hipertensivos em modelos animais e estudos em humanos, além de apresentar efeitos na sensibilização de células cancerosas (EGERT et al., 2009; JUNG et al., 2013; LEE et al., 2016; MILES et al., 2014). Ainda, estudos anteriores demonstraram que o tratamento com extrato de casca de cebola rico em quercetina possui propriedades antiplaquetárias, antiadipogênicas e anti-inflamatórias *in vitro* (MOON et al., 2013; RO et al., 2015).

Tabela 3. Compostos fenólicos presentes no extrato liofilizado da casca de cebola roxa (*Allium Cepa* L., var. Crioula)

Pico	TR	<i>m/z</i> mensurado	<i>m/z</i> teórico	Erro (ppm)	mSigma	CE (eV)	Fragmento de íon (<i>m/z</i>)	Tentativa de identificação	Fórmula molecular [M - H] ⁻	Concentração (mg.g ⁻¹)
1	5,31	489,1038	489,1038	0,1	23,2	29,5	284,0323 (100)	Quercetina 3-O-acetil- ramnosídeo ^b	C ₂₃ H ₂₁ O ₁₂	3,58 ± 0,11
2	5,38	317,0300	317,0303	0,9	32,3	21,8	317,0227 (100); 151,0023 (69,5) 301,0350 (100);	Miricetina ^b	C ₁₅ H ₉ O ₈	24,61 ± 5,19
3	6,29	463,0878	463,0882	0,8	32,9	33,2	300,0272 (17); 151,0037 (15,6)	Quercetina 3-O-glicosídeo ^b	C ₂₁ H ₁₉ O ₁₂	28,89 ± 2,33
4	6,76	491,0832	491,0831	-0,2	39,2	34,6	301,0398 (100); 302,0390 (84,9) 151,0031 (100);	Isoramnetina 3- glicuronídeo ^b	C ₂₂ H ₁₉ O ₁₃	0,16 ± 0,01
5	7,17	301,0350	301,0354	1,3	25,1	25,1	178,9980 (27,2); 301,0352 (14,7); 121,0289 (14,6)	Quercetina ^{ab}	C ₁₅ H ₉ O ₇	64,57 ± 8,92
6	7,79	401,0879	401,0878	-0,2	3,1	*	*	Apigenina 7-arabinosídeo ^b	C ₂₀ H ₁₇ O ₉	0,25 ± 0,05

TR - tempo de retenção (min); mSigma (ajuste entre o padrão isotópico medido e teórico, quanto menor o valor mSigma, melhor o ajuste isotópico); CE - energia de colisão (eV); * - composto não fragmentou; ^a - confirmado pelo padrão externo; ^b - confirmado com base nos valores de massa experimental e perfis de fragmentação.

6.4 Morfologia e distribuição de tamanho

A morfologia das FBDA e FBDB com as diferentes concentrações de ECCR estão apresentados na Figura 4, bem como a distribuição de tamanho na Figura 5. As FBDA com 0, 3 e 6% de ECCR (Figura 4 A, B, C) e as FBDB com 3 e 6% de ECCR (Figura 4 E, F e G), apresentaram morfologia de fibras ultrafinas cilíndricas, homogêneas, aleatórias e sem a presença de *beads*. Já as FBDA com 9% de ECCR (Figura 4 D) e as FBDB com 0 e 9% de ECCR (Figura 4 E, H), apresentaram morfologia em forma de fita e fundidas, sendo essas características possivelmente atribuídas ao baixo alongamento da solução durante o processo de eletrofiação e/ou a saturação da incorporação do extrato. No entanto, também se mostraram aleatórias e sem a presença de *beads*.

Fonseca et al. (2020a) produziram fibras de amido de batata solúvel com extrato da casca de pinhão pela técnica de *electrospinning* e as fibras sem a incorporação de extrato apresentaram morfologia com características quebradiças, gotículas e *beads*. À medida que a concentração de extrato aumentou (0,5%, 1,0% e 1,5% p/p), a morfologia da fibra foi aprimorada promovendo fibras cilíndricas, homogêneas e com desaparecimento das gotículas.

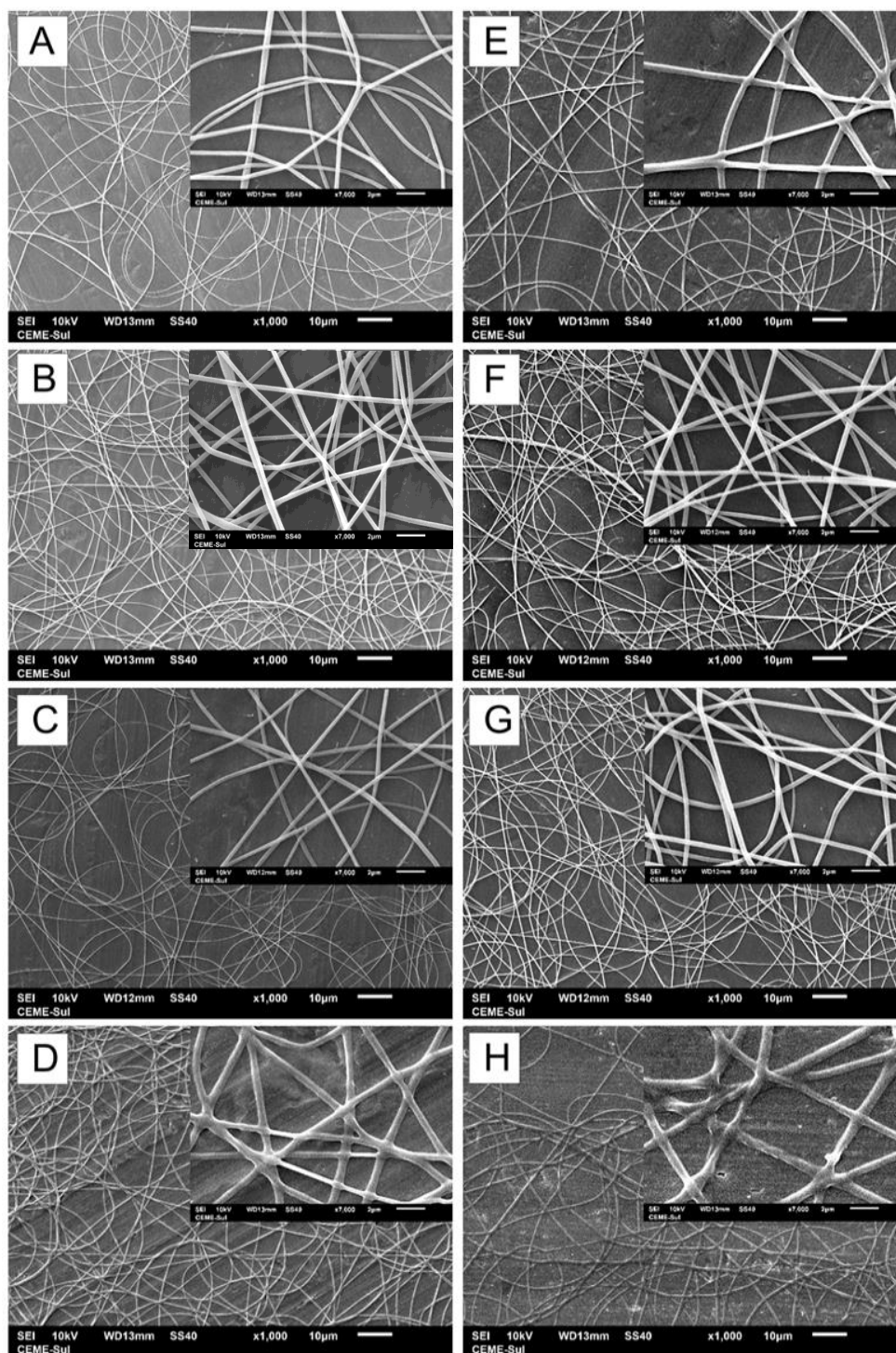


Figura 4. Morfologia das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela e branca com diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).

(A) Fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela (FBDA) encapsulada com 0% de ECCR; (B) FBDA encapsulada com 3% de ECCR; (C) FBDA encapsulada com 6% de ECCR; (D) FBDA encapsulada com 9% de ECCR; (E) Fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce branca (FBDB) encapsulada com 0% de ECCR; (F) FBDB encapsulada com 3% de ECCR; (G) FBDB encapsulada com 6% de ECCR; (H) FBDB encapsulada com 9% de ECCR.

Quando comparadas as fibras ultrafinas nas diferentes concentrações de ECCR em cada material de parede, as FBDA apresentaram diâmetro médio de 310, 330, 251 e 482 nm, para as fibras encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR (Figura 5 A, B, C e D), respectivamente. Aquelas encapsuladas com 0 e 3% de ECCR não apresentaram diferença significativa no diâmetro ($p > 0,05$). No entanto, houve uma redução significativa ($p < 0,05$) no diâmetro das fibras com 6% de ECRR e um aumento significativo ($p < 0,05$) para as fibras com 9% de ECCR, quando comparadas com as fibras com 0% de ECCR.

Quanto as FBDB, estas apresentaram diâmetro médio de 438, 324, 321 e 611 nm, para as fibras encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR (Figura 5 E, F, G e H), respectivamente. Foi observado que as fibras com 3 e 6 % de ECCR não apresentaram diferença significativa entre si ($p > 0,05$), no entanto houve um aumento significativo ($p < 0,05$) no diâmetro médio tanto das fibras com 0%, seguidas das fibras com 9% de ECCR. Quando comparados os diferentes amidos utilizados como material de parede nas mesmas concentrações de ECCR, somente as FBDA e FBDB encapsuladas com 3% de ECCR não apresentaram diferença significativa entre si ($p \geq 0,05$) no diâmetro médio (Figura 5).

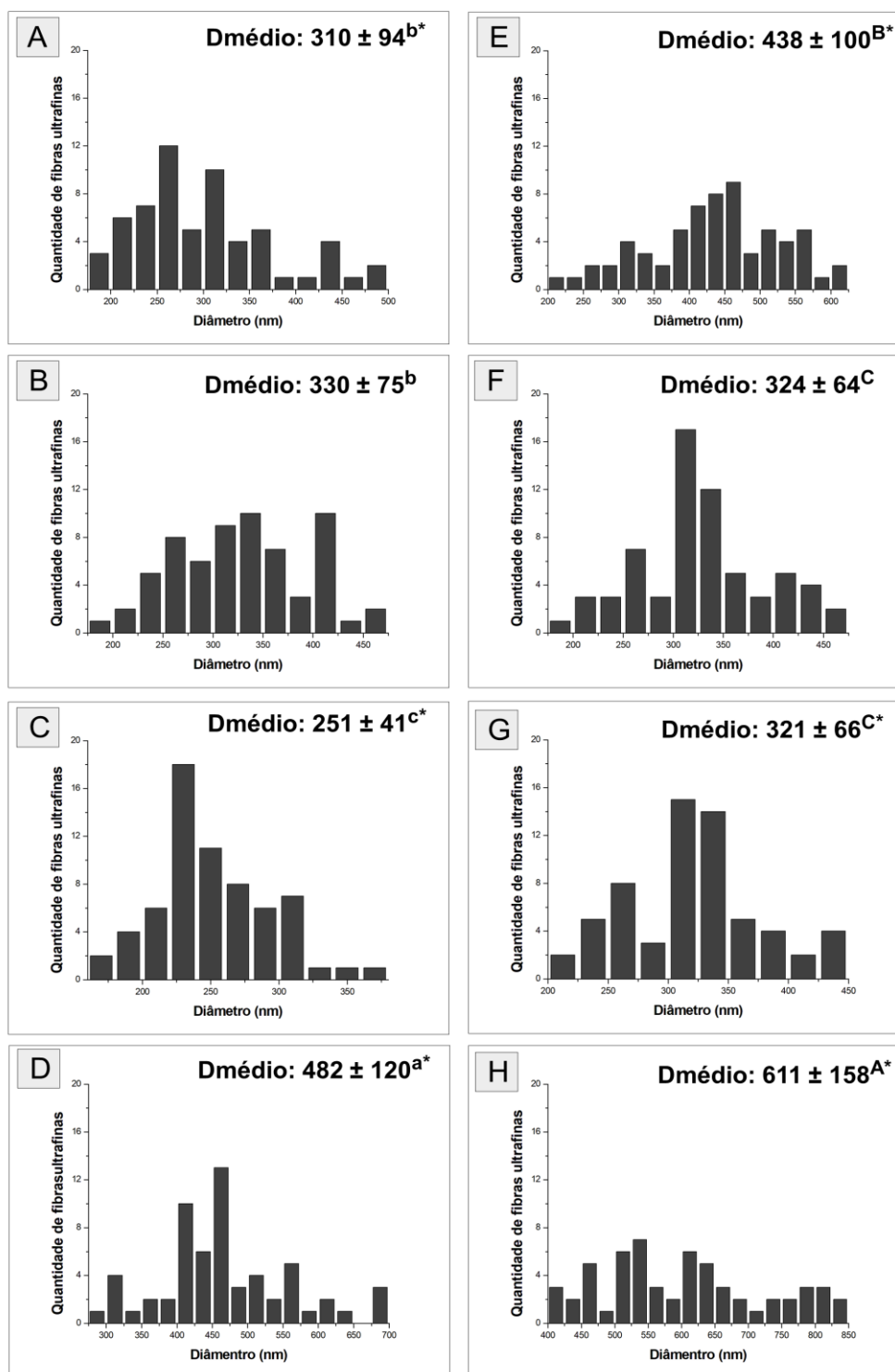


Figura 5. Distribuição de tamanho das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela e branca com diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).

