

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



DISSERTAÇÃO

Encapsulação do óleo de linhaça marrom (*Linum usitatissim L*) em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes

Helen da Silva Silveira

Pelotas, 2023

Helen da Silva Silveira

Encapsulação do óleo de linhaça marrom (*Linum usitatissim L*) em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes

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

Orientador: Rui Carlos Zambiasi

Coorientadora: Caroline Dellinghausen Borges

Pelotas, 2023

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas
Catalogação na Publicação

S587e Silveira, Helen da Silva

Encapsulação do óleo de linhaça marrom (*Linum usitatissim* L.) em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes / Helen da Silva Silveira ; Rui Carlos Zambiasi, orientador. — Pelotas, 2023.

55 f.

Dissertação (Mestrado) — Ciência e Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, 2023.

1. Caseína. 2. Gelatina. 3. Poli (álcool vinílico). 4. Oxidação. I. Zambiasi, Rui Carlos, orient. II. Título.

CDD : 664.26

Helen da Silva Silveira

Encapsulação do óleo de linhaça marrom (*Linum usitatissim L*) em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes

Dissertação aprovada, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre 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.

Data da defesa: 07/03/2023

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Rui Carlos Zambiasi (Orientador)

Doutor em Food and Nutritional Science pela University of Manitoba, Canadá.

Prof.^a Dr.^a Elizangela Gonçalves de Oliveira. Doutora em Engenharia e Ciência de Alimentos pela Universidade Federal do Rio Grande.

Prof. Dr. Eliezer Avila Gandra. Doutor em Ciência e Tecnologia Agroindustrial pela Universidade Federal de Pelotas.

Prof.^a Dr.^a Rosana Colussi. Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Federal de Pelotas.

**Dedico este trabalho aos meus pais, à
minha irmã e ao meu marido.**

Agradecimentos

Primeiramente, agradeço a Deus por ter me proporcionado a oportunidade de realizar este sonho, que foi um grande desafio, com muita fé, sabedoria e força.

Aos meus pais por todo apoio concedido, por me apoiarem nos momentos difíceis e por toda força durante esse tempo.

Aos meus avós por todo carinho e acolhimento.

À minha irmã e ao meu sobrinho Arthur por todo apoio e incentivo.

Ao meu marido Douglas por todo apoio e incentivo, por suas colocações no sentido de que resultaria tudo certo.

Às minhas colegas Tailise Zimmer e Lisiane Vergara pelas alegrias e pelo conhecimento compartilhado.

Ao meu orientador Rui Carlos Zambiasi pela orientação concedida.

À minha co-orientadora Caroline D. Borges pela paciência, pelo carinho, auxílio, pela disponibilidade de me acompanhar no laboratório quando se fazia necessário.

A todos os colegas, amigos, professores e funcionários do Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial, que me auxiliaram nessa trajetória.

À Universidade Federal de Pelotas e ao Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial pela oportunidade.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa concedida.

Obrigada a todos.

Resumo

SILVEIRA, Helen da Silva. **Encapsulação do óleo de linhaça marrom (*Linum usitatissim L*) em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes**. Orientador: Rui Carlos Zambíazi. 2023. 55f Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2023.

A linhaça é uma das oleaginosas mais importantes, sendo utilizada para alimentação e produção de fibra têxtil. Apresenta uma quantidade de óleo de, aproximadamente, 40% e é uma fonte rica de ácidos graxos poli-insaturados, mas em função disso, é muito susceptível à oxidação, podendo causar sabores e odores indesejáveis aos alimentos. Uma alternativa para minimizar essas limitações é promover a encapsulação do óleo de linhaça. Com isso, objetivou-se encapsular o óleo de linhaça marrom em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes. O óleo de linhaça marrom foi caracterizado quanto ao índice de acidez, o índice de peróxido, às substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico e à atividade antioxidante. A determinação da estabilidade da emulsão (O/A) utilizando óleo de linhaça e os diferentes emulsificantes (poli (álcool vinílico) - PVA, caseína, gelatina, proteína de ervilha e proteína de arroz), foi avaliada por 24 h a 20 °C e 50 °C. As partículas de óleo de linhaça em acetato de celulose, utilizando os emulsificantes selecionados, PVA, caseína e gelatina, e formadas pelo método de emulsão/evaporação, foram analisadas quanto à eficiência da encapsulação, à atividade antioxidante, à morfologia, à estabilidade térmica, à cor e às substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico. O óleo de linhaça marrom utilizado apresentou composição compatível com a legislação e com a literatura. Os emulsificantes influenciaram nas características das partículas de óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose pelo método de emulsão/evaporação. A utilização da gelatina como emulsificante proporcionou os maiores valores de eficiência de encapsulação 98%, partículas esféricas com depressões e maior estabilidade térmica pela calorimetria exploratória diferencial (DSC), entretanto, apresentou altos valores de substância reativa ao ácido tiobarbitúrico (TBARS) e um intenso escurecimento das partículas foi observado com o armazenamento acelerado. Com a caseína obteve-se valores intermediários de eficiência de encapsulação, partículas irregulares com depressões, estabilidade térmica pelo DSC, menores valores de TBARS e escurecimento das partículas. O PVA proporcionou baixos valores de eficiência de encapsulação, partículas esféricas de superfície lisa com agregados, altos valores de TBARS e partículas mais claras. Independente do emulsificante utilizado, as partículas apresentaram baixa atividade antioxidante.

Palavras-chave: Caseína. Gelatina. Poli (álcool vinílico). Oxidação.

Abstract

SILVEIRA, Helen da Silva. **Encapsulation of brown linseed oil (*Linum usitatissim* L) in cellulose acetate by emulsification/evaporation of solvent method using different emulsifiers**. Advisor: Rui Carlos Zambiasi. 2023. 55 f. Dissertation (Masters in Food Science and Technology) – Eliseu Maciel Agronomy School, Federal University of Pelotas, Pelotas, 2023.

Flaxseed is one of the most important oilseeds, used for foods and textile fiber production. It has an amount of oil of approximately 40% and is a rich source of polyunsaturated fatty acids, but as a result, it is very susceptible to oxidation, which can cause undesirable taste and odor to foods. An alternative to minimize such limitations is to promote the encapsulation of linseed oil. Therefore, the objective of the study was to encapsulate the brown linseed oil in cellulose acetate by the solvent emulsification/evaporation method using different emulsifiers. Brown linseed oil was characterized for acidity, peroxide index, thiobarbituric acid reactive substances and antioxidant activity. The determination of the stability of the O/W emulsion, using linseed oil and different emulsifiers (poly (vinyl alcohol) - PVA, casein, gelatin, pea protein and rice protein) was evaluated for 24 h at 20 °C and 50 °C. Linseed oil particles in cellulose acetate, using the selected emulsifiers PVA, casein and gelatin, and formed by the emulsion/evaporation method, were analyzed for encapsulation efficiency, antioxidant activity, morphology, thermal stability, color and substances reactive to thiobarbituric acid. The brown linseed oil used showed a composition compatible with the legislation and the literature. Emulsifiers influenced the characteristics of linseed oil particles encapsulated in cellulose acetate by the emulsion/evaporation method. The use of gelatin as an emulsifier provided the highest values of encapsulation efficiency, spherical particles with depressions, greater thermal stability by DSC; however, high values of TBARS and intense darkening of the particles were observed with accelerated storage. With casein, intermediate values of encapsulation efficiency, irregular particles with depressions, thermal stability by DSC, lower TBARS values and darkening of the particles were obtained. PVA, on the other hand, provided low encapsulation efficiency values, spherical particles with a smooth surface with aggregates, high TBARS values and clearer particles. Regardless of the emulsifier used, the particles showed low antioxidant activity.

Keywords: Casein. Gelatin. Poly (vinyl alcohol). Oxidation.