(A) Fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela (FBDA) encapsulada com 0% de ECCR; (B) FBDA encapsulada com 3% de ECCR; (C) FBDA encapsulada com 6% de ECCR; (D) FBDA encapsulada com 9% de ECCR; (E) Fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce branca (FBDB) encapsulada com 0% de ECCR; (F) FBDB encapsulada com 3% de ECCR; (G) FBDB encapsulada com 6% de ECCR; (H) FBDB encapsulada com 9% de ECCR.

Os resultados são expressos como média ($n = 65$) $\pm$ desvio padrão.

^{a, b} Valores com letras diferentes são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela (FBDB) para o teste de Tukey ($p < 0.05$).

^{A, B, C} Valores com letras diferentes são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce branca (FBDB) para o teste de Tukey ($p < 0.05$).

* Valores com asterisco na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t-Student ($p < 0.05$) entre as fibras ultrafinas dos diferentes amidos com a mesma concentração de extrato encapsulado.

O diâmetro de fibras é influenciado por diferentes condições e parâmetros de eletrofiação (por exemplo, tensão aplicada, distância do coletor de ponta e fluxo), pelas condições ambientais (por exemplo, umidade e temperatura) e pelos parâmetros das soluções (por exemplo, viscosidade e condutividade elétrica) (FONSECA et al., 2020a). De acordo com Haider, Haider e Kang (2018), viscosidades mais baixas geram diâmetros médios menores.

Assim, a diminuição do diâmetro médio do atual estudo pode estar atribuída a viscosidade das soluções poliméricas, visto que, a viscosidade diminuiu conforme a incorporação do extrato nas soluções poliméricas (exceto para FBDB com 9% ECCR, Tabela 2) e houve uma redução do diâmetro médio das fibras à medida que houve a encapsulação do extrato (FBDA e FBDB com 3 e 6% de ECCR).

O aumento do diâmetro das FBDB encapsuladas com 9% de ECCR pode estar relacionado com o aumento da viscosidade aparente das soluções poliméricas. No entanto esse comportamento não foi observado na solução polimérica das FBDA encapsuladas 9% de ECCR. Somando a isso, o aumento do diâmetro médios das FBDA com 9% de ECCR e das FBDB com 0 e 9% de ECCR, pode estar atribuído a forma de fita encontrada nas micrografias (Figura 4). Assim, as fibras ultrafinas encapsuladas com 9% de ECCR que apresentaram morfologia em forma de fita, não são indicadas como as concentrações mais ideais para aplicação, pois maiores diâmetros, somado ao formato de fita podem influenciar na liberação dos compostos pois apresentam menor área superficial em relação ao volume.

De acordo com Kim, Lee e Kim (2005), uma maior condutividade elétrica promove uma maior mobilidade dos íons e, conseqüentemente, com a aplicação de um campo elétrico eles tendem a ser direcionados mais facilmente, pois a tensão total nas fibras é dependente da autorepulsão do excesso de cargas no jato. Portanto, à medida que a condutividade elétrica aumenta, o diâmetro das fibras e o número de *beads* diminuem.

De certa forma, esse efeito foi parcialmente observado no atual estudo, pois à medida que houve um aumento da condutividade elétrica, foi observado uma redução do diâmetro nas fibras ultrafinas encapsuladas com 3 e 6% de ECCR.

Comportamento semelhante ao presente estudo foi observado por Avila et al. (2020), em que houve uma pequena redução do diâmetro médio (583, 581 e 572 nm) para as fibras ultrafinas encapsuladas com 0%, 1,7% e 3,3% de extrato da casca de jabuticaba rico em compostos bioativos, respectivamente.

6.5 Eficiência de encapsulação

A eficiência de encapsulação das fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela (FBDA) e branca (FBDB) com as diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECR) estão apresentados na Tabela 4. As fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela (FBDA) encapsuladas com 3, 6 e 9% de ECCR mostraram eficiência de encapsulação de 75,40, 72,08 e 72,05%, respectivamente. Já as fibras ultrafinas de amido de batata-doce branca (FBDB) encapsuladas com 3, 6 e 9% de ECCR apresentaram eficiência de encapsulação de 78,80, 70,93 e 67,03%, respectivamente.

Tabela 4. Eficiência de encapsulação (%) das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela (FBDA) e branca (FBDB) com 3, 6 e 9 % de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).

Amostra	Concentração (% ECCR)	Eficiência de encapsulação
FBDA	3	75,40 ± 1,09 ^a
	6	72,05 ± 1,32 ^a
	9	72,08 ± 1,76 ^a
FBDB	3	78,80 ± 3,74 ^A
	6	70,93 ± 1,24 ^{AB}
	9	67,03 ± 4,85 ^B

Os resultados são expressos como média (n = 3) ± desvio padrão.

^{a, b} Valores com letras diferentes são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela (FBDA) para o teste de Tukey (p < 0.05).

^{A, B} Valores com letras diferentes são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce branca (FBDB) para o teste de Tukey (p < 0,05).

* Valores com asterisco na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t-Student ($p < 0,05$) entre as fibras ultrafinas dos diferentes amidos com a mesma concentração de extrato encapsulado.

Ao comparar a eficiência de encapsulação das fibras ultrafinas em diferentes concentrações de ECCR utilizando o mesmo material de parede, foi possível perceber que as FBDA encapsuladas com 3, 6 e 9% de ECCR não apresentaram diferença significativa de eficiência de encapsulação ($p > 0,05$). Já para as FBDB quando encapsuladas com 3% de ECCR apresentaram eficiência de encapsulação significativamente superior do que as FBDB encapsuladas e 9% de ECRR ($p < 0,05$). As fibras ultrafinas encapsuladas com 6% de ECCR apresentaram semelhança significativa na eficiência de encapsulação, quando comparadas tanto com as fibras ultrafinas encapsuladas com 3% de ECCR bem como com as encapsuladas com 9% de ECCR.

Uma possível explicação para essa diminuição de eficiência de encapsulação nas FBDB é que pode ter havido uma menor interação do extrato e do material de parede, ocorrendo uma perda dos compostos no processo de *electrospinning*. Para ser considerado com uma boa eficiência de encapsulação, valores mínimos de 70% são sugeridos, para que o processo se torne viável para uma aplicação industrial. Uma vez que, a eficiência de encapsulação nas fibras ultrafinas, expressa a capacidade que essas matrizes possuem de reter o extrato após os processos de *electrospinning* (FONSECA et al., 2020a).

Não houve diferença significativa na eficiência de encapsulação entre as FBDA e FBDB ($p \geq 0,05$), quando comparadas com a mesma concentração de extrato.

Kanatt, Tari e Chawla (2018) realizaram a encapsulação em esferas de alginato de sódio de extrato da casca de cebola (var. Pusa Red) e relataram eficiência de encapsulação de 75,0, 66,6 e 54,8% de extrato para as esferas contendo 2, 4 e 6% de extrato, respectivamente, ou seja, à medida que aumentou a adição de extrato, diminuiu a eficiência de encapsulação. Em um outro estudo realizado por Akdeniz, Sumnu e Sahin (2018) foi investigado o efeito de diferentes materiais de parede para encapsulação em microcápsulas (maltodextrina combinada com goma arábica, caseína ou concentrado de proteína de soro de leite) dos compostos fenólicos extraídos da casca de cebola. Os

autores relataram que a combinação de maltodextrina e caseína apresentaram maiores eficiências de encapsulação (84,39 e 89,15%).

Os valores de eficiência de encapsulação relatados no presente estudo mostraram que os amidos extraídos são promissores como uma matriz biodegradável para encapsulação de compostos fenólicos. Essa encapsulação dos compostos bioativos proporciona proteção contra fatores ambientais externos, como umidade, luz e oxigênio para que não ocorra perda da sua bioatividade (CRUZ et al., 2021), mostrando características desejáveis para serem aplicadas, seja em uma embalagem ativa ou em uma matriz alimentícia. Tendo isso em vista, a técnica de *electrospinning* se mostrou um método eficaz de encapsulação e prevenção da degradação de compostos bioativos.

6.6 Análise termogravimétrica (TGA)

Os resultados da análise termogravimétrica das amostras estão apresentados na Figura 6. O ECCR não encapsulado apresentou apenas uma taxa de degradação iniciando a uma temperatura de 156 °C, decompondo 52% da massa ao longo do aquecimento (Apêndice C, Tabela 7), em que possivelmente esta etapa corresponde aos compostos majoritários presentes no ECCR, tais como os açúcares e fenólicos.

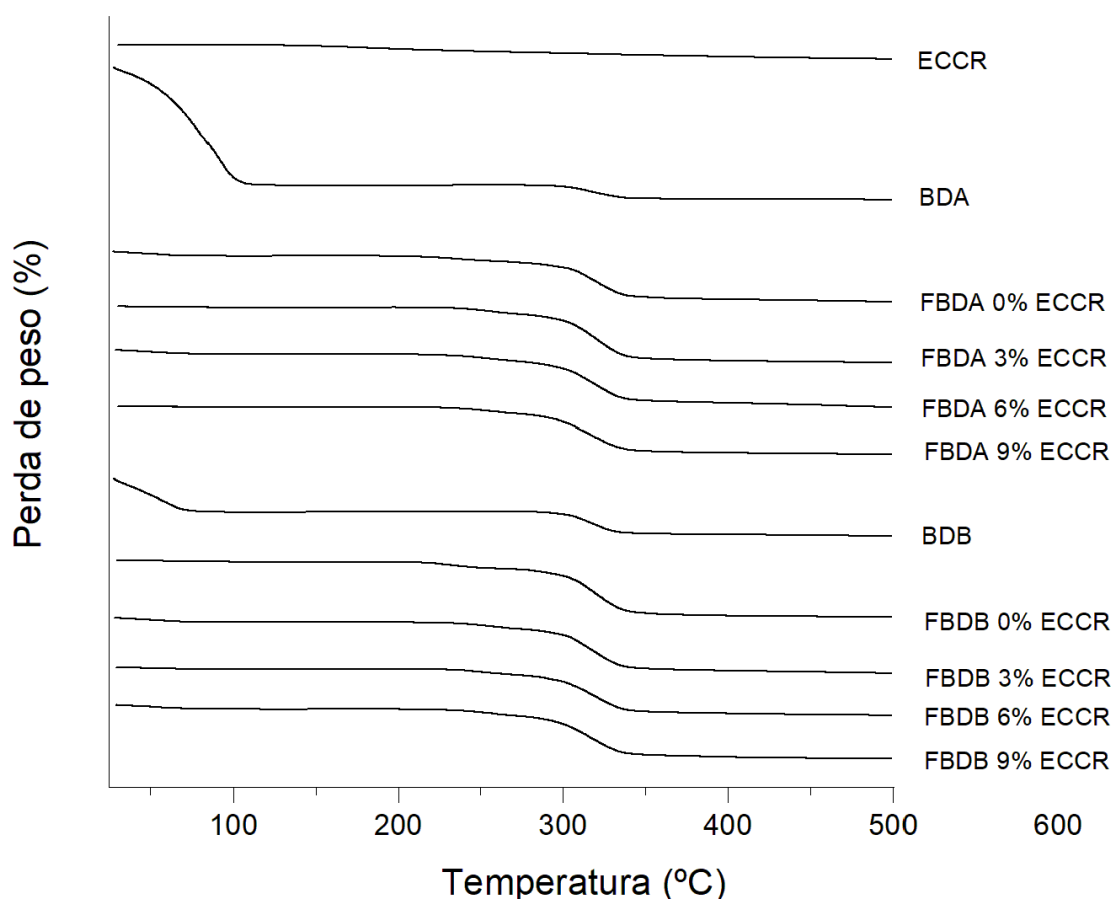


Figura 6. Análise termogravimétrica (TGA) do amido de batata-doce amarela e branca, do extrato da casca de cebola (ECCR) não encapsulado e das fibras ultrafinas encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR. Fibras de amido de batata-doce amarela (FBDA) encapsuladas com 0, 3, 6 e 9 % de ECCR; Fibras de amido de batata-doce branca (FBDB) encapsuladas com 0, 3, 6 e 9 % de ECCR; Amido de batata doce amarela (BDA); Amido de batata-doce branca (BDB).

Os amidos BDA e BDB apresentaram dois efeitos, o primeiro (77 e 51 °C, respectivamente), com maior perda de massa, referente à evaporação da água e o segundo (317 e 315 °C, respectivamente), referente a decomposição térmica do amido.