Lista de Figuras

Figura 1 - Sementes de linhaça (A) e flores numa planta de linho (B).	16
Figura 2 - Estrutura química do acetato de celulose..	19
Figura 3 - Morfologia das partículas de óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose utilizando como emulsificante: caseína (A), gelatina (C) e PVA (E) – ampliação de 100x – e caseína (B), gelatina (D) e PVA (F) – ampliação de 300x.....	36
Figura 4 - Termograma de DSC do óleo de linhaça, do acetato de celulose, dos emulsificantes, das misturas físicas do acetato de celulose e dos emulsificantes, e das partículas com óleo de linhaça e os diferentes emulsificantes.	38
Figura 5 – Óleo de linhaça marrom (A), partículas com PVA (B), partículas com caseína (C) e partículas com gelatina (D) armazenados por 30 dias a 50 °C	Erro! Indicador não definido.

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Parâmetros de qualidade do óleo de linhaça marrom	31
Tabela 2 - Estabilidade da emulsão do óleo de linhaça com diferentes emulsificantes a 50 °C por 24 h	32
Tabela 3 - Eficiência de encapsulação e atividade antioxidante do óleo encapsulado em acetato de celulose pelo método de emulsão/evaporação utilizando diferentes emulsificantes.....	33
Tabela 4 - Dados de DSC do óleo de linhaça, do acetato de celulose, dos emulsificantes, das misturas físicas do acetato de celulose e dos emulsificantes e das partículas com óleo de linhaça e com os diferentes emulsificantes	37
Tabela 5 - Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (mg malonaldeído.kg ⁻¹) no óleo e nas partículas do óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose utilizando diferentes emulsificantes e por até 30 dias, a 50 °C	39
Tabela 6 - Valores referentes à cor do óleo de linhaça e das partículas do óleo e acetato de celulose com diferentes emulsificantes armazenados a 50 °C.	42

Sumário

1 Introdução	12
2 Hipótese	14
3 Objetivos	15
3.1 Objetivo geral	15
3.2 Objetivos específicos	15
4 Revisão	16
4.1 Óleo de linhaça	16
4.2 Encapsulação	18
4.3 Emulsificantes	19
4.3.1 Poli (ácido vinílico)	19
4.3.2 Caseína	20
4.3.3 Gelatina	20
4.3.4 Proteínas da ervilha	20
4.3.5 Proteínas do arroz	21
4.4 Influência do emulsificante na encapsulação	21
4.5 Encapsulação do óleo de linhaça	23
5 Material e métodos	25
5.1 Material	25
5.2 Métodos	25
5.2.1 Determinação do índice de acidez	25
5.2.2 Determinação do índice de peróxido	25
5.2.3 Determinação da atividade antioxidante	26
5.2.4 Medida da estabilidade da emulsão	26

5.2.5 Encapsulação do óleo de linhaça	27
5.2.6 Eficiência de encapsulação	27
5.2.7 Microscopia eletrônica de varredura	28
5.2.8. Calorimetria exploratória diferencial	28
5.2.9. Armazenamento do óleo de linhaça e das partículas.....	28
5.2.9.1 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico	28
5.2.9.2 Cor	29
5.2.10 Análise estatística	30
6 Resultados e discussões.....	31
6.1 Caracterização do óleo de linhaça marrom.....	31
6.2 Estabilidade da emulsão	32
6.3 Caracterização do óleo de linhaça encapsulado.....	33
6.3.1 Eficiência de encapsulação e atividade antioxidante	33
6.3.2 Microscopia eletrônica de varredura	35
6.3.3 Calorimetria exploratória diferencial.....	37
6.3.4 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico	38
6.3.5 Cor	41
7 Conclusão	44
Referências	45

1. Introdução

A linhaça (*Linum usitatissimum* L) pertence à família Linaceae e ao gênero *Linum* e é uma das oleaginosas mais importantes, sendo utilizada para alimentação e produção de fibra têxtil (SINGH; MRIDULA; REHAL; BARNWAL, 2011; YANG et al., 2021).

Há evidências que mostram que a linhaça é originária da Ásia, e que se espalhou por regiões temperadas da América do Norte, da América do Sul e da Europa, sendo atualmente o Canadá, China, EUA e Índia, os principais produtores de linhaça do mundo (AGHDAM; MOHAMMADI; GHORBANPOUR, 2016; DUBEY et al., 2020; YANG et al., 2021).

A linhaça apresenta uma quantidade de óleo de, aproximadamente, 40%, além de fibras alimentares e proteínas (SZYDŁOWSKA-CZERNIAK et al., 2020). No entanto, o teor de óleo na linhaça depende de vários fatores como cultivar, localização, condições ambientais e o método de extração (FARAG; ELIMAM; AFIFI, 2021).

Os ácidos graxos insaturados são majoritários no óleo de linhaça (87,0% - 89,9%) (YAQOOB et al., 2016), com destaque para o ácido α – linolênico (44% - 55%), seguindo pelo ácido oleico (21% - 31%) e o ácido linoleico (13,0% - 18,0%) (POUYANFAR et al., 2022; YAQOOB et al., 2016; ZHANG et al., 2011).

Estudos demonstram que o consumo do óleo de linhaça contribui na prevenção de algumas doenças, por atenuar a progressão da resistência à insulina associada à obesidade (YU et al., 2019), controlar a pressão arterial e prevenir doenças cardiovasculares (DERBALI et al., 2015).

Apesar do óleo de linhaça conter tococromanóis, como os tocoferóis e tocotrienóis, com atividade vitamínica e antioxidante (CHOO; BIRCH; DUFOUR, 2007), o óleo é muito susceptível à degradação por oxidação durante o armazenamento e aquecimento, podendo causar sabores e odores indesejáveis, perda de nutrientes e produção de compostos tóxicos, afetando a sua estabilidade e atividade antioxidante (SHARMA et al., 2019).

Em função da grande susceptibilidade à oxidação, a técnica de encapsulação vem sendo utilizada para proteger os compostos ativos do óleo de linhaça e retardar o processo oxidativo (GOMES; KUROZAWA, 2021; KLETTENHAMMER et al., 2022; PIORNOS et al., 2017).

Dentre os métodos de encapsulação, o de emulsificação/evaporação do solvente tem sido usado amplamente para preparar micro e nanopartículas. Nesse método, prepara-se inicialmente uma emulsão do tipo O/A, seguida pela remoção do solvente por meio de extração e evaporação (SOPPIMATH et al., 2001; SOUTO; SEVERINO; SANTANA, 2012).

A etapa de emulsificação, dependendo do emulsificante e da concentração, pode influenciar na estabilidade da emulsão e nas características das partículas, como na eficiência de encapsulação, no tamanho e no perfil de liberação do composto ativo (CERIMEDO et al., 2008; DIAS et al., 2017; LIU; LOW; NICKERSON, 2010; SOPPIMATH et al., 2001; SURASSMO et al., 2010; ZHU et al., 2005).

Nesse método tem-se utilizado, como material de parede, o acetato de celulose, que é um polímero neutro derivado da celulose, biodegradável, amorfo, atóxico, inodoro, estável em óleos minerais, permeável ao vapor de água e de baixo custo (CERQUEIRA et al., 2010).

Na formação de partículas utilizando acetato de celulose pelo método emulsificação/evaporação de solvente, os principais emulsificantes utilizados são Span 80, poli (álcool vinílico) (PVA) e dodecilbenzeno sulfato de sódio, dependendo do tipo de emulsão formada (IRISAPPAN; KUMAR; JAYAVEERA, 2013; CRUZ et al., 2011; SAHOO et al., 2011; SCARFATO et al., 2008; SOPPIMATH et al., 2001).

Entretanto, a utilização de emulsificantes naturais vem crescendo nos últimos anos, podendo ser uma alternativa em substituição aos emulsificantes sintéticos (KIM; WANG; SELOMULYA, 2020). Com este intuito, objetivou-se encapsular o óleo de linhaça marrom em acetato de celulose pelo método emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes.

2. Hipótese

As características das partículas de óleo de linhaça marrom encapsulado em acetato de celulose são dependentes do emulsificante utilizado.