As FBDA 0% e FBDB 0%, não apresentaram diferença nas suas curvas termogravimétricas, estas apresentaram uma decomposição térmica que ocorreu em quatro etapas, sendo a primeira etapa iniciando em 38 °C e 45 °C, respectivamente, correspondente a perda de água absorvida do ambiente pelas fibras. As segundas (228 °C para FBDA 0% e 231 °C para FBDB 0%), e terceiras etapas (282 °C para FBDA 0% e 284 °C para FBDB 0%), de degradação referem-se à quebra das ligações de

hidrogênio, da água do ambiente, formadas pelas hidroxilas das unidades de glicose ao longo da cadeia do amido e, ainda possivelmente à ação do ácido fórmico sobre os amidos quando as soluções foram formadas. Por fim, a quarta e última etapa (320 °C para ambos), onde ocorre a maior perda de massa (54% para FBDA 0% e 53% para FBDB 0%), para ambos FBDA e FBDB, respectivamente, referem-se à decomposição e despolimerização das cadeias do amido.

As FBDA e FBDB incorporadas com extratos 3%, 6% e 9% apresentaram curvas termogravimétricas semelhantes, apresentando uma decomposição térmica em quatro etapas, sendo as duas primeiras etapas (variando de 51 a 233 °C) referentes à liberação da água absorvida pelas fibras ultrafinas de amido, a absorção de água ou umidade do ambiente pelo amido é muito alta em razão das ligações de hidrogênio formadas pelas hidroxilas das unidades de glicose ao longo da cadeia. A terceira curva (variando de 284 a 287 °C) refere-se à liberação do ECCR nas fibras ultrafinas, mostrando que, para todos os casos, houve um aumento da estabilidade térmica do extrato, visto que todos apresentaram temperatura de pico superior à temperatura de pico do extrato em 234 °C. O quarto e último efeito termogravimétrico corresponde ao evento com maior perda de massa, para todas as fibras ultrafinas, sendo atribuída a despolimerização e degradação das fibras em processos não-oxidativos. Assim, fica evidente que a encapsulação do ECCR nas fibras ultrafinas promoveu maior preservação dos compostos bioativos quando comparado ao ECCR não encapsulado, suportando temperaturas mais elevadas até sua degradação. Deste modo, as fibras ultrafinas com ECCR encapsulado podem ser incorporadas em alimentos que são submetidos a diferentes tratamentos térmicos, como por exemplo ao processo de temperatura ultra-alta (UHT), a 135-150 °C por 3-10 s, ou alguma outra combinação equivalente de temperatura/tempo.

Por fim, a avaliação de resíduo demonstra que houve a incorporação dos extratos, para todas as concentrações avaliadas, visto que, o ECCR apresentou 48% de resíduo, os amidos BDA 0% e BDB 0% apresentaram 10% e 23% de resíduo. Já as FBDA encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR apresentaram valores de resíduo 23, 21, 19 e 22% respectivamente, e as FBDB apresentaram valores de resíduo 27, 27, 17 e 27 % respectivamente. Isto sugere que houve estabilidade térmica das fibras ultrafinas encapsuladas com o ECCR. Os compostos fenólicos são conhecidos por serem

termicamente instáveis e propensos à degradação em altas temperaturas, assim seu encapsulamento é desejado para aumentar potencialmente sua estabilidade térmica (FONSECA et al., 2020a).

6.7 Simulação da liberação *in vitro* dos compostos fenólicos em meios hidrofílicos e hidrofóbicos

A liberação simulada dos compostos fenólicos em meios hidrofílico (10% de etanol) e hidrofóbico (50% etanol) do ECCR encapsulado nas FBDA e FBDB estão apresentados na Tabela 5.

De forma clara, foi possível perceber que os compostos fenólicos identificados apresentaram uma maior liberação em condições hidrofóbicas. Os compostos miricetina (Mir) e apigenina 7-arabinosídeo (Api 7A) foram liberados em baixas concentrações em condições hidrofílicas. Nessas condições o composto miricetina apresentou liberação máxima de 9% para as FBDA com 6% de ECCR e o composto apigenina 7-arabinosídeo apresentou maior liberação (56%) nas FBDA com 3% de ECCR e não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$) de liberação quando comparadas às FBDA e as FBDB, com as mesmas concentrações de extrato (3, 6 e 9% de ECCR). As FBDB 9% de ECCR apresentaram características de uma liberação mais rápida, visto que somente essas fibras ultrafinas apresentaram liberação dos compostos quercetina 3-O-acetilramnosídeo (Que 3OAR) e quercetina 3-O-glicosídeo (Que 3OG), mesmo que em baixas concentrações em condições hidrofílicas.

Nas condições hidrofóbicas todos os compostos foram liberados. De modo geral, foram poucas as fibras ultrafinas que apresentaram diferença significativa na liberação dos compostos fenólicos quando comparadas FBDA e as FBDB, com as mesmas concentrações de extrato. O composto quercetina (Quer) apresentou liberação de 100% nessas condições, para a FBDB com 3% de ECCR.

Possivelmente o processo de *electrospinning* na produção das fibras ultrafinas dos amidos fez com que os compostos presentes no extrato, especificamente as antocianinas, não fossem solubilizadas em condições hidrofílicas. Já em condições hidrofóbicas houve liberação mais rápida. Uma possível explicação é em razão da

estrutura polifenólica das antocianinas possuir uma característica hidrofóbica, sendo capaz de a tornar solúvel em etanol. Somando a isso, as antocianinas agliconas possuem maior solubilidade em solvente orgânicos, como os álcoois, do que seus glicosídeos (PÉREZ-GREGORIO et al., 2010; KHOO et al., 2017).

A liberação *in vitro* deve ser baixa (como encontrado para as FBDA e FBDB nas condições hidrofílicas) se o objetivo do encapsulamento for a proteção de compostos fenólicos para evitar sua degradação, a fim de proporcionar uma liberação controlada e específica para manter sua biodisponibilidade, como por exemplo para a aplicação em embalagem ativa para alimentos. A baixa liberação também é necessária se os compostos fenólicos forem aplicados como antioxidantes nos constituintes dos alimentos, como para produtos alimentícios defumados que requerem longa vida útil e longos períodos de armazenamento.

Já, a rápida liberação (como encontrado para as FBDA e FBDB nas condições hidrofóbicas) também pode ser desejável para as atividades antioxidante e antibacteriana, podendo ser aplicado em alimentos de baixa vida útil, por exemplos vegetais minimamente processados. Assim, a escolha da aplicação das fibras ultrafinas com o ECCR, em alimentos hidrofílicos ou hidrofóbicos, vai depender das condições de uso final da preservação de alimentos.

Polímeros naturais, como o amido, são utilizados como matrizes encapsulantes de compostos bioativos devido às suas propriedades promissoras de liberação controlada e sustentada. Além disso, essas matrizes são usadas para melhorar a biodisponibilidade, estabilidade e preservação dos compostos bioativos (FONSECA et al., 2020b). Neo et al. (2013) utilizaram zeína como material de parede para encapsular ácido gálico pela técnica de *electrospinning* e relataram um aumento no tempo de liberação com o aumento da concentração de compostos fenólicos carregados nas fibras. Eles também relataram uma rápida liberação e atribuíram esse comportamento à alta porosidade da grande área superficial das fibras eletrofiadas, o que aumentou a taxa de transferência de massa dos compostos fenólicos e a difusão através das fibras; no entanto, outros fatores podem incluir a baixa concentração do composto nas fibras ou sua afinidade com o solvente utilizado como meio simulante.

Tabela 5. Simulação da liberação *in vitro* dos compostos fenólicos das fibras ultrafinas de amido encapsulado com extrato da casca de cebola roxa (ECCR) em meios hidrofílicos e hidrofóbicos.

Amostras ¹	Compostos fenólicos					
	Que 3OAR	Mir	Que 3OG	Iso 3G	Que	Api 7A
Liberação em meio hidrofílico (%)						
FBDA 3% ECCR	nd ²	6,1 ± 0,9 ^a	nd	nd	nd	56,7 ± 1,5 ^{a*}
FBDA 6% ECCR	nd	9,0 ± 1,4 ^a	nd	nd	nd	26,7 ± 0,6 ^b
FBDA 9% ECCR	nd	6,0 ± 1,8 ^a	nd	nd	nd	28,4 ± 0,3 ^b
FBDB 3% ECCR	nd	6,5 ± 1,0 ^a	nd	nd	nd	28,8 ± 1,4 ^{AB*}
FBDB 6% ECCR	nd	7,7 ± 1,0 ^a	nd	nd	nd	22,7 ± 0,4 ^B
FBDB 9% ECCR	9,5 ± 0,9	8,2 ± 1,0 ^A	0,8 ± 0,1	nd	nd	32,9 ± 2,7 ^A
Liberação em meio hidrofóbico (%)						
FBDA 3% ECCR	44,6 ± 9,5 ^a	76,0 ± 9,8 ^a	81,9 ± 9,9 ^a	66,5 ± 6,2 ^b	77,1 ± 4,8 ^{b*}	95,7 ± 3,9 ^{a*}
FBDA 6% ECCR	55,3 ± 7,0 ^a	91,5 ± 5,1 ^a	68,9 ± 6,1 ^a	94,1 ± 4,2 ^{a*}	81,6 ± 4,9 ^{b*}	94,2 ± 4,5 ^{a*}
FBDA 9% ECCR	61,6 ± 3,6 ^{a*}	78,4 ± 3,0 ^a	78,0 ± 0,9 ^{a*}	86,3 ± 8,0 ^a	93,1 ± 2,8 ^a	93,0 ± 6,1 ^{a*}
FBDB 3% ECCR	60,4 ± 7,1 ^A	86,8 ± 7,3 ^B	84,3 ± 5,4 ^A	80,0 ± 8,4 ^B	100,0 ± 0,00 ^{A*}	65,4 ± 8,5 ^{A*}
FBDB 6% ECCR	50,4 ± 3,8 ^A	95,8 ± 1,7 ^A	74,5 ± 2,0 ^{AB}	76,9 ± 6,1 ^{B*}	90,7 ± 1,7 ^{B*}	58,5 ± 2,9 ^{A*}
FBDB 9% ECCR	52,8 ± 1,9 ^{A*}	80,5 ± 2,7 ^{AB}	69,3 ± 4,0 ^{B*}	97,0 ± 2,5 ^A	95,8 ± 3,7 ^{AB}	72,3 ± 4,8 ^{A*}

Que 3OAR - quercetina 3-O-acetil-ramnosídeo; Mir – miricetina; Que 3OG - quercetina 3-O-glicosídeo; Iso 3G - isoramnetina 3-glicuronídeo; Que - quercetina, Api 7A - apigenina 7-arabinosídeo; ¹ FBDA: Fibras ultrafinas de amido de amarela doce amarela encapsulado com 0; 3; 6 e 9% de extrato da casca de cebola roxa (ECCR), FBDB: Fibras ultrafinas de amido de batata doce branca encapsulado com 0; 3; 6 e 9% de ECCR; ² não detectado

Os resultados são expressos como média (n = 3) ± desvio padrão.

^{a, b} Valores com letras diferentes na mesma coluna são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela (FBDA) para o teste de Tukey (p < 0.05).

^{A, B} Valores com letras diferentes na mesma coluna são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce branca (FBDB) para o teste de Tukey (p < 0,05).

* Valores com asterisco na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t-Student (p < 0,05) entre as fibras ultrafinas dos diferentes amidos com a mesma concentração de extrato encapsulado.

6.8 Ângulo de contato

Os ângulos de contato das FBDA e FBDB com as diferentes concentrações de ECCR estão apresentados na Figura 7. As FBDA apresentaram ângulo de contato de 51,95°; 49,92°; 47,71° e 32,08°, para as fibras encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR (Figura 7 A, B, C e D, respectivamente). Já as FBDB apresentaram ângulo de contato de 38,08°; 45,42°; 38,11° e 34,88°, para as fibras encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% (p/p) de ECCR (Figura 7 E, F, G e H, respectivamente).

As gotas d'água depositas sobre as FBDA contendo diferentes concentrações de ECCR apresentaram redução do seu ângulo de contato à medida que foi aumentando a concentração de extrato nas fibras ultrafinas. Comportamento similar foi observado para as FBDB, exceto para aquelas encapsuladas com 3% de ECCR que apresentaram um ângulo de contato maior do que aquelas sem adição de extrato (0% de ECCR). A diminuição no ângulo de contato pode estar associada a hidrofiliidade dos compostos presentes no extrato, possivelmente as antocianinas e seus glicosídeos, implicando em fibras com uma menor hidrofobicidade. Ângulos de contato superiores foram observados por Fontes et al. (2021) que produziram fibras ultrafinas utilizando poli(ácido láctico) (PLA) com diferentes concentrações de lignina da casca de arroz (0,5, 1,5 e 2,5%) pela técnica de *electrospinning* e relataram que todos tratamentos tinham uma superfície hidrofóbica, com ângulos de contato entre 100,3° a 101,8°.

As fibras ultrafinas do presente estudo, apresentaram ângulos de contato menores que 90° para todos os tratamentos, indicando superfícies hidrofílicas conforme a classificação relatada por Ahmad et al. (2015). De certo modo, isso consiste em um ponto positivo, pois o amido é um polímero hidrofílico e muitas vezes não é capaz de mensurar o ângulo de contato. De acordo com Moro et al. (2017), quando a água cai na superfície do biopolímero, ela se espalha rapidamente por causa dos muitos grupos OH disponíveis, no amido e ainda dos compostos fenólicos presentes. Esse comportamento é esperado em decorrência do polímero utilizado no estudo. No entanto, foi possível observar que as FBDA foram menos hidrofílicas do que as FBDB. A maior molhabilidade das fibras ultrafinas de amido encapsuladas com ECCR podem ser úteis para diferentes aplicações, como em embalagens ativas permitindo que os compostos presentes interajam com o

alimento de forma controlada e específica, proporcionando uma maior preservação devido às propriedades antioxidante e antibacteriana do extrato.

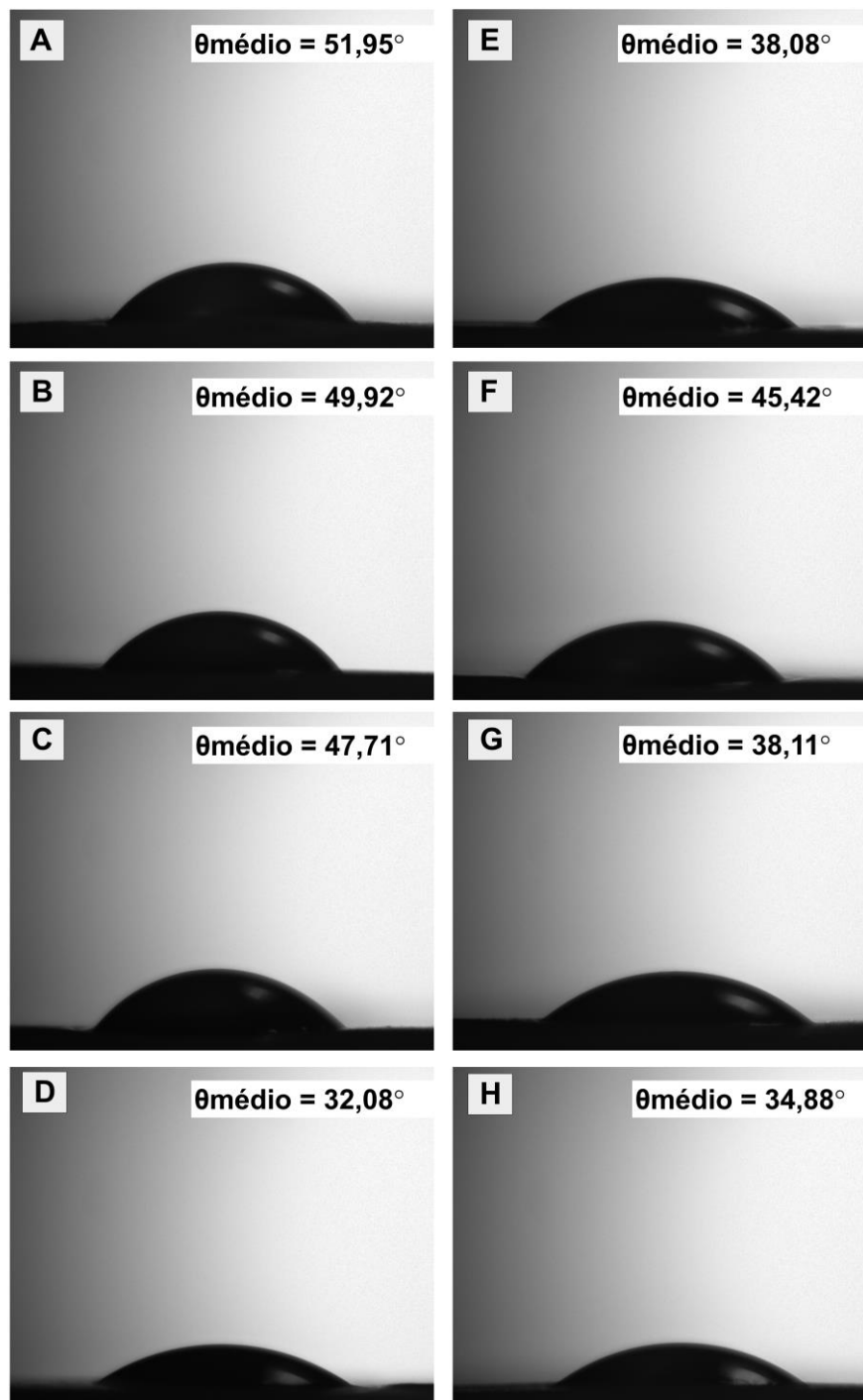


Figura 7. Ângulo de contato das fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela e branca com diferentes concentrações de extrato da casca de cebola roxa (ECCR).

(A) Fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce amarela (FBDA) encapsulada com 0% de ECCR; (B) FBDA encapsulada com 3% de ECCR; (C) FBDA encapsulada com 6% de ECCR; (D) FBDA encapsulada com 9% de ECCR; (E) Fibras ultrafinas de amido nativo de batata-doce branca (FBDB) encapsulada com 0% de ECCR; (F) FBDB encapsulada com 3% de ECCR; (G) FBDB encapsulada com 6% de ECCR; (H) FBDB encapsulada com 9% de ECCR.

6.9 Atividade antioxidante

A atividade antioxidante do ECCR não encapsulado e encapsulado nas FBDA e FBDB estão apresentados na Tabela 6. O ECCR não encapsulado apresentou alta atividade antioxidante com 97,97 e 84,94% de capacidade de eliminação dos radicais ABTS e DPPH, respectivamente.

As FBDA apresentaram capacidade de inibição de 2,70; 44,35; 85,07 e 96,85% de inibição frente ao radical ABTS e 1,00; 24,19; 65,95 e 66,06% de inibição frente ao radical DPPH, para as fibras encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR, respectivamente. Já as FBDB apresentaram capacidade de inibição de 1,20; 34,81; 44,63 e 92,08% de inibição frente ao radical ABTS e 0,50; 27,39; 40,09 e 44,55% de inibição frente ao radical DPPH, para as fibras ultrafinas encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR, respectivamente.

Para o radical ABTS foi possível observar que as FBDA encapsuladas com 9% de ECCR foram significativamente semelhantes ($p > 0,05$) ao ECCR não encapsulado. Já as fibras ultrafinas com 0, 3 e 6% de ECCR apresentaram um aumento significativo de atividade ($p < 0,05$), à medida que aumenta a concentração do extrato encapsulado. Comportamento semelhante foi obtido para as FBDB com 0, 3, 6 e 9% de ECCR encapsulado e para o ECCR não encapsulado, em que teve um aumento significativo ($p < 0,05$) à medida que houve aumento de concentração de ECCR.

Quanto a capacidade de inibição do radical DPPH o extrato não encapsulado se mostrou significativamente superior ($p < 0,05$) às fibras ultrafinas de ambos amidos. Além disso, foi possível perceber que as FBDA com 6% e 9% de ECRR encapsulado não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$). Assim como, as fibras ultrafinas produzidas com os diferentes amidos (FBDA e FBDB) e encapsuladas com 0% e 3% de ECRR não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$).

As FBDA e FBDB quando não adicionadas de ECCR (0%) não mostraram diferença significativa ($p > 0,05$) para nenhum dos radicais. Assim, é possível perceber que, à medida que for adicionando extrato, as fibras ultrafinas aumentam a capacidade de inibição e, conseqüentemente, apresentando diferença significativa ($p < 0,05$).

Comportamento distinto foi obtido por Fonseca et al. (2020a) e Cruz et al. (2020a) que produziram fibras de amido de batata solúvel incorporado com 0,5, 1,0 e 1,5% (p/p) extrato da casca de pinhão pela técnica de *electrospinning*, ambos relataram que as fibras não apresentaram diferença significativa entre si, na capacidade de inibição dos diferentes radicais (ABTS e DPPH), somente o extrato puro apresentou atividade significativamente maior. No estudo de Fonseca et al. (2020b) nanofibras de amido de batata-doce solúvel foram produzidas pela técnica de *electrospinning* e incorporadas com 1, 3 e 5% de óleo essencial de tomilho e apresentaram capacidade de inibição frente ao radical DPPH de 12, 11 e 14%, respectivamente, significativamente inferior ao óleo essencial de tomilho livre que apresentou 83% de inibição.

Não foram encontrados outros estudos que tenham utilizado o amido nativo como material de parede para encapsulação de extratos liofilizados. Embora, comumente a atividade antioxidante das fibras encapsuladas seja menor que o composto não encapsulado, a encapsulação se torna necessária devido a fácil degradação dos compostos quando expostos a condições externas, como a temperatura, luz, umidade, oxigênio, entre outros (CRUZ et al., 2021). Esse comportamento é evidenciado por Vafania, Fathi e Soleimani-Zad (2019) que realizaram a nanoencapsulação do óleo essencial de tomilho em nanofibras de quitosana-gelatina pela técnica de *electrospinning* e avaliaram a atividade antioxidante. A pesquisa demonstrou que a atividade antioxidante de óleo essencial de tomilho em sua forma livre foi maior do que o essencial óleo encapsulado (40%) nas nanofibras no primeiro dia de avaliação, no entanto, após 6, 12 e 18 dias de avaliação, foi observando maior atividade antioxidante para as nanofibras do que o óleo essencial livre. Assim, comprova que ocorreu a degradação do óleo essencial na forma livre, e devido ao seu encapsulamento foi proporcionado a manutenção da atividade antioxidante ao longo de um período mais longo.

Diferentemente do comportamento comum relatado na maioria dos trabalhos encontrados na literatura, as FBDA com 9% de ECRR e o ECCR não encapsulado não apresentaram diferença significativa ($p > 0,05$) da atividade antioxidante para o radical ABTS, e nas demais concentrações de fibras o percentual de atividade é muito próximo, para ambos amidos e os diferentes radicais, evidenciando que as fibras ultrafinas, quando encapsuladas com extrato, são capazes de proporcionar o mesmo percentual ou semelhante na capacidade de eliminação dos radicais livres. Os antioxidantes são comumente utilizados nas indústrias de alimentos, farmacêutica, cosméticos e medicamentos, em razão, de promover benefícios para a melhoria da qualidade de vida, visto que, possuem a capacidade de proteger um organismo dos danos causados pelos radicais livres, prevenindo ou adiando o início de várias doenças. Além disso, essas substâncias antioxidantes são capazes de atrasar ou inibir a oxidação nos alimentos, aumentando sua vida útil (KUMAR et al., 2022). Com isso há um aumento na procura por antioxidantes de origens naturais que não sejam prejudiciais à saúde humana. Portanto, a partir dos resultados da atividade antioxidante, o ECCR e as fibras ultrafinas encapsuladas com ECRR podem ser utilizadas nas indústrias para esse fim.

Tabela 6. Atividade antioxidante e antibacteriana de extrato da casca de cebola roxa não encapsulado e encapsulado em fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela e branca

Amostras ¹	Atividade antioxidante		Atividade antibacteriana					
	ABTS (%)	DPPH (%)	<i>E. coli</i> (ATCC 25922)			<i>S. aureus</i> (ATCC 14458)		
			Difusão (mm)	CIM ² (mg.mL ⁻¹)	CBM ³ (mg.mL ⁻¹)	Difusão (mm)	CIM (mg.mL ⁻¹)	CBM (mg.mL ⁻¹)
ECCR	97,97 ± 0,31 ^{aA}	84,94 ± 1,08 ^{aA}	7,0 ± 0,1	4,4	4,4	10,0 ± 0,2	2,2	2,2
FBDA 0% ECCR	2,70 ± 0,70 ^d	1,00 ± 0,20 ^d	nd ⁴	nd	-	nd	nd	-
FBDA 3% ECCR	44,35 ± 5,98 ^{c*}	24,19 ± 4,03 ^c	nd	1,06	nd	nd	nd	-
FBDA 6% ECCR	85,07 ± 0,37 ^{b*}	65,95 ± 0,05 ^{b*}	nd	2,11	nd	nd	1,32	nd
FBDA 9% ECCR	96,85 ± 0,57 ^{a*}	66,06 ± 0,91 ^{b*}	nd	3,17	nd	nd	1,98	nd
FBDB 0% ECCR	1,20 ± 0,30 ^E	0,50 ± 0,00 ^E	nd	nd	-	nd	nd	-
FBDB 3% ECCR	34,81 ± 3,11 ^{D*}	27,39 ± 4,29 ^D	nd	1,06	nd	nd	1,06	nd
FBDB 6% ECCR	44,63 ± 1,18 ^{C*}	40,09 ± 0,59 ^{C*}	nd	1,32	nd	nd	1,32	nd
FBDB 9% ECCR	92,08 ± 3,50 ^{B*}	44,55 ± 0,72 ^{B*}	nd	1,98	nd	nd	1,98	nd

Os resultados são expressos como média (n = 3) ± desvio padrão. ¹ECCR: Extrato da casca de cebola roxa não encapsulado, FBDA: Fibras ultrafinas de amido de amarela doce amarela encapsulado com 0; 3; 6 e 9% de ECCR, FBDB: Fibras ultrafinas de amido de batata doce branca encapsulado com 0; 3; 6 e 9% de ECCR; ²CIM: Concentração Inibitória Mínima; ³CBM – Concentração Bactericida Mínima; ⁴nd: Não detectado

^{a, b} Valores com letras diferentes são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela para o teste de Tukey (p < 0,05) frente aos radicais ABTS e DPPH.