O óleo de linhaça marrom encapsulado em acetato de celulose apresenta maior estabilidade oxidativa em relação ao óleo não encapsulado.

3. Objetivos

3.1 Objetivo geral

Encapsular o óleo de linhaça marrom (*Linum usitatissim L*) em acetato de celulose pelo método emulsificação/evaporação do solvente utilizando diferentes emulsificantes, a fim de retardar as reações oxidativas.

3.2 Objetivos específicos

- Caracterizar o óleo de linhaça marrom quanto ao índice de acidez, índice de peróxido, comportamento térmico e atividade antioxidante;
- Avaliar a estabilidade das emulsões O/A com óleo de linhaça marrom utilizando os emulsificantes poli (álcool vinílico), caseína, gelatina, proteínas da ervilha e proteínas do arroz;
- Encapsular o óleo de linhaça marrom em acetato de celulose pelo método de emulsificação/evaporação do solvente, utilizando os emulsificantes selecionados na etapa anterior;
- Avaliar as partículas obtidas quanto à eficiência de encapsulação do óleo de linhaça marrom, morfologia, comportamento térmico e atividade antioxidante;
- Avaliar a cor e a estabilidade oxidativa do óleo e das partículas armazenadas a 50 °C, durante o período de 30 dias.

4. Revisão da literatura

4.1 Óleo de linhaça

O linho (*Linum usitatissimum* L) é uma planta herbácea pertencente à família das Linaceas (Figura 1), que apresenta importante valor comercial, por fornecer fibras naturais e sementes oleaginosas denominadas de linhaça. A planta pode atingir até um metro de altura, sendo a altura um fator determinante para a produção de fibras e sementes de linho (GUO et al., 2021; SOUTO, 2009). Além da variação na altura, há diferentes tonalidades da cor da flor, tamanho da cápsula, períodos de floração e maturidade (ALEMU; ABERA, 2014; TERFA; GURMU, 2020).



Figura 1 - Sementes de linhaça (A) e flores numa planta de linho (B). Fonte: Freepik.com

Há evidência que demonstram que a linhaça é originária da Ásia e se espalhou por regiões temperadas da América do Norte, América do Sul e Europa, sendo atualmente o Canadá, China, EUA e Índia, os principais produtores de linhaça do mundo (AGHDAM; MOHAMMADI; GHORBANPOUR, 2016; DUBEY et al., 2020; YANG et al., 2021).

Existe duas variedades de linhaça para o consumo humano, a linhaça marrom e a dourada. Sua cor é determinada pela quantidade de pigmentos presentes no revestimento externo da semente, sendo influenciada por fatores genéticos e ambientais. No entanto, a composição química das linhaças marrom e dourada é semelhante (BARROSO et al., 2014; COSKUNER; KARABABA, 2007).

A linhaça apresenta uma quantidade de óleo de, aproximadamente, 40%, além de fibras alimentares e proteínas, sendo uma fonte rica de ácidos graxos poli-insaturados, fitosteróis, fosfolipídios e vitaminas (DRINIĆ et al., 2019; SZYDŁOWSKA-CZERNIAK et al., 2020).

O óleo de linhaça é rico em ácidos graxos poli-insaturados (87,0% - 89,9%) (YAQOOB et al., 2016), com destaque para o ácido α – linolênico (44% - 55%), seguido pelo ácido oleico (21% - 31%) e pelo ácido linoleico (13,0% - 18,0%) (POUYANFAR et al., 2022; YAQOOB et al., 2016; ZHANG et al., 2011).

A linhaça se tornou muita atrativa para a indústria de alimentos em virtude de apresentar um alto teor de ácidos graxos essenciais (GOMES; KUROZAWA, 2020; GOYAL et al., 2015) e também por propiciar benefícios à saúde, por atenuar a progressão da resistência à insulina, associada à obesidade (YU et al., 2019), controlar a pressão arterial e prevenir doenças cardiovasculares (DERBALI et al., 2015).

Os ácidos graxos essenciais são constituídos, principalmente, de ácidos graxos insaturados, ou seja, possuem pelo menos uma insaturação na molécula. Os ácidos graxos poli-insaturados (PUFA), classificados como ácido α -linolênico (ALA ω -3, n-3), ácido eicosapentaenoico (EPA ω -3) e ácido docosaexaenoico (DHA - ω -3) possuem grande importância por serem considerados essenciais, já que não são sintetizados pelo organismo humano (KAUSHIK et al., 2015; RODRIGUEZ et al., 2016; SULTANA et al., 2022).

O ALA é um precursor dos ácidos graxos poli-insaturados, de cadeia longa do tipo ômega 3, pois é o antecessor metabólico a partir do qual os ácidos graxos poli-insaturados, de cadeia longa ω -3, são sintetizados, ou seja, originando os ácidos graxos eicosapentaenóico (EPA) e docosahexaenóico (DHA) (YANG et al., 2021).

Enriquecer os alimentos com ácidos graxos ω -3 é uma estratégia para melhorar o perfil nutricional dos alimentos. No entanto, a natureza hidrofóbica, bem como a alta suscetibilidade à degradação oxidativa tornam desafiadora a incorporação de ácidos graxos ω -3 nos produtos alimentícios (CHAN; KWOK, 2011; MATALANIS; DECKER; MCCLEMENTS, 2012).

O óleo de linhaça é altamente suscetível à degradação oxidativa, devido à presença de grande quantidade de ligações duplas nas cadeias principais das moléculas de ácidos graxos. Esse processo de oxidação é acelerado devido a presença de oxigênio, da luz, do calor, de metais, dentre outros fatores, e é mantido

através da geração de radicais livres durante a reação em cadeia. Como produtos da reação de oxidação, peróxidos e posteriormente aldeídos de baixo peso molecular são produzidos, que estão relacionados com o sabor característico de óleos oxidados e com a presença de produtos tóxicos (FARAG; ELIMAM; AFIFI, 2021; FONSECA; YOSHIDA, 2009; PIORNOS et al., 2017).

4.2 Encapsulação

A encapsulação pode ser definida como um processo pelo qual uma substância (núcleo) é aprisionada em outra substância (material de parede) (ALIPOUR et al., 2019). Com isso, a técnica é utilizada para proteger o núcleo, reduzindo os efeitos ambientais, como o calor, o oxigênio e a luz, o que evita a degradação de compostos sensíveis, mascara características sensoriais indesejadas, além de permitir a liberação controlada do composto durante o processo de digestão (ANDRADE et al., 2020; RADUNZ et al., 2020).

Existem diversos métodos de encapsulação, dentre eles o de emulsificação/evaporação por solvente, em que há o preparo de uma emulsão O/A originando micro e nano partículas. Inicialmente, prepara-se uma fase orgânica, constituída por um solvente orgânico apolar no qual é dissolvido o polímero e incluído o princípio ativo por dissolução ou dispersão. Também se prepara uma fase aquosa, que contém um tensoativo do tipo O/A, como, por exemplo, o poli (acetato de vinila). Submete-se à emulsificação por agitação de ambas as fases, seguindo-se à exposição da emulsão recém-preparada a uma fonte de energia elevada, como, por exemplo, os ultrassons ou a homogeneização a alta pressão. A agitação da emulsão é a etapa determinante para a obtenção das partículas e deve ser realizada antes da precipitação do polímero, de modo a serem obtidas gotículas de fase interna de dimensões coloidais. Por fim, promove-se a remoção do solvente orgânico, ocorrendo a precipitação do polímero na fase externa aquosa com a consequente formação das partículas (SOUTO; SEVERINO; SANTANA, 2012).

A escolha do método de encapsulação depende especialmente do material do núcleo e das características do produto final, onde as partículas serão aplicadas, já a escolha do material de parede influencia nas propriedades da substância encapsulada (núcleo), especialmente na eficiência da encapsulação (DIAS et al., 2017).