^{A, B} Valores com letras diferentes são significativamente diferentes para as fibras ultrafinas de amido de batata-doce branca para o teste de Tukey (p < 0,05) frente aos radicais ABTS e DPPH.

* Valores com asterisco na mesma linha são significativamente diferentes pelo teste t-Student (p < 0,05) entre as fibras ultrafinas dos diferentes amidos com a mesma concentração de extrato encapsulado.

6.10 Atividade antibacteriana

A atividade antibacteriana do ECCR não encapsulado e encapsulado nas FBDA e FBDB avaliada contra bactérias Gram-negativas (*E. coli*) e Gram-positivas (*S. aureus*) estão apresentados na Tabela 6. No teste de difusão em ágar, somente o ECCR não encapsulado, ou seja, na forma livre, apresentou atividade frente a *E. coli* (ATCC 25922) e *S. aureus* (ATCC 14458), sendo obtido halos de inibição de $7 \pm 0,1$ mm e $10 \pm 0,2$ mm, respectivamente. As fibras ultrafinas não apresentaram halos de inibição frente as bactérias testadas. A presença e o tamanho dos halos de inibição obtidos pela técnica de difusão em ágar, indicam a suscetibilidade do extrato frente aos patógenos (CRUZ et al., 2021), sendo que extratos fenólicos que apresentam halos de inibição igual ou maiores que 10 mm são considerados de efeito inibitório satisfatório frente as bactérias avaliadas. Assim, o ECCR não encapsulado apresentou efeito inibitório satisfatório frente a *S. aureus*.

Abboud et al., (2013) desenvolveram nanopartículas de prata sintetizadas com extrato de cebola e relataram um comportamento inverso do atual estudo. O extrato de cebola não apresentou nenhuma zona de inibição, mas as nanopartículas de prata sintetizadas a partir do extrato exibiram halos de inibição de 20 e 16 mm, frente a *E. coli* e *S. aureus*, respectivamente. Em outro estudo, nanopartículas de prata sintetizadas a partir da casca de cebola apresentaram zona de inibição de 8 e 9 mm, contra a *S. aureus* e *Salmonella Typhimurium*, respectivamente (SANTHOSH et al., 2021).

Quanto ao efeito inibitório, o ECCR não encapsulado apresentou efeito na concentração de $2,2 \text{ mg.mL}^{-1}$ frente a *S. aureus* e na concentração de $4,4 \text{ mg.mL}^{-1}$ frente a *E. coli*. As FBDA apresentaram efeito inibitório mínimo frente a *S. aureus* nas concentrações de $1,06 \text{ mg.mL}^{-1}$, $2,11 \text{ mg.mL}^{-1}$ e $3,17 \text{ mg.mL}^{-1}$ quando encapsuladas com 3, 6 e 9% de ECCR e efeito inibitório mínimo de frente a *E. coli* na concentração de $1,32 \text{ mg.mL}^{-1}$ e $1,98 \text{ mg.mL}^{-1}$, para as fibras encapsuladas com 6 e 9% de ECCR, respectivamente. Já nas FBDB, foi possível perceber que houve efeito inibitório mínimo frente a *S. aureus* e *E. coli* nas concentrações de $1,06 \text{ mg.mL}^{-1}$, $1,32 \text{ mg.mL}^{-1}$ e $1,98 \text{ mg.mL}^{-1}$ para as fibras encapsuladas com 3, 6 e 9% de ECCR.

É perceptível que menores concentrações do extrato quando encapsulado são suficientes para inibir o crescimento bacteriano, visto que, as fibras ultrafinas adicionadas com mais extrato apresentaram concentrações maiores na inibição das bactérias. Além disso, o extrato encapsulado apresenta maior efeito inibitório, quando comparado com na forma livre (não encapsulado), isso pode estar correlacionado a degradação parcial dos compostos, como a luz e umidade e outros fatores quando expostos ao meio de cultura e aos fatores ambientais, ocorrendo uma perda na sua efetividade.

Foi possível observar que o ECCR apresentou efeito bactericida mínimo na concentração de 4,4 mg.mL⁻¹ frente a *E. coli* e 2,2 mg.mL⁻¹ frente a *S. aureus*. Já as fibras ultrafinas não apresentaram efeito bactericida frente a ambas bactérias.

Quecan et al. (2019) avaliaram a CIM de extratos de cebola roxa e amarela e de compostos isolados presentes nos extratos como, quercetina aglicona e quercetina 3-β-D-glicosídeo e relataram efeito inibitório mínimo iguais ou superiores a 125 µg.mL⁻¹ frente a cepas Gram-negativas, *Serratia marcescens* (MG1), *Chromobacterium violaceum* (ATCC 12472) e *Pseudomonas aeruginosa* (PAO1). Nanofibras de amido encapsuladas com carvacrol (30 e 40%) apresentaram efeito inibitório e bactericida na concentração de 0,98 mg.mL⁻¹ para todas as nanofibras frente as cepas de *S. typhimurium* (ATCC 13311), *Listeria monocytogenes* (ATCC 7644), *S. aureus* (ATCC 10832) e *E. coli* O157H:7 (ATCC 43895) (FONSECA et al. 2021). CRUZ et al. (2021) realizaram a encapsulação de extrato fenólico da casca de pinhão em fibras ultrafinas de amido de batata solúvel (0%, 0,5%, 1,0% e 1,5% de extrato) e o extrato não encapsulado apresentou efeito inibitório mínimo em concentrações de 10 mg.mL⁻¹ e 1 mg.mL⁻¹ para *E.coli* O157:H7 (ATCC 43895) e *S. aureus* (ATCC 10832) respectivamente, e houve efeito bactericida mínimo somente frente a *S. aureus* em concentrações de 10 mg.mL⁻¹, e além disso, somente as fibras ultrafinas adicionadas de 0,5% de extrato apresentou efeito bactericida mínimo de 10 mg.mL⁻¹ para *S. aureus*.

As bactérias Gram-positivas (*S. aureus*) consistem de uma membrana envelopada relativamente simples, que se caracteriza pela presença de uma membrana celular citoplasmática circundada por uma parede celular relativamente porosa que possibilita a difusão interna do extrato. Já, a membrana das bactérias Gram-negativas (*E. coli*), possui uma camada externa adicional, que consiste em fosfolipídios, lipopolissacarídeos e

proteínas, sendo impermeável à maioria dos tipos de íons (Na, K, H) e moléculas polares não carregadas (SILVA et al., 2020).

Embora tenha havido comparativamente poucos estudos sobre os mecanismos subjacentes à atividade antibacteriana de extratos fenólicos, informações da literatura indicam que os diferentes compostos dentro desta classe de fitoquímicos podem ter como alvo diferentes componentes e funções da célula bacteriana, ou seja, provavelmente está relacionado a complexa composição de substâncias ativas, dificultando a criação de mecanismos de resistência dos micro-organismos (CUSHNIE; LAMB, 2005; REMPE et al., 2017). A quercetina (composto majoritário do ECCR), por exemplo, é amplamente conhecida e estudada na literatura, mas ainda, os mecanismos da sua ação antimicrobiana parecem ser complexos e multidirecionais. Apesar disso, a ação da quercetina contra *E. coli* foi parcialmente atribuída à inibição de DNA girase e ATP sintase (CHINNAM et al., 2010; PLAPER et al., 2003).

De modo geral, as FBDB apresentaram melhor desempenho para uma possível aplicação (em especial as FBDB 3% de ECRR), por apresentar concentrações inibitórias menores que as FBDA, para ambas bactérias avaliadas. Em razão do processo de *electrospinning* ter propiciado menor liberação dos compostos fenólicos do ECCR encapsulado nas fibras ultrafinas em condições hidrofílicas, uma possibilidade de aplicação seria em alimentos que apresentam uma maior vida útil, como pães, bolachas e cereais, garantindo uma liberação controlada dos compostos presentes nas fibras ultrafinas e ainda assegurando o efeito antibacteriano por um período prolongado quando aplicados nas concentrações e condições ideais.

7. CONCLUSÕES

Ocorreram diferenças na viscosidade aparente e condutividade elétrica das soluções poliméricas produzidas com amido de batata-doce amarela (BDA) e amido de batata-doce branca (BDB) incorporadas com as diferentes concentrações (0, 3, 6 e 9%, p/p) de extrato da casca de cebola roxa (ECCR). As fibras ultrafinas de amido nativo apresentaram morfologia cilíndrica e homogênea, com exceção das fibras ultrafinas de batata-doce amarela (FBDA) encapsuladas com 9% de ECCR e das fibras ultrafinas de

batata-doce branca (FBDB) com 0 e 9% de ECCR, que se apresentaram em forma de fita e fundidas.

As FBDA encapsuladas com 0, 3, 6 e 9 % de ECCR apresentaram diâmetros médios de 310, 330, 251 e 482 nm, respetivamente, e as FBDB encapsuladas com 0, 3, 6 e 9% de ECCR apresentaram diâmetros médios de 438, 324, 321 e 611 nm, respetivamente. A eficiência de encapsulação do ECCR nas fibras ultrafinas variou de 67 a 78%.

De modo geral, a análise termogravimétrica evidenciou que as fibras ultrafinas, quando comparadas com o ECCR, suportam temperaturas mais elevadas até sua degradação. A análise liberação *in vitro* mostrou que os compostos fenólicos apresentaram baixa liberação em condições hidrofílicas e maior liberação em condições hidrofóbicas. Somando a isso, foi possível perceber pelo ângulo de contato, que as fibras ultrafinas foram se tornando mais hidrofílicas à medida que houve a adição do ECCR.

Foi observada atividade antioxidante do ECCR encapsulado, mesmo nas menores concentrações (3% de ECCR). Além disso, foi possível verificar que o ECCR encapsulado com 9% de ECCR mostrou inibição ao radical ABTS semelhante ao ECCR não encapsulado para as FBDA (96,85%) e acima de 92,0% para as FBDB. A análise antibacteriana mostrou que o ECCR não encapsulado apresentou ação inibitória e bactericida frente a *E. coli* e *S. aureus*. Já as fibras ultrafinas com ECCR apresentaram ação inibitória, mas não apresentaram ação bactericida frente as bactérias avaliadas.

Dessa forma, os resultados deste estudo indicam que as fibras ultrafinas com ECCR encapsulado mostraram-se promissoras para aplicação na indústria de alimentos. No entanto a escolha das fibras ultrafinas com o ECCR depende das condições, características e finalidade na matriz alimentícia ou embalagem que forem aplicadas.

8. REFERÊNCIAS

ABBOUD, Y.; EDDAHBI, A.; EL BOUARI, A.; AITENNEITE, H.; BROUZI, K.; MOUSLIM, J. Microwave-assisted approach for rapid and green phytosynthesis of silver nanoparticles using aqueous onion (*Allium cepa*) extract and their antibacterial activity. **Journal of Nanostructure in Chemistry**, v. 3, n. 1, p. 1–7, 2013.

AHMAD, N. A.; LEO, C. P.; AHMAD, A. L.; RAMLI, W. K.W. Membranes with great hydrophobicity: A review on preparation and characterization. **Separation and Purification Reviews**, v. 44, n. 2, p. 109–134, 2015.

AKDENIZ, B.; SUMNU, G.; SAHIN, S. Microencapsulation of phenolic compounds extracted from onion (*Allium cepa*) skin. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, n. 7, 2018.

ALCÁZAR-ALAY, S. C.; CARDENAS-TORO, F. P.; OSORIO-TOBÓN, J. F.; BARBERO, G. F.; MEIRELES, M. A. A. Obtaining anthocyanin-rich extracts from frozen açai (*Euterpe oleracea* Mart.) pulp using pressurized liquid extraction. **Food Science and Technology**, v. 37, p. 48–54, 2017.

ASHOGBON, A. O.; AKINTAYO, E. T. Recent trend in the physical and chemical modification of starches from different botanical sources: A review. **Starch/Staerke**, v. 66 p. 41-57, 2014.

ATES, M.; KUZ, P. Starch-Based Bioplastic Materials for Packaging Industry. **Journal of Sustainable Construction Materials and Technologies**, v. 5, n. 1, p. 399–406, 2020.

AVILA, L. B.; FONTES, M. R. V.; ZAVAREZE, E. R.; MORAES, C. C.; MORAIS, M. M.; ROSA, G. S.; Recovery of bioactive compounds from jaboticaba peels and application into zein ultrafine fibers produced by electrospinning. **Polymers**, v. 12, n. 12, p. 1–19, 2020.

BABU, A. S.; PARIMALAVALLI, R.; JAGANNADHAM, K.; RAO, J. S. Chemical and structural properties of sweet potato starch treated with organic and inorganic acid.

Journal of Food Science and Technology, v. 52, n. 9, p. 5745–5753, 2015.

BEDRNÍČEK, J.; LAKNEROVÁ, I.; LINHARTOVÁ, Z.; KADLEC, J.; SAMKOVÁ, E.; BÁRTA, J.; BÁRTOVÁ, V.; MRÁZ, J.; PEŠEK, M.; WINTEROVÁ, R.; VRCHOTOVÁ, N.; TRÍŠKA, J.; SMETANA, P. Onion waste as a rich source of antioxidants for meat products. **Czech Journal of Food Sciences**, v. 37, n. 4, p. 268–275, 2019.

BENKEBLIA, N. Free-radical scavenging capacity and antioxidant properties of some selected Onions (*Allium cepa* L.) and garlic (*Allium sativum* L.) extracts. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 48, n. 5, p. 753–759, 2005.

BENÍTEZ, V.; MOLLÁ, E.; MARTÍN-CABREJAS, M. A.; AGUILERA, Y.; LÓPEZ-ANDRÉU, F. J.; ESTEBAN, R. M. Onion (*Allium cepa* L.) by-products as source of dietary fiber: Physicochemical properties and effect on serum lipid levels in high-fat fed rats. **European Food Research and Technology**, v. 234, n. 4, p. 617–625, 2012.

BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. **Biotechnology Advances**, v. 28, n. 3, p. 325–347, 2010.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. **LWT-Food Science Technology**, v. 28, p. 25–30, 1995.

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

CABRAL, I. S. R. OLDONI, T. L. C.; PRADO, A.; BEZERRA, R. M. N.; ALENCAR, S. M.; IKEGAKI, M.; ROSALEN, P. L. Composição fenólica, atividade antibacteriana e antioxidante da própolis vermelha brasileira. **Química Nova**, v. 32, n. 6, p. 1523–1527, 2009.

CAMPONE, L.; CELANO, R.; PICCINELLI, A. L.; PAGANO, I.; CARABETTA, S.; SANZO, R. D.; RUSSO, M.; IBAÑEZ, E.; CIFUENTES, A.; RASTRELLI, L. Response surface methodology to optimize supercritical carbon dioxide/co-solvent extraction of brown onion

skin by-product as source of nutraceutical compounds. **Food Chemistry**, v. 269, p. 495–502, 2018.

CELANO, R.; DOCIMO, T.; PICCINELLI, A. L.; GAZZERRO, P.; TUCCI, M.; DI SANZO, R.; CARABETTA, S.; CAMPONE, L.; RUSSO, M.; RASTRELLI, L. Onion peel: Turning a food waste into a resource. **Antioxidants**, v. 10, n. 2, p. 1–18, 2021.

CHADORSHABI, S.; HALLAJ-NEZHADI, S.; GHASEMPOUR, Z. Red onion skin active ingredients, extraction and biological properties for functional food applications. **Food Chemistry**, v. 386, p. 132737, 2022.

CHEN, Q.; YU, H.; WANG, L.; ABDIN, Z.; CHEN, Y.; WANG, J.; ZHOU, W.; YANG, X.; KHAN, R. U.; ZHANG, H.; CHEN, X. Recent progress in chemical modification of starch and its applications. **RSC Advances**, v. 5, n. 83, p. 67459–67474, 2015.

CHEN, Z.; SAGIS, L.; LEGGER, A.; LINSSEN, J. P. H.; SCHOLS, H. A.; VORAGEN, A. G. J. Evaluation of starch noodles made from three typical Chinese sweet-potato starches. **Journal of Food Science**, v. 67, n. 9, p. 3342–3347, 2002.

CHINNAM, N.; DADI, P. K.; SABRI, S. A.; AHMAD, M.; KABIR, M. A.; AHMAD, Z. Dietary bioflavonoids inhibit *Escherichia coli* ATP synthase in a differential manner. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 46, n. 5, p. 478–486, 2010.

CLSI - CLINICAL AND LABORATORY STANDARDS INSTITUTE - Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests; Approved Standard—Twelfth Edition. **Clinical and Laboratory Standards Institute**, v. 35, p. 73, 2015.

CRUZ, E. P.; FONSECA, L. M.; RADÜNZ, M.; SILVA, F. T.; GANDRA, E. A.; ZAVAREZE, E. R.; BORGES, C. D. Pinhão coat extract encapsulated in starch ultrafine fibers: Thermal, antioxidant, and antimicrobial properties and in vitro biological digestion. **Journal of Food Science**, v. 86, n. 7, p. 2886–2897, 2021.

CUSHNIE, T. P. T.; LAMB, A. J. Antimicrobial activity of flavonoids. **International Journal of Antimicrobial Agents**, v. 26, n. 5, p. 343–356, 2005.

DAS, S.; PATRA, P.; SINGHA, K.; BISWAS, P.; SARKAR, S.; PAL, S. Graft copolymeric flocculant using functionalized starch towards treatment of blast furnace effluent. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 125, p. 35–40, 2019.

DASH, K. K.; ALI, N. A.; DAS, D.; MOHANTA, D. Thorough evaluation of sweet potato starch and lemon-waste pectin based-edible films with nano-titania inclusions for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 139, p. 449–458, 2019.

DENARDIN, C. C.; SILVA, L. P. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, v. 39, n. 3, p. 945–954, 2009.

DOMINGOS, D. G.; DALARI, B. L. S. K.; VIELMO, A. S. L.; SCHALLEMBERGER, J. B.; OLIVEIRA, D. C. Extração e caracterização de amido de diferentes fontes vegetais: Uma alternativa para materiais biodegradáveis a base de amido. **Processos Químicos e Biotecnológicos**, v. 6 p. 21–31, 2020.

DUTTA, P.; MAHJEBIN, S.; SUFIAN, M. A.; RAZAYA-RABBI, M.; CHOWDHURY, S.; IMRAN, I. H. Impacts of natural and synthetic mordants on cotton knit fabric dyed with natural dye from onion skin in perspective of eco-friendly textile process. **Materials Today: Proceedings**, v. 47, p. 2633–2640, 2021.

EGERT, S.; BOSY-WESTPHAL, A.; SEIBERL, J.; KÜRBITZ, C.; SETTLER, U.; PLACHTA-DANIELZIK, S.; WAGNER, A. E. FRANK, J.; SCHREZENMEIR, J.; RIMBACH, G.; WOLFFRAM, S.; MÜLLER, M. J. Quercetin reduces systolic blood pressure and plasma oxidised low-density lipoprotein concentrations in overweight subjects with a high-cardiovascular disease risk phenotype: A double-blinded, placebo-controlled cross-over study. **British Journal of Nutrition**, v. 102, n. 7, p. 1065–1074, 2009.

EKE-EJIOFOR, J. Physico-chemical and pasting properties of starches from cassava, sweet potato and three leaf yam and their application in salad cream production. **International Journal of Biotechnology and Food Science**, v. 3, n. 2, p. 23–30, 2015.

FAOSTAT - Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database. 2020.

Disponível em: <<http://www.fao.org/faostat/en/#data/QC/visualize>>. Acesso em março de 2022.

FONSECA, L. M.; SILVA, F. T.; ANTUNES, M. D.; HALAL, S. L. M.; LIM, L. T.; DIAS, A. R. G. Aging Time of Soluble Potato Starch Solutions for Ultrafine Fibers Formation by Electrospinning. **Starch - Stärke**, v. 71, n. 1–2, p. 1800089, 2019a.

FONSECA, L. M.; OLIVEIRA, J. P.; OLIVEIRA, P. D.; ZAVAREZE, E. R.; DIAS, A. R. G.; LIM, L. T. Electrospinning of native and anionic corn starch fibers with different amylose contents. **Food Research International**, v. 116, p. 1318–1326, 2019b.

FONSECA, L. M.; CRUXEN, C. E. S.; BRUNI, G. P.; FIORENTINI, Â. M.; ZAVAREZE, E. R.; LIM, L. T.; DIAS, A. R. G. Development of antimicrobial and antioxidant electrospun soluble potato starch nanofibers loaded with carvacrol. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 139, p. 1182–1190, 2019c.

FONSECA, L. M.; OLIVEIRA, J. P.; CRIZEL, R. L.; SILVA, F. T.; ZAVAREZE, E. R.; BORGES, C. D. Electrospun Starch Fibers Loaded with Pinhão (*Araucaria angustifolia*) Coat Extract Rich in Phenolic Compounds. **Food Biophysics**, v. 15, n. 3, p. 355–367, 2020a.

FONSECA, L. M.; RADÜNZ, M.; HACKBART, H. C. S.; SILVA, F. T.; CAMARGO, T. M.; BRUNI, G. P.; MONKS, J. L. F.; ZAVAREZE, E. R.; DIAS, A. R. G. Electrospun potato starch nanofibers for thyme essential oil encapsulation: antioxidant activity and thermal resistance. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 100, n. 11, p. 4263–4271, 2020.

FONSECA, L. M.; RADÜNZ, M.; CRIZEL, R. L.; CAMARGO, T. M.; GANDRA, E. A.; DIAS, A. R. G. Effect of carvacrol encapsulation in starch-based nanofibers: Thermal resistance and antioxidant and antimicrobial properties. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 45, n. 5, p. 1–7, 2021.

FONTES, M. R. V.; ROSA, M. P.; FONSECA, L. M.; BECK, P. H.; ZAVAREZE, E. R.; DIAS, A. R. G. Thermal stability, hydrophobicity and antioxidant potential of ultrafine poly

(lactic acid)/rice husk lignin fibers. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 38, n. 1, p. 133–144, 2021.

FU, Z. F. TU, Z. C.; ZHANG, L.; WANG, H.; WEN, Q. H.; HUANG, T. Antioxidant activities and polyphenols of sweet potato (*Ipomoea batatas* L.) leaves extracted with solvents of various polarities. **Food Bioscience**, v. 15, p. 11–18, 2016.

GHORANI, B.; TUCKER, N. Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. **Food Hydrocolloids**, v. 51, p. 227–240, 2015.

GÖNEN, S. Ö.; TAYGUN, M. E.; KÜÇÜKBAYRAK, S. Evaluation of the factors influencing the resultant diameter of the electrospun gelatin/sodium alginate nanofibers via Box-Behnken design. **Materials Science and Engineering C**, v. 58, p. 709–723, 2016.

GONZÁLEZ-SÁIZ, J. M. ESTEBAN-DÍEZ, I.; RODRÍGUEZ-TECEDOR, S.; PIZARRO, C. Valorization of onion waste and by-products: MCR-ALS applied to reveal the compositional profiles of alcoholic fermentations of onion juice monitored by near-infrared spectroscopy. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 101, n. 4, p. 776–787, 2008.

GRIFFITHS, G.; TRUEMAN, L.; CROWTHER, T.; THOMAS, B.; SMITH, B. Onions - A global benefit to health. **Phytotherapy Research**, v. 16, n. 7, p. 603–615, 2002.

GUO, L.; TAO, H.; CUI, B.; JANASWAMY, S. The effects of sequential enzyme modifications on structural and physicochemical properties of sweet potato starch granules. **Food Chemistry**, v. 277, n. 3501, p. 504–514, 2019.

HAIDER, A.; HAIDER, S.; KANG, I. K. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 11, n. 8, p. 1165–1188, 2018.

HONG, J.; ZENG, X. A.; BRENNAN, C.; BRENNAN, M.; HAN, Z. Recent Advances in Techniques for Starch Esters and the Applications: A Review. **Foods**, v. 5, n. 4, p. 50, 2016.

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e estatística. **Séries estatísticas, tema lavouras temporárias, 1990-2014**. 2016. disponível em: <<http://seriesestatisticas.ibge.gov.br/>>. Acesso em março de 2022.

JANSEN-ALVES, C.; FERNANDES, K. F.; CRIZEL-CARDOZO, M. M.; KRUMREICH, F. D.; BORGES, C. D. ZAMBIAZI, R. C. Microencapsulation of Propolis in Protein Matrix Using Spray Drying for Application in Food Systems. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 7, p. 1422–1436, 2018.

JUNG, C. H.; CHO, I.; AHN, J.; JEON, T. I.; HA, T. T. Quercetin reduces high-fat diet-induced fat accumulation in the liver by regulating lipid metabolism genes. **Phytotherapy Research**, v. 27, n. 1, p. 139–143, 2013.

KANATT, S. R.; TARI, S.; CHAWLA, S. P. Encapsulation of extract prepared from irradiated onion scales in alginate beads: a potential functional food ingredient. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 12, n. 2, p. 848–858, 2018.

KHOO, H. E.; AZLAN, A.; TANG, S. T.; LIM, S. M. Anthocyanidins and anthocyanins: Colored pigments as food, pharmaceutical ingredients, and the potential health benefits. **Food and Nutrition Research**, v. 61, n. 1, 2017.

KIM, S. J.; LEE, C. K.; KIM, S. I. Effect of ionic salts on the processing of poly(2-acrylamido-2-methyl-1-propane sulfonic acid) nanofibers. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 96, n. 4, p. 1388–1393, 2005.