Um dos polímeros mais utilizados na encapsulação por emulsificação/evaporação por solvente, são os ésteres de celulose (CRUZ et al., 2011; SAHOO et al., 2011; SOPPIMATH et al., 2001). Esses polímeros têm um papel importante por apresentarem propriedades como baixa toxicidade, boa estabilidade, elevada permeação à água, elevada temperatura de transição vítrea (T_g), compatibilidade com uma série de agentes ativos e habilidade para a formação de micro e nanopartículas (CRUZ et al., 2011). Entre os ésteres de celulose, o acetato de celulose é um polímero neutro, que tem um grande apelo comercial por ser produzido facilmente e a partir de reações de acetilação da celulose, nas quais ocorre a substituição dos grupos hidroxila das unidades de glicose por grupos acetila (Figura 2) (CERQUEIRA et al., 2010). Uma das vantagens do uso do acetato de celulose para encapsular óleos, é seu caráter atóxico e biodegradável (LIAKOS et al., 2018).

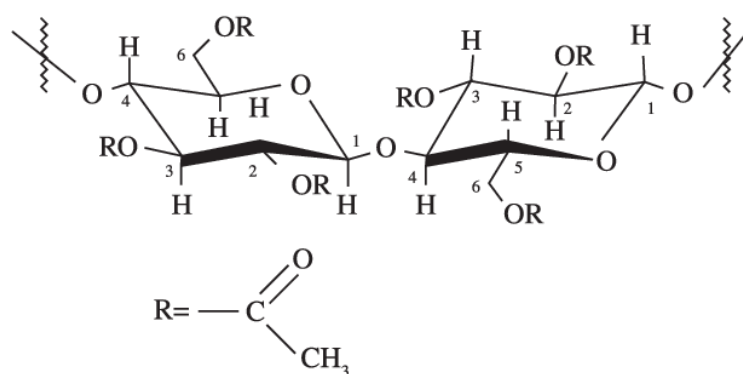


Figura 2 - Estrutura química do acetato de celulose.
Fonte: Cerqueira et al., 2010.

4.3 Emulsificantes

4.3.1 Poli (álcool vinílico)

O poli (álcool vinílico) ou PVA (C_2H_4O), é um emulsificante sintético, não iônico, produzido a partir do poli (acetato de vinila), é facilmente solubilizado em água e em solventes altamente polares e hidrofílicos, atóxico e de boa biodegradabilidade e biocompatibilidade. Suas propriedades dependem do grau de polimerização e do grau de hidrólise (ASADPOUR et al., 2022; UDONO et al., 2008; YE et al., 2016).

O PVA tem sido utilizado como emulsificante em estudos de encapsulação de óleo essencial de babchi (WADHWA et al., 2019) e óleo essencial de cabreuva (LAMARRA et al., 2020).

4.3.2 Caseína

A caseína é uma proteína derivada do leite bovino, formada pelas frações α_{s1} , α_{s2} , β e κ -caseínas. É anfifílica e com estrutura flexível, visto que sofre rapidamente alteração da conformação, em que os grupos hidrofílicos se projetam para a água e os grupos hidrofóbicos para o óleo (OZTURK; MCCLEMENTS, 2016).

A utilização da caseína como emulsificante e estabilizante está relacionada à sua natureza química e à sua conformação na interface, e depende de seu estado de agregação (LAZZARO et al., 2017).

A caseína foi avaliada como material de parede e emulsificante na encapsulação de óleo essencial de tomilho (RADUNZ et al., 2020).

4.3.3 Gelatina

A gelatina é uma proteína de origem animal, obtida da hidrólise do colágeno de ossos e peles, principalmente de suínos e bovinos, solúvel em água e atóxica (BASTOS et al., 2020). Essa proteína é amplamente utilizada em virtude de suas propriedades funcionais, por atuar como emulsificante e na formação de gel, além disso, é biocompatível e biodegradável (FENG et al., 2022; ZHANG et al., 2020).

A gelatina tem sido utilizada como emulsificante em estudos de encapsulação de óleo de linhaça (MOHSENI; GOLI, 2019) e de óleo essencial de orégano (HERNÁNDEZ-NAVA et al., 2020).

4.3.4 Proteínas da ervilha

O teor de proteína da ervilha varia entre 20% e 30%, sendo composta por globulinas (65 a 80%) e albuminas (10 a 20%), tendo caráter anfifílico e sendo utilizadas como emulsificantes (KARACA; LOW; NICKERSON, 2011; GARCIA ARTEAGA et al., 2020; ZHANG et al., 2022).

As proteínas da ervilha têm sido utilizadas exclusivamente como emulsificante, como na encapsulação de óleo essencial de laranja, no estudo de Francisco et al. (2020); assim como, atuando como material de parede e como emulsificante, como no estudo de Priol et al. (2021), na encapsulação de óleo de linhaça e de girassol.

4.3.5 Proteínas do arroz

O arroz contém cerca de 6% a 8% de proteínas, destas 75% são de glutelina, 15% globulina, 6% de albumina e 3% prolamina. As proteínas do arroz são hipoalérgicas e hipocolesterolêmicas e têm sido utilizadas como emulsificantes e como espumantes (LIU et al., 2022; OSBORNE, 1924; ROMERO et al., 2012).

As proteínas do arroz têm sido utilizadas na encapsulação de óleo de peixe (DAMERAU et al., 2022) e de óleo de linhaça (GOMES; KUROSZAWA, 2020), atuando como emulsificante e como material de parede.

4.4 Influência do emulsificante na encapsulação

A escolha do emulsionante influencia na estabilidade da emulsão e, conseqüentemente, nas características das partículas (CERIMEDO et al., 2008).

Soppimath et al. (2001) avaliaram a influência de diferentes concentrações de poli (álcool vinílico) (PVA) na encapsulação de ibuprofeno, utilizando acetato de celulose pelo método de emulsificação e evaporação do solvente. De acordo com os resultados, o aumento na concentração do emulsificante ocasionou o aumento do diâmetro das partículas quando utilizado somente o diclorometano como solvente. Quando utilizado diclorometano e acetona, o aumento na concentração de PVA de 0,5 a 1% inferiu na redução do tamanho das partículas; porém, quando utilizado de 1 a 2%, ocorreu um aumento do diâmetro. Em relação ao perfil de liberação, observou-se que a menor concentração de PVA esteve associada com o aumento da liberação *in vitro* do ibuprofeno.

A influência de diferentes emulsificantes utilizados na encapsulação de insulina em partículas de poli (álcool vinílico) (PVA) pelo método de emulsificação e evaporação do solvente, foi investigada por Zhu et al. (2005). O tamanho das partículas aumentou com a utilização de emulsificantes com valores mais elevados de

BHL (balanço hidrofílico-lipofílico) de 169 nm com a utilização de Span 80/Tween 80 a 253 nm com Span 20/Tween 20.

Ésteres de sacarose e caseinato de sódio foram avaliados como emulsificantes na encapsulação de uma mistura de baixo teor de gordura trans formulada com alto teor de óleo de semente de girassol e uma fração de alto ponto de fusão da gordura do leite em trealose, obtidos por liofilização (CEREMIDO et al., 2008). Com a utilização do caseinato de sódio obteve-se maior eficiência de encapsulação e as partículas apresentaram diâmetro médio 0,52 µm por até 2 meses de armazenamento, porém, em seguida houve aumento. Para as partículas adicionadas de ésteres de sacarose e caseinato de sódio, obteve-se 100 µm de diâmetro com posterior redução, possivelmente em função da quebra das partículas (CEREMIDO et al., 2008).

Surassmo et al. (2010) avaliaram a encapsulação de oleorresina de *Capsium* utilizando poli (ε-caprolactona) pelo método de emulsão difusão, utilizando diferentes concentrações do emulsificante Poloxamer 188. Com a utilização de alta concentração do emulsificante (5%) obteve-se altas porcentagens de eficiência de encapsulação, redução do tamanho das partículas e perfil de liberação mais lento, quando comparado com o uso de concentrações menores do emulsificante.