KIM, S. W.; KO, M. J.; CHUNG, M. S. Extraction of the flavonol quercetin from onion waste by combined treatment with intense pulsed light and subcritical water extraction. **Journal of Cleaner Production**, v. 231, p. 1192–1199, 2019.

KOLARIČ, L.; MINAROVÍČOVÁ, L.; LAUKOVÁ, M.; KAROVÍČOVÁ, J.; KOHAJDOVÁ, Z. Pasta noodles enriched with sweet potato starch: Impact on quality parameters and resistant starch content. **Journal of Texture Studies**, v. 51, n. 3, p. 464–474, 2020.

KOMUR, B. et al. KOMUR, B.; BAYRAK, F.; EKREN, N.; EROGLU, M. S.; OKTAR, F. N.;

SINIRLIOGLU, Z. A.; YUCEL, S.; GULER, O.; GUNDUZ, O. Starch/PCL composite nanofibers by co-axial electrospinning technique for biomedical applications. **BioMedical Engineering Online**, v. 16, n. 1, p. 1–13, 2017.

KONG, L.; ZIEGLER, G. R. Role of molecular entanglements in starch fiber formation by electrospinning. **Biomacromolecules**, v. 13, n. 8, p. 2247–2253, 2012.

KONG, L.; ZIEGLER, G. R. Fabrication of pure starch fibers by electrospinning. **Food Hydrocolloids**, v. 36, p. 20–25, 2014.

KOUROUMA, V.; MU, T. H.; ZHANG, M.; SUN, H. N. Comparative study on chemical composition, polyphenols, flavonoids, carotenoids and antioxidant activities of various cultivars of sweet potato. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 55, n. 1, p. 369–378, 2020.

KRISHNASAMY SEKAR, R.; SRIDHAR, A.; PERUMALSAMY, B.; MANIKANDAN, D. B.; RAMASAMY, T. In Vitro Antioxidant, Antipathogenicity and Cytotoxicity Effect of Silver Nanoparticles Fabricated by Onion (*Allium cepa* L.) Peel Extract. **BioNanoScience**, v. 10, n. 1, p. 235–248, 2020.

KRUMREICH, F. D.; PRIETSCH, L. P. ANTUNES, M. D. JANSEN-ALVES, C. MENDONÇA, C. R.E B. BORGES, C. D. ZAVAREZE, E. R. ZAMBIAZI, R. C. Avocado Oil Incorporated in Ultrafine Zein Fibers by Electrospinning. **Food Biophysics**, v. 14, n. 4, p. 383–392, 2019.

KUMAR, M.; BARBHAI, M. D.; HASAN, M.; PUNIA, S.; DHUMAL, S.; RADHA; RAIS, N.; CHANDRAN, D.; PANDISELVAM, R.; KOTHAKOTA, A.; TOMAR, M.; SATANKAR, V.; SENAPATHY, M.; ANITHA, T. DEY, A.; SAYED, A. A.S. GADALLAH, F. M. AMAROWICZ, R. Mekhemar, M. Onion (*Allium cepa* L.) peels: A review on bioactive compounds and biomedical activities. **Biomedicine and Pharmacotherapy**, v. 146, p. 112498, 2022.

KURT, S.; CEYLAN, H. G.; AKKOÇ, A. The effects of onion skin powder on the quality of cooked chicken meat patties during refrigerated storage. **Acta Alimentaria**, v. 48, n. 4, p.

423–430, 2019.

LANCUŠKI, A.; VASILYEV, G.; PUTAUX, J-L.; ZUSSMAN, E. Rheological Properties and Electrospinnability of High-Amylose Starch in Formic Acid. **Biomacromolecules**, v. 16, n. 8, p. 2529–2536, 2015.

LEE, J. S. et al. Onion peel extract reduces the percentage of body fat in overweight and obese subjects: A 12-week, randomized, double-blind, placebo-controlled study. **Nutrition Research and Practice**, v. 10, n. 2, p. 175–181, 2016.

LEE, K. A. et al. Antimicrobial and antioxidative effects of onion peel extracted by the subcritical water. **Food Science and Biotechnology**, v. 20, n. 2, p. 543–548, 2011.

LEE, K. A. KIM, K. T.; KIM, H. J.; CHUNG, M. S.; CHANG, P. S.; PARK, H.; PAI, H. D. Antioxidant activities of onion (*Allium cepa* L.) peel extracts produced by ethanol, hot water, and subcritical water extraction. **Food Science and Biotechnology**, v. 23, n. 2, p. 615–621, 2014.

LIGUORI, L.; CALIFANO, R.; ALBANESE, D.; RAIMO, F.; CRESCITELLI, A.; DI MATTEO, M. Chemical composition and antioxidant properties of five white onion (*Allium cepa* L.) landraces. **Journal of Food Quality**, <https://doi.org/10.1155/2017/6873651>, 2017.

LIU, G.; GU, Z.; HONG, Y.; CHENG, L.; LI, C. Electrospun starch nanofibers: Recent advances, challenges, and strategies for potential pharmaceutical applications. **Journal of Controlled Release**, v. 252, p. 95–107, 2017.

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Filmes de amido : produção , propriedades e potencial de utilização Starch films : production , properties and potential of utilization. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, p. 137–156, 2010.

MANSOUR, G.; ZOUMAKI, M.; TSONGAS, K.; TZETZIS, D. Starch-sandstone materials in the construction industry. **Results in Engineering**, v. 8, p. 100182, 2020.

MARRELLI, M.; AMODEO, V.; STATTI, G.; CONFORTI, F. Biological properties and

bioactive components of *allium cepa* L.: Focus on potential benefits in the treatment of obesity and related comorbidities. **Molecules**, v. 24, n. 1, p. 119, 2019.

MARTÍNEZ, P.; MARTÍNEZ, P.; PEÑA, F.; BELLO-PÉREZ, L. A. NÚÑEZ-SANTIAGO, C. YEE-MADEIRA, H. VELEZMORO, C. Physicochemical, functional and morphological characterization of starches isolated from three native potatoes of the Andean region. **Food Chemistry**, v. 2, p. 100030, 2019.

MARTO, J.; PINTO, P.; FITAS, M.; GONÇALVES, L. M.; ALMEIDA, A. J.; RIBEIRO, H. Safety assessment of starch-based personal care products: Nanocapsules and pickering emulsions. **Toxicology and Applied Pharmacology**, v. 342, p. 14–21, 2018.

MCGRANCE, S. J.; CORNELL, H. J.; RIX, C. J. A Simple and Rapid Colorimetric Method for the Determination of Amylose in Starch Products. **Starch/Stärke**, v. 50, p. 158–163, 1998.

MENDES, A. C.; STEPHANSEN, K.; CHRONAKIS, I. S. Electrospinning of food proteins and polysaccharides. **Food Hydrocolloids**, v. 68, p. 53–68, 2017.

MICHALAK-MAJEWSKA, M.; TETERYCZ, D.; MUSZYŃSKI, S.; RADZKI, W.; SYKUT-DOMAŃSKA, E. Influence of onion skin powder on nutritional and quality attributes of wheat pasta. **PLoS ONE**, v. 15, n. 1, p. 1–15, 2020.

MILES, S. L.; MCFARLAND, M.; NILES, R. M. Molecular and physiological actions of quercetin: Need for clinical trials to assess its benefits in human disease. **Nutrition Reviews**, v. 72, n. 11, p. 720–734, 2014.

MOON, J.; DO, H. J.; KIM, O. T.; SHIN, M. J. Antiobesity effects of quercetin-rich onion peel extract on the differentiation of 3T3-L1 preadipocytes and the adipogenesis in high fat-fed rats. **Food and Chemical Toxicology**, v. 58, p. 347–354, 2013.

MORO, T. M. A.; ASCHERI, J. L. R. ORTIZ, J. A. R. CARVALHO, C. W .P. MELÉNDEZ-ARÉVALO, A. Bioplastics of Native Starches Reinforced with Passion Fruit Peel. **Food and Bioprocess Technology**, v. 10, n. 10, p. 1798–1808, 2017.

NELSON, D. L.; COX, M. M. **Princípios de Bioquímica de Lehninger**. p. 978, Artmed, 6ª edição, 2014.

NEO, Y. P.; RAY, S.; EASTEAL, A. J.; NIKOLAIDIS, M. G.; QUEK, S. Y. Influence of solution and processing parameters towards the fabrication of electrospun zein fibers with sub-micron diameter. **Journal of Food Engineering**, v. 109, n. 4, p. 645–651, 2012.

NEO, Y. P.; SWIFT, S.; RAY, S.; GIZDAVIC-NIKOLAIDIS, M.; JIN, J.; PERERA, C. O. Evaluation of gallic acid loaded zein sub-micron electrospun fibre mats as novel active packaging materials. **Food Chemistry**, v. 141, n. 3, p. 3192–3200, 2013.

NILE, S. H.; NILE, A. S.; KEUM, Y. S.; SHARMA, K. Valorization of onion solid waste and their flavonols for assessment of cytotoxicity, enzyme inhibitory and antioxidant activities. **Food and Chemical Toxicology**, v. 119, p. 281–289, 2018.

NILE, A.; GANSUKH, E.; PARK, G-S.; KIM, H-D.; NILE, S. H. Novel insights on the multi-functional properties of flavonol glucosides from red onion (*Allium cepa* L) solid waste – In vitro and in silico approach. **Food Chemistry**, v. 335, p. 127650, 2021.

NILE, S.; NILE, S. H.; NILE, A. S.; KEUM, Y. S.; SHARMA, K. Utilization of quercetin and quercetin glycosides from onion (*Allium cepa* L.) solid waste as an antioxidant, urease and xanthine oxidase inhibitors. **Food Chemistry**, v. 235, p. 119–126, 2017.

PAREEK, S.; SAGAR, N. A.; SHARMA, S.; KUMAR, V. Onion (*allium cepa* L.). **Fruit and Vegetable Phytochemicals: Chemistry and Human Health: Second Edition**, v. 2, p. 1145–1161, 2018.

PÉREZ-GREGORIO, R. M.; GARCÍA-FALCÓN, M. S.; SIMAL-GÁNDARA, J.; RODRIGUES, A. S.; ALMEIDA, D. P.F. Identification and quantification of flavonoids in traditional cultivars of red and white onions at harvest. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 23, n. 6, p. 592–598, 2010.

PÉREZ, S.; BERTOFT, E. The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review.

Starch/Staerke, v. 62, n. 8, p. 389–420, 2010.

PERUZZI, L.; CARTA, A.; ALTINORDU, F. Chromosome diversity and evolution in *Allium* (Allioideae, Amaryllidaceae). **Plant Biosystems - An International Journal Dealing with all Aspects of Plant Biology**, v. 151, n. 2, p. 212–220, 2017.

PIECHOWIAK, T.; GRZELAK-BŁASZCZYK, K.; BONIKOWSKI, R.; BALAWEJDER, M. Optimization of extraction process of antioxidant compounds from yellow onion skin and their use in functional bread production. **Food Science and Technology**, v. 117, doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108614>, 2020.

PLAPER, A. ; GOLOB, M.; HAFNER, I.; OBLAK, M.; ŠOLMAJER, T.; JERALA, R. Characterization of quercetin binding site on DNA gyrase. **Biochemical and Biophysical Research Communications**, v. 306, n. 2, p. 530–536, 2003.

QUECAN, B. X.V.; SANTOS, J. T.C.; RIVERA, M. L.C.; HASSIMOTTO, N. M.A.; ALMEIDA, F. A. PINTO, U. M. Effect of quercetin rich onion extracts on bacterial quorum sensing. **Frontiers in Microbiology**, v. 10, p. 1–16, 2019.

RADÜNZ, M.; RADÜNZ, M.; HACKBART, H. C. S.; BONA, N. P.; PEDRA, N. S.; HOFFMANN, J. F. N.; STEFANELLO, F. M.; ZAVAREZE, E. R. Glucosinolates and phenolic compounds rich broccoli extract: Encapsulation by electrospraying and antitumor activity against glial tumor cells. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 192, p. 111020, 2020.

RE, R.; PELLEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A.; PANNALA, A.; YANG, M.; RICE-EVANS, C. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology and Medicine**, v. 26, n. 9–10, p. 1231–1237, 1999.

REMPE, C. S. et al. The potential of systems biology to discover antibacterial mechanisms of plant phenolics. **Frontiers in Microbiology**, v. 8, p. 422, 2017.

RO, J. Y.; Ryu, J. H.; Park, H. J.; Cho, H. J. Onion (*Allium cepa* L.) peel extract has anti-platelet effects in rat platelets. **SpringerPlus**, v. 4, n. 1, p. 17, 2015.

RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ, I. J.; FUENMAYOR, C. A.; CLAVIJO-GRIMALDO, D.; ZULUAGA-DOMÍNGUEZ, C. M. Electrospinning of ultra-thin membranes with incorporation of antimicrobial agents for applications in active packaging: a review. **International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials**, v. 70, n. 15, p. 1053–1076, 2021.

SANTHOSH, A.; THEERTHA, V.; PRAKASH, P.; CHANDRAN, S. S. From waste to a value added product: Green synthesis of silver nanoparticles from onion peels together with its diverse applications. **Materials Today: Proceedings**, v. 46, p. 4460–4463, 2021.

SHARMA, K.; MAHATO, N.; NILE, S. H.; LEE, E. T.; LEE, Y. R. Economical and environmentally-friendly approaches for usage of onion (*Allium cepa* L.) waste. **Food and Function**, v. 7, n. 8, p. 3354–3369, 2016.

SIDHU, J. S.; ALI, M.; AL-RASHDAN, A.; AHMED, N. Onion (*Allium cepa* L.) is potentially a good source of important antioxidants. **Journal of Food Science and Technology**, v. 56, n. 4, p. 1811–1819, 2019.

SILVA, E.; BIRKENHAKE, M.; SCHOLTEN, E.; SAGIS, L. M.C.; VAN DER LINDEN, E. Controlling rheology and structure of sweet potato starch noodles with high broccoli powder content by hydrocolloids. **Food Hydrocolloids**, v. 30, n. 1, p. 42–52, 2013.

SILVA, G. DE L. P.; BENTO, J. A. P. C.; RIBEIRO, G. O.; LIÃO, L. M.; JÚNIOR, M. S.; CALIARI, M. Application Potential and Technological Properties of Colored Sweet Potato Starches. **Starch - Stärke**, v. 73, n. 1–2, p. 2000100, 2021.

SILVA, I. S. M.; GASPAR, L. M. A. C.; ROCHA, A. M. O. DA COSTA, L. P. TADA, D. B.; FRANCESCHI, E. PADILHA, F. F. Encapsulation of Red Propolis in Polymer Nanoparticles for the Destruction of Pathogenic Biofilms. **AAPS PharmSciTech**, v. 21, n. 2, p. 1–9, 2020.

SINGH, B. N.; SINGH, B.R.; SINGH, R.L.; PRAKASH, D.; SINGH, D.P.; SARMA, B.K.; UPADHYAY, G.; SINGH, H.B. Polyphenolics from various extracts/fractions of red onion (*Allium cepa*) peel with potent antioxidant and antimutagenic activities. **Food and**

Chemical Toxicology, v. 47, n. 6, p. 1161–1167, 2009.

ŠKERGET, M.; MAJHENIČ, L.; BEZJAK, M.; KNEZ, Ž. Antioxidant, radical scavenging and antimicrobial activities of red onion (*Allium cepa* L) skin and edible part extracts. **Chemical and Biochemical Engineering Quarterly**, v. 23, n. 4, p. 435–444, 2009.

SRICHUWONG, S.; ORIKASA, T.; MATSUKI, J.; SHIINA, T.; KOBAYASHI, T.; TOKUYASU, K. Sweet potato having a low temperature-gelatinizing starch as a promising feedstock for bioethanol production. **Biomass and Bioenergy**, v. 39, p. 120–127, 2012.

SUNTHORNVARABHAS, J.; THUMANU, J.; LIMPIRAT, W.; KIM, H. J.; PIYACHOMKWAN, K.; SRIROTHD, K. Assessment of material blending distribution for electrospun nanofiber membrane by Fourier transform infrared (FT-IR) microspectroscopy and image cluster analysis. **Infrared Physics and Technology**, v. 66, p. 141–145, 2014.

TABASUM, S.; YOUNAS, M.; ZAEEM, M. A.; MAJEED, I.; MAJEED, M.; NOREEN, A.; IQBAL, M. N.; ZIA, K. M. A review on blending of corn starch with natural and synthetic polymers, and inorganic nanoparticles with mathematical modeling. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 122, p. 969–996, 2019.

TESFAYE, T.; GIBRIL, M.; SITHOLE, B.; RAMJUGERNATH, D.; CHAVAN, R.; CHUNILALL, V.; GOUNDEN, N. Valorisation of avocado seeds: extraction and characterisation of starch for textile applications. **Clean Technologies and Environmental Policy**, v. 20, n. 9, p. 2135–2154, 2018.

VAFANIA, B.; FATHI, M.; SOLEIMANIAN-ZAD, S. Nanoencapsulation of thyme essential oil in chitosan-gelatin nanofibers by nozzle-less electrospinning and their application to reduce nitrite in sausages. **Food and Bioproducts Processing**, v. 116, p. 240–248, jul. 2019.

VAFINA, A.; PROSKURINA, V.; VOROBIEV, V.; EVTUGIN, V. G.; EGKOVA, G.; NIKITINA, E. Physicochemical and morphological characterization of potato starch modified by bacterial amylases for food industry applications. **Journal of Chemistry**, p. 1-9, 2018.

WANG, H.; YANG, Q.; FERDINAND, U.; GONG, X.; QU, Y. GAO, W. Isolation and characterization of starch from light yellow, orange, and purple sweet potatoes. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 160, p. 660–668, 2020.

WANG, S.; LI, C.; COPELAND, LES.; NIU, Q.; WANG, S. Starch Retrogradation: A Comprehensive Review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 14, n. 5, p. 568–585, 2015.

WEN, P.; ZONG, M. H.; LINHARDT, R. J.. FENG, K. WU, H. Electrospinning: A novel nano-encapsulation approach for bioactive compounds. **Trends in Food Science and Technology**, v. 70, p. 56–68, 2017.

YE, C-L.; DAI, D-H.; HU, W-L. Antimicrobial and antioxidant activities of the essential oil from onion (*Allium cepa* L.). **Food Control**, v. 30, n. 1, p. 48–53. 2013.

ZHANG, C.; LI, Y.; BWANG, P.; ZHANG, H. Electrospinning of nanofibers: Potentials and perspectives for active food packaging. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 19, n. 2, p. 479–502, 2020.

ZHANG, S.; WANG, X.; WANG, Y. Properties of thermoplastic dialdehyde sweet potato starch affected by carbonyl contents. **Advanced Materials Research**, v. 233–235, p. 2541–2544, 2011.

ZHU, F.; WANG, S. Physicochemical properties, molecular structure, and uses of sweetpotato starch. **Trends in Food Science and Technology**, v. 36, n. 2, p. 68–78, 2014.

9. APÊNDICES

Apêndice A

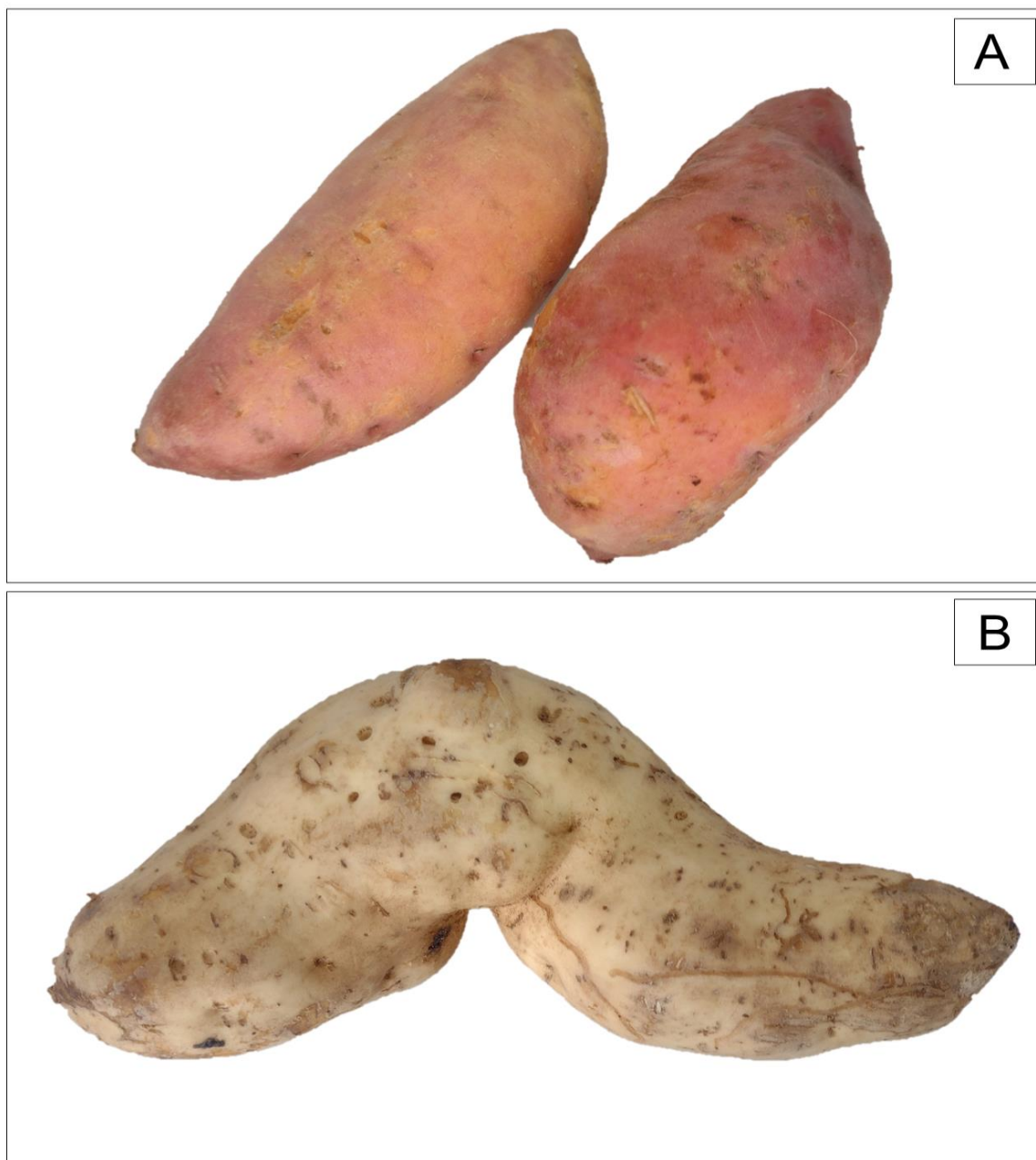


Figura 8. Matérias-primas utilizadas para extração de amido: (A) Batata-doce amarela (cultivar Amélia) e (B) Batata-doce branca (cultivar Cuia)

Apêndice B



Figura 9. Matérias-primas utilizadas para elaboração do extrato fenólico: Cebola roxa (*Allium Cepa* L., cultivar Crioula)

Apêndice C

Tabela 7. Análise termogravimétrica do extrato da casca de cebola roxa (ECCR), do amido de batata-doce amarela (BDA) e branca (BDB) e das fibras ultrafinas com 0, 3, 6 e 9 % de ECCR

Amostras	Tp ₀ (°C)	Tp ₁ (°C)	Δm (%)	Tp ₀ (°C)	Tp ₂ (°C)	Δm ₂ (%)	Tp ₀ (°C)	Tp ₃ (°C)	Δm ₃ (%)	Tp ₀ (°C)	Tp ₄ (°C)	Δm ₄ (%)	Δm _T (%)	Δm _R (%)
ECCR	156,3	234,8	51,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	51,9	48,1
BDA	63,3	77,9	79,9	300,1	317,2	9,6	-	-	-	-	-	-	89,5	10,5
FBDA 0%	38,1	49,5	6,2	215,7	228,9	8,4	280,2	282,1	7,4	307,6	320,3	54,6	76,6	23,4
FBDA 3%	50,8	61,6	1,4	236,8	249,6	9,6	284,4	285,8	6,9	306,0	319,9	60,2	78,1	21,9
FBDA 6%	42,6	51,5	5,8	233,2	245,5	9,8	283,1	284,8	6,3	306,0	319,2	58,3	80,2	19,8
FBDA 9%	48,5	58,7	1,5	233,6	246,3	9,4	281,5	285,8	8,5	303,8	318,6	58,5	77,9	22,1
BDB	39,9	51,1	45,8	300,9	315,7	30,9	-	-	-	-	-	-	76,7	23,3
FBDB 0%	44,9	56,4	2,0	218,3	231,7	9,1	282,0	284,4	7,9	307,5	320,5	53,1	72,6	27,4
FBDB 3%	38,8	51,0	5,8	238,3	245,7	7,4	284,7	286,5	6,3	305,1	318,1	53,3	72,4	27,6
FBDB 6%	45,0	57,5	2,7	234,8	247,1	11,3	284,6	287,3	7,8	304,5	319,4	60,5	82,3	17,7
FBDB 9%	42,9	51,5	5,2	235,2	246,4	8,2	282,1	284,2	6,7	302,4	316,7	53,4	72,5	27,5

Temperatura inicial “onset” (Tp₀), temperatura de pico (Tp_n), perda de massa (ΔT_n); perda de massa total (Δm_T); resíduo (Δm_R); ¹ECCR: extrato da casca de cebola roxa não encapsulado; BDA: amido de batata-doce amarela; BDB: amido de batata-doce branca; FBDA: fibras ultrafinas de amido de batata-doce amarela encapsulado com 0, 3, 6 e 9% de ECCR; FBDB: fibras de amido de batata-doce branca encapsulado com 0, 3, 6 e 9% de ECCR