No estudo realizado por Liu et al. (2010) foram avaliados diferentes emulsificantes na encapsulação de paclitaxel utilizando poli (ácido láctico-co-ácido glicólico) (PLGA) pelo método evaporação/extração do solvente. A utilização do 2-dilauril fosfatidilocolina demonstrou vantagens em relação ao poli (álcool vinílico) (PVA), pela obtenção de maior eficiência de emulsificação, de captura celular, além de menor tamanho.

Proteínas de soja e de ervilha foram avaliadas como emulsificantes no processo de encapsulação de óleo essencial de laranja por *spray-drying* (FRANCISCO et al., 2020). Ambas proteínas reduziram a tensão interfacial entre o óleo essencial e a água, produzindo emulsões O/A; entretanto, a baixa solubilidade em água e a menor taxa de adsorção na interface óleo-água do concentrado proteico de ervilha resultou em emulsões com menor estabilidade física. Com a utilização da proteína isolada de soja obteve-se partículas com maior retenção do óleo essencial. Entretanto, os diferentes emulsificantes não influenciaram nas propriedades físico-químicas e na morfologia das partículas.

4.5 Encapsulação do óleo de linhaça

O óleo de linhaça é susceptível a degradação, por isso faz-se necessário o emprego de técnicas para ampliar a vida útil. Dentre essas técnicas a de encapsulação vem apresentando resultados promissores.

A encapsulação do óleo de linhaça por atomização, usando diferentes materiais de parede (goma arábica, maltodextrina, metil celulose e proteínas isoladas do soro do leite) e lecitina como emulsificante, foi avaliado por Gallardo et al. (2013). A utilização de 100% de goma arábica e a mistura desta goma com maltodextrina e as proteínas do soro do leite, propiciaram a obtenção de eficiência de encapsulação superior a 90%, de partículas esféricas com superfícies lisas e a proteção do óleo contra a oxidação.

Piornos et al. (2017) encapsularam o óleo de linhaça através da técnica de gelificação ionotrópica, utilizando alginato e proteína de tremçoço como emulsificante. De acordo com os resultados, com a formulação otimizada das partículas macroscópicas obteve-se eficiência de encapsulação de 98,30%, formato esférico e tamanho de 1,8 mm, com maior liberação do óleo nas condições gástricas. A estabilidade térmica do óleo encapsulado foi superior a do óleo livre.

O óleo de linhaça foi encapsulado no estudo de Mohseni e Goli (2019), através da técnica de coacervação complexa, utilizando um complexo terciário de ácido tânico oxidado, gelatina e mucilagem de linhaça, que possibilitou uma eficiência de encapsulação superior a 90%, proteção do óleo e também uma liberação controlada.

A coacervação complexa também foi utilizada na encapsulação do óleo de linhaça utilizando isolado proteico de linhaça aduzidos com polifenóis (linhaça ou hidroxitirosol) e mucilagem de linhaça por Pham et al. (2020). Todas as micropartículas apresentaram formato irregular com superfície enrugada. As micropartículas obtidas utilizando o hidroxitirosol apresentaram menor teor de óleo na superfície e maior eficiência de encapsulação (95,4%). Por outro lado, as micropartículas obtidas com polifenóis oriundos da linhaça apresentaram maior estabilidade contra a oxidação.

No trabalho de Gomes e Kurozawa (2020), o óleo de linhaça foi encapsulado por atomização utilizando maltodextrina, proteína isolada de arroz ou hidrolisados de proteína de arroz obtidos por diferentes enzimas. Os resultados demonstraram que as emulsões estabilizadas pelo hidrolisado proteico obtido pela Flavourzyme

apresentaram menores gotículas de óleo e foram mais estáveis que o hidrolisado de proteína obtido com a Alcalase e o isolado de proteína de arroz, resultando em alta eficiência de encapsulação (89,5%) para o maior grau de hidrólise. Em contraste, micropartículas contendo o hidrolisado proteico obtido pela Alcalase, reduziu a oxidação lipídica do óleo de linhaça durante o armazenamento, devido à maior capacidade antioxidante do hidrolisado de proteína.

5. Material e métodos

5.1 Material

O óleo de linhaça (Pazze, Panambi, Brasil) foi adquirido no comércio local da cidade de São Lourenço do Sul/RS e armazenado sob refrigeração a 4 °C.

Como material de parede foi empregado o acetato de celulose (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA) e os emulsificantes poli (álcool vinílico) - PVA (Dinâmica química, São Paulo, Brasil), caseína (Dinâmica química, São Paulo, Brasil), proteína de ervilha (Growth Supplements, Santa Catarina, BRA), proteína de arroz (Growth Supplements, Santa Catarina, BRA) e gelatina (Dinâmica química, São Paulo, BRA).

A determinação da atividade antioxidante foi executada com 2,2'-azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico) (ABTS••) (Sigma-Aldrich, St Louis, EUA). O restante dos reagentes foram de grau PA.

5.2 Métodos

5.2.1 Determinação do índice acidez

Uma amostra do óleo de linhaça, em torno de 2 g, foi pesada em erlenmeyer de 125 mL, e adicionada de 15 mL de solução de éter etílico:álcool etílico 2:1 (v/v), sob agitação. Após, a solução foi titulada com hidróxido de potássio 0,1 mol.L⁻¹, utilizando como indicador a fenolftaleína 1% (AOCS, 1992). O índice de acidez foi avaliado em triplicata e os resultados expressos em mg de KOH.g⁻¹, conforme Equação 1.

$$\text{Índice de acidez} = \frac{Vg \times Fc \times 56,1}{\text{Massa da amostra}} \quad (\text{eq.1})$$

Em que:

Vg = volume do hidróxido de potássio 0,1 mol.L⁻¹.

Fc = fator de correção da solução de KOH 0,01 mol.L⁻¹.

5.2.2 Determinação do índice de peróxido

A determinação do índice de peróxido seguiu a metodologia da AOCS (1992). Para isso, 5 g de amostra foi pesada em erlenmeyer de 250 mL, sendo adicionado 30

mL de solução de ácido acético:clorofórmio 3:2 (v:v), e na sequência adicionou-se 0,5 mL de solução saturada de iodeto de potássio, permanecendo em repouso por 1 min e ao abrigo da luz. Em seguida, 30 mL de água destilada foi adicionada e titulou-se com tiossulfato de sódio 0,01 mol.L⁻¹ na presença de solução de amido 1% como indicador. O índice de peróxido foi avaliado em triplicata e os resultados expressos em mEq O₂.kg⁻¹ de óleo, através da Equação 2:

$$\text{Índice de peróxido} = \frac{(Vg \text{ amostra} - Vg \text{ branco}) \times N \times Fc \times 1000}{\text{Massa da amostra}} \quad (\text{eq.2})$$

Em que:

Vg = volume da solução de tiossulfato de sódio a 0,01 mol.L⁻¹;

Vg branco = titulação executada com todos os reagentes e soluções, exceto a amostra;

Fc = fator de correção da solução de tiossulfato de sódio 0,01 mol.L⁻¹;

N = concentração da solução de tiossulfato de sódio.

5.2.3 Determinação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante, através da captura do radical livre 2,2'-azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico) (ABTS•+), foi determinada de acordo com o método descrito por Rufino et al. (2007). Para isso, em 0,03 g do óleo de linhaça ou 0,1 g das partículas (submetidas, previamente, ao procedimento para ruptura e liberação do óleo, conforme item 5.3.6) foram adicionados de 3 mL do radical ABTS, sendo homogeneizado e, após 6 min de reação, foi realizada a leitura da absorbância em espectrofotômetro a 735 nm (AAKER, Brasil). A atividade antioxidante foi avaliada em triplicata e os resultados foram expressos em percentual de inibição.

5.2.4 Medida da estabilidade da emulsão

A emulsão O/A foi preparada utilizando 0,25 g do acetato de celulose e 0,25 g do óleo de linhaça dissolvidos em 12,5 mL de diclorometano. A mistura resultante foi adicionada em 37,5 mL de água contendo 2,5% (p/v) de emulsificante (PVA, caseína, proteína de ervilha, proteína de arroz ou gelatina). A emulsão foi formada em homogeneizador (Ultra-Turrax T18, IKA, Alemanha) a 12.000 rpm por 10 min.

Imediatamente, após o preparo da emulsão, 25 mL de cada amostra foi transferida para provetas graduadas, seladas, sendo estocadas a 25 °C e 50 °C por 24 h (CARNEIRO et al., 2013). A estabilidade da emulsão foi avaliada em triplicata e calculada em porcentagem, conforme Equação 3.

$$\text{Separação (\%)} = \frac{\text{Altura da fase superior}}{\text{Altura inicial da emulsão}} \times 100 \quad (\text{eq.3})$$

5.2.5 Encapsulação do óleo de linhaça

O óleo de linhaça foi encapsulado em acetato de celulose pelo método emulsificação/evaporação do solvente, de acordo com a metodologia modificada de Soppimath et al. (2001). Para isso, 0,25 g do acetato de celulose e 0,25 g do óleo de linhaça foram dissolvidos em 12,5 mL de diclorometano. A mistura resultante foi adicionada em 37,5 mL de água contendo 2,5% (p/v) de emulsificante (PVA, caseína ou gelatina). A emulsão foi formada em homogeneizador (Ultra-Turrax T18, IKA, Alemanha) a 12.000 rpm por 10 min. Após a emulsão ficou sob agitação magnética por 3 h e em repouso por 24 h para a evaporação do solvente. As partículas obtidas foram filtradas em papel filtro Whatman nº 1 e secas em estufa a 40 °C.

5.2.6 Eficiência de encapsulação

Na determinação da eficiência de encapsulação, 100 mg das partículas foram adicionadas de 5 mL hexano, após foram submetidas a sonicação (Unique, 1400A, Brasil) por 10 minutos e permaneceram 24 h sob agitação em homogeneizador de soluções (Phoenix, AP 22, Brasil) para que houvesse a ruptura e liberação do óleo. Após, o material de parede insolúvel foi separado por centrifugação a 2325 g por 20 min (DAIKI, 80-2B-DM Brasil). O sobrenadante foi coletado e o teor de óleo mensurado em espectrofotômetro (JENWAY, 6705 UV/Vis, Espanha) a 532 nm. A quantificação foi realizada a partir de uma curva padrão de óleo de linhaça nas concentrações de 0,2 a 8,0 mg.mL⁻¹ ($y = 7,3637x + 0,0479$, $R^2 = 0,9993$). A eficiência de encapsulação (%) foi realizada em triplicata e os resultados calculados usando a Equação 4.

$$\text{Eficiência de encapsulação (\%)} = \frac{\text{Conteúdo total de óleo na partícula}}{\text{Conteúdo de óleo inicial}} \times 100 \quad (\text{eq.4})$$

5.2.7 Microscopia eletrônica de varredura

A morfologia das partículas foi determinada em microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM-6060 LV, Japão), com fixação das amostras em suporte metálico com fita dupla-face de carbono e recobertas com uma fina camada de ouro. A visualização foi realizada com ampliação de 700 e 1500 X e voltagem de excitação de 15 kV, conforme Rutz et al. (2016).

5.2.8 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

O comportamento térmico do óleo de linhaça, do acetato de celulose, dos emulsificantes, da mistura física do acetato de celulose e dos emulsificantes e das partículas com óleo de linhaça, foi investigado usando a Calorimetria exploratória diferencial, DSC 60 (TA Instruments, EUA). O equipamento foi previamente calibrado de acordo com as especificações do fabricante e verificado com padrão de índio (99,99 % de pureza, ponto de fusão de 156,6 °C e variação de entalpia de $\Delta H=28,56$ J/g). Para a análise, foram pesadas aproximadamente 5 mg das amostras acondicionadas em células herméticas de alumínio (Shimadzu), as quais foram seladas para posterior análise. As análises foram realizadas sob atmosfera de nitrogênio com vazão de 50 mL/min, temperatura inicial de 30 °C e taxa de aquecimento de 10 °C/min até alcançar temperatura final de 330 °C. Para a aquisição dos dados, a temperatura inicial “onset” (T_{p0}), a temperatura de pico (T_{pn}), a variação de temperatura (ΔT_n) e a variação de entalpia (ΔH_n), foi utilizado o programa TA-60WS versão 2.20 (Shimadzu Corporation).

5.2.9 Armazenamento do óleo de linhaça e das partículas

Amostras do óleo de linhaça e das partículas do óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose utilizando os diferentes emulsificantes (caseína, gelatina e

PVA), foram estocadas a $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, em estufa sem circulação de ar (Solid steel modelo SSE, Brasil).

Para estes testes foram adicionados 0,22 g de cada amostra em frascos de vidros com tampas, perfazendo 3 frascos de cada amostra para cada um dos períodos de análise.

As amostras foram retiradas em triplicata ao atingir os $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (tempo zero), e aos 15 dias e 30 dias de armazenamento, para a realização das análises de cor e de TBARS.

5.2.9.1 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS)

Os compostos secundários da oxidação foram determinados de acordo com Di Giorgio et al. (2019), com algumas modificações. Para isso, 0,22 g de amostra (partícula ou óleo) foram homogeneizadas com 1,80 mL de ácido tricloroacético 5% (p/v) e, após 30 min, foram centrifugadas a 10000 g por 10 min a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Vetec química fina, Brasil). Ao sobrenadante (0,5 mL) foi adicionado 0,5 mL de solução de ácido tiobarbitúrico 0,5% (p/v), sendo a mistura incubada por 30 min a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Após a absorvância, foi determinada em espectrofotômetro (Spectra Max, 190, EUA), a 535 nm. A quantificação foi feita a partir de uma curva padrão de 1,1,3,3-tetrametoxipropano nas concentrações de 0,05 a 40,00 mg.kg^{-1} ($y = 0,0349x + 0,1083$, $R^2 = 0,9911$). A avaliação das substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS) foram avaliadas em triplicata e os resultados foram expressos em $\text{mg malonaldeído.kg}^{-1}$.

5.2.9.2 Cor

A cor do óleo e das partículas foi determinada em 0, 15 e 30 dias em triplicata. Para isso, foi utilizado um colorímetro (Minolta CR 400, Japão). No padrão $C.I.E\ L^*a^*b^*$, onde a coordenada L^* expressa o grau de luminosidade da cor medida ($L^* = 100 = \text{branco}$; $L^* = 0 = \text{preto}$), a coordenada a^* expressa o grau de variação entre o vermelho (+60) e o verde (-60) e a coordenada b^* expressa o grau de variação entre o azul (-60) e o amarelo (+60).

5.2.10 Análise estatística

Os resultados da eficiência de encapsulação, da atividade antioxidante, das substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico e da cor foram expressos através das médias e desvio padrão, referentes às determinações realizadas em triplicata por meio de análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ($p < 0,05$), utilizando o programa Statistix 10.

6. Resultados e discussões

6.1 Caracterização do óleo de linhaça marrom

De acordo com a Tabela 1, o óleo de linhaça marrom apresentou índice de acidez e índice de peróxido condizentes com os valores preconizados na legislação brasileira (BRASIL, 2021) e pelo *Codex Alimentarius* (2021), que mencionam valores máximos permitidos para óleos prensados a frio, 4,0 mg KOH.g⁻¹ e 15 meq.kg⁻¹, respectivamente.

A análise do índice de acidez indica a presença de ácidos graxos livres no óleo, referente a rancidez hidrolítica (DRINIC et al., 2019). Barroso et al. (2014) e Radunz et al. (2018) observaram valores de índice de acidez do óleo de linhaça de 1,41 mg KOH.g⁻¹ e 0,9 mg KOH.g⁻¹, respectivamente, valores inferiores ao observado neste estudo, possivelmente devido as condições diferenciadas de processamento ou armazenamento. O índice de acidez de 3,02 mg KOH.g⁻¹ indica que o óleo de linhaça apresentou início de hidrólise dos triacilgliceróis, mas ainda em valores inferiores dos parâmetros estipulados pela legislação vigente.

Tabela 1 - Parâmetros de qualidade do óleo de linhaça marrom.

Parâmetros avaliados	Valores
Índice de acidez (mg KOH.g ⁻¹)	3,02 ± 0,38
Índice de peróxido (mEq-g O ₂ .kg ⁻¹)	1,67 ± 0,04
Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (mg.kg ⁻¹)	0,48±0,09
Atividade antioxidante (% de inibição)	97,00±2,82

Media ± desvio padrão.

O índice de peróxidos é um indicador do estágio inicial da oxidação lipídica, o qual está relacionado a formação dos peróxidos, compostos iniciais ou primários, que são formados no processo de oxidação lipídica (RADUNZ et al., 2018). A determinação das substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS) é um método utilizado para quantificar os compostos que são formados a partir da decomposição dos peróxidos, e por isso são considerados produtos secundários das reações oxidativas, as quais originam vários compostos, como o malonaldeído (DRINIC et al., 2019). Tanto o índice de peróxidos (1,67 mEq-g O₂.kg⁻¹) quanto TBARS (0,48 mg.kg⁻¹) indicam que o óleo de linhaça avaliado no estudo sofreu apenas uma pequena

oxidação lipídica, mas que já foi suficiente para produzir uma pequena quantidade de compostos secundários da oxidação lipídica.

Mohseni e Goli (2019) observaram valor aproximado para o índice de peróxido do óleo de linhaça ($1,8 \text{ meq O}_2.\text{kg}^{-1}$) e inferior para o TBARS ($0,12 \text{ mg.kg}^{-1}$), em relação aos valores obtidos no presente estudo.

O óleo de linhaça marrom apresentou altos valores de atividade antioxidante (97%), o que provavelmente está relacionado com o alto teor de tocoferóis presentes nas sementes de linhaça, principalmente do α – tocoferol, como descrito por Cupersmid et al. (2012). Suri et al. (2020) relataram valor inferior de atividade antioxidante do óleo de linhaça pelo método DPPH, de 56,55%. No entanto, muitos fatores estão relacionados com o conteúdo de tocoferóis no óleo de linhaça, incluindo o local do cultivo, o processo de extração e das condições de armazenamento, o que poderia estar diretamente associado com sua atividade antioxidante.

6.2 Estabilidade da emulsão

Através de observações visuais, não foi constatado a ocorrência da separação do óleo nas emulsões armazenadas a 20 °C (dados não demonstrados). Em função disto, a fim de auxiliar na seleção dos emulsificantes procedeu-se ao armazenamento das emulsões a 50 °C. Nessa temperatura pode-se que o comportamento da emulsão foi dependente tanto do tipo de emulsificante quanto de sua concentração (Tabela 2).

Tabela 2 - Estabilidade da emulsão do óleo de linhaça com diferentes emulsificantes a 50°C por 24 h.

Emulsificante	Separação (%)		
	1%	2,5%	5%
PVA	35,92±2,23	NS	P
Caseína	NS	NS	NS
Gelatina	22,09±8,14	NS	19,18±8,19
Proteína de ervilha	35,91±2,24	43,05±0,27	55,41 ± 1,06
Proteína de arroz	15,77±2,68	31,55±1,41	42,37±9,75

Valores médios±desvio padrão. Não separou (NS). Precipitação (P)

Não foi observado a separação do óleo com a utilização da caseína, independente da concentração deste emulsificante. Nas demais emulsões observou-se a separação com a utilização do PVA (1%), da gelatina (1 e 5%), da proteína de ervilha (1, 2,5 e 5%) e da proteína do arroz (1, 2,5 e 5%). Com a utilização do PVA

não houve separação do óleo, entretanto observou-se uma precipitação quando este emulsificante foi utilizado na concentração de 5%.

A concentração do emulsificante desempenha um papel importante na estabilização da emulsão. É necessário haver emulsificante suficiente para cobrir as gotículas de óleo e formar um filme interfacial estável. Entretanto, em excesso pode promover a desestabilização da emulsão (ZAINOL et al.; 2012; BURGER; ZHANG, 2019).

Possivelmente, o comportamento observado quando utilizado as proteínas de ervilha e de arroz seja decorrente da menor solubilidade destas proteínas em água, devido a maior concentração de globulina e glutelina, respectivamente (KIM; WANG; SELOMULYA, 2020).

Em função desses resultados, a caseína e a gelatina foram selecionadas para serem avaliadas como emulsificantes na sequência do estudo, na concentração de 2,5%, para comparação com o PVA, que é um dos emulsificantes sintéticos mais utilizados na encapsulação de diferentes compostos pelo método emulsão/evaporação.

6.3 Caracterização do óleo de linhaça encapsulado

6.3.1 Eficiência de encapsulação e atividade antioxidante

De acordo com a Tabela 3, a eficiência de encapsulação do óleo de linhaça nas partículas de acetato de celulose foi influenciada pelo tipo de emulsificante utilizado. Houve diferença significativa entre os valores de eficiência de encapsulação ($p \leq 0,05$), sendo obtido os maiores valores com a utilização da gelatina como emulsificante, seguido da caseína e do PVA.

Tabela 3 - Eficiência de encapsulação e atividade antioxidante do óleo encapsulado em acetato de celulose pelo método de emulsão/evaporação utilizando diferentes emulsificantes

Amostra	Eficiência de Encapsulação (%)	Atividade antioxidante (% de inibição)
Emulsificante caseína*	71,03 $\pm$ 2,71 ^b	14,70 $\pm$ 0,2 ^b
Emulsificante gelatina*	98,98 $\pm$ 0,46 ^a	17,46 $\pm$ 0,3 ^a
Emulsificante PVA*	44,66 $\pm$ 2,42 ^c	14,96 $\pm$ 0,1 ^b

*Partícula de óleo de linhaça encapsulada em acetato de celulose. Médias acompanhadas pela mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p \geq 0,05$). Média de três repetições $\pm$ desvio padrão.

Segundo dados da literatura, a eficiência de encapsulação do óleo de linhaça tem sido variável em função do material de parede, tipo de emulsificante e método de encapsulação utilizados, com variação da eficiência de 25 a 97,1% (CARNEIO et al., 2013; GALLARDO et al., 2013; GOMES; KUROSZAWA, 2020; MOHSENI; GOLI, 2019; PHAM et al., 2020; KLETTENHAMMER et al., 2022).

Liu et al. (2010) e Saadati e Dadashzadeh (2014), também observaram baixos valores de eficiência de encapsulação de paclitaxel em poli (ácido láctico-co-ácido glicólico) pelo método evaporação/extração do solvente (15,05% a 56,1%) e de etoposito em poli (ácido láctico-co-ácido glicólico)- peguado (PLGA-PEG) pelo método de emulsão/evaporação do solvente (45,67% a 60,09%), respectivamente, ao utilizarem PVA como emulsificante. Desta forma, a substituição do PVA por proteínas emulsificantes se mostra promissora em termos de eficiência de encapsulação.

Altos valores de eficiência de encapsulação de óleo têm sido observados quando utilizado a gelatina e a caseína. No trabalho de Mohseni e Goli (2019) ao encapsularem óleo de linhaça pela formação de conjugados ternários utilizando mucilagem de linhaça, ácido tânico e gelatina, obtiveram uma eficiência de encapsulação de 90%. Liu et al. (2010) observaram uma eficiência de encapsulação de 84%, ao encapsularem óleo de linhaça, utilizando goma arábica e gelatina por coacervação complexa. Radunz et al. (2020) obtiveram 88,9% de eficiência de encapsulação ao encapsularem o óleo essencial de tomilho por atomização, utilizando caseína e maltodextrina.

As partículas apresentaram baixos valores de atividade antioxidante, entretanto com a utilização da gelatina como emulsificante, os valores foram significativamente superiores aos valores quando foi utilizado PVA e caseína.

No estudo realizado por Yu et al. (2019), valores semelhantes de atividade antioxidante medida por DPPH foram obtidos com a encapsulação do óleo de linhaça em uma matriz composta de monoestearato de glicerila, poliglicerol monoestearato, polissorbato 80 e 1,1-propilenoglicol. Entretanto, a atividade antioxidante do óleo aumentou pela adição de quercitina.

6.3.2 Microscopia eletrônica de varredura

Pode-se observar que o emulsificante influenciou nas características morfológicas das partículas de óleo de linhaça revestidas com acetato de celulose. A utilização da caseína como emulsificante proporcionou a formação em maior proporção de partículas irregulares com a presença de depressões (Figura 3 A e B). Por outro lado, a maioria das partículas obtidas com o uso da gelatina apresentou superfície esférica e com depressões (Figura 3 C e D). Com a utilização do PVA obteve-se partículas esféricas de superfície lisa (Figura 3 E e F), entretanto com maior agregação. As partículas não apresentaram rachaduras aparentes o que proporciona o aumento da proteção e retenção do material ativo (CARNEIRO et al., 2013). Independente do emulsificante utilizado houve a formação de partículas de distintos tamanhos.

O PVA tem sido extensamente utilizado como emulsificante, pois gera partículas relativamente uniformes, pequenas e fáceis de redispersar em meio aquoso (SAHOO et al., 2002; SAADATI; DADASHZADEH, 2014). Entretanto, os agregados observados podem estar relacionados com a concentração do emulsificante (FENG; HUANG, 2001).

Pham et al. (2020) ao encapsularem o óleo de linhaça utilizando a mucilagem da linhaça e isolado proteico de linhaça aduzidos com polifenóis por coacervação complexa observaram partículas irregulares com superfície enrugada.

Estudos de encapsulação de diferentes compostos que utilizaram a gelatina, demonstraram a formação de partículas irregulares, devido ao método de secagem por liofilização (SILVA et al., 2023; OLIVEIRA et al., 2022; MOHSENI; GOLI, 2019). Por outro lado, estudos com a utilização de caseína na encapsulação de diferentes compostos por atomização, demonstraram a formação de partículas esféricas (LI et al., 2015; VAUCHER et al., 2019; RADUNZ et al., 2020). Assim, observa-se que o método de encapsulação também exerce influência sobre a morfologia das partículas.

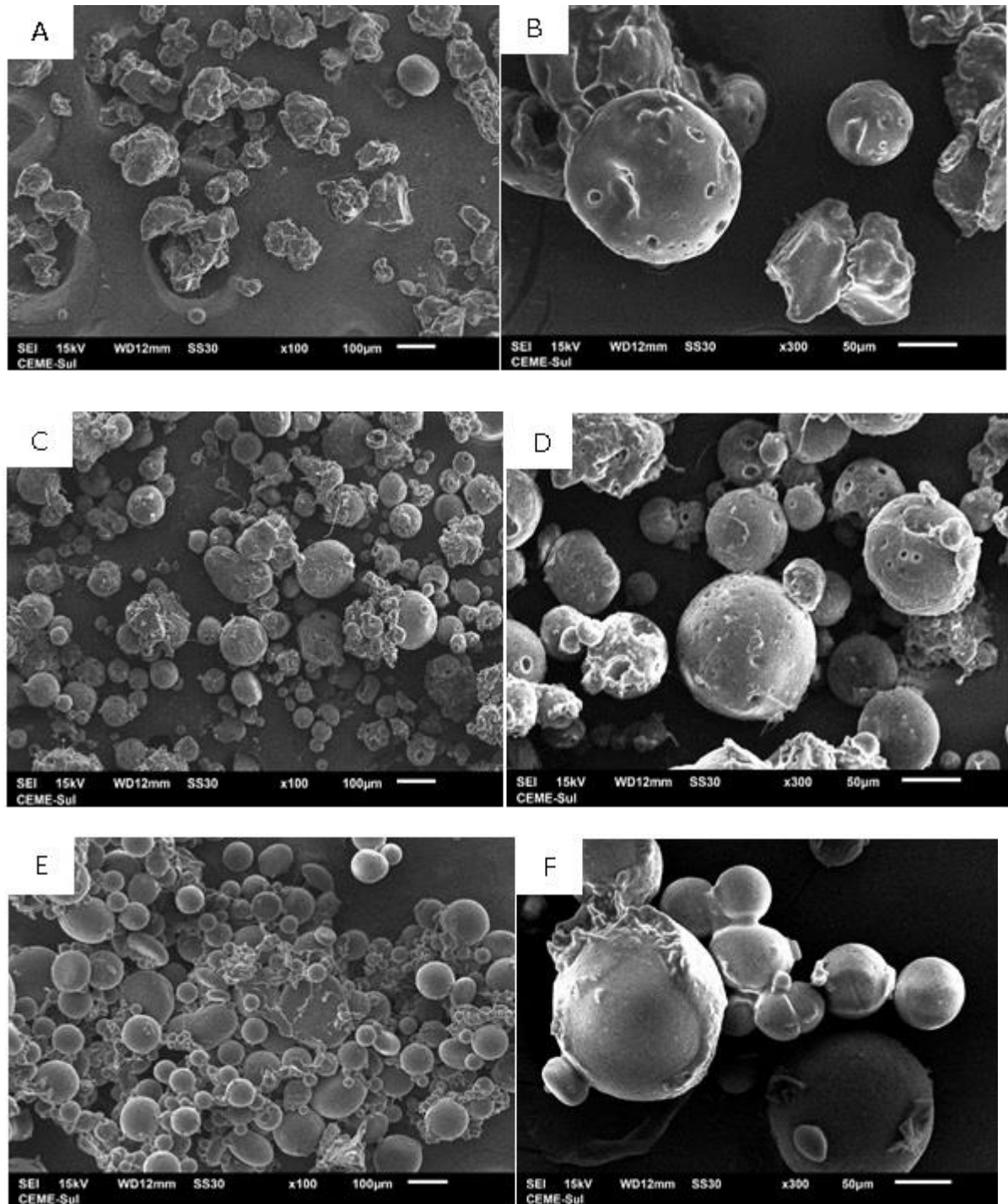


Figura 2 - Morfologia das partículas de óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose, utilizando como emulsificantes: caseína (A), gelatina (C) e PVA (E) – ampliação de 100x – e caseína (B), gelatina (D) e PVA (F) – ampliação de 300x.

6.3.3 Calorimetria exploratória diferencial

Os resultados de calorimetria exploratória diferencial das amostras são apresentados na Tabela 4 e Figura 4.

Tabela 4 - Dados de DSC do óleo de linhaça, do acetato de celulose, dos emulsificantes, das misturas físicas do acetato de celulose e dos emulsificantes e das partículas com óleo de linhaça e com os diferentes emulsificantes.

Amostras	Tp ₀ (°C)	Tp ₁ (°C)	Tp ₂ (°C)	ΔH ₁ (J/g)	Tp ₀ (°C)	Tp ₁ (°C)	Tp ₂ (°C)	ΔH ₂ (J/g)
Óleo	169,38	176,15	178,56	1,37*				
Acetato de celulose	89,74	115,92	121,38	4,71	225,58	243,82	245,74	1,79
Caseína	85,05	99,31	111,83	9,15	193,79	200,41	210,47	3,54
PVA	101,76	106,54	107,12	1,01	181,49	192,62	201,88	12,76
Gelatina	112,04	123,66	136,92	51,25	206,86	213,42	221,62	1,35
Mistura física acetato de celulose e caseína	74,75	85,81	105,13	39,60	195,71	209,09	211,14	0,52
Mistura física acetato de celulose e PVA	99,36	128,80	134,10	4,97	182,54	190,73	200,81	7,03
Mistura física acetato de celulose e gelatina	104,41	119,84	135,78	135,27	206,93	220,81	222,04	0,56
Partícula caseína	98,87	115,18	132,28	27,72	203,52	207,52	208,69	0,44
Partícula PVA	135,67	138,31	145,02	27,77	220,79	234,02	238,25	2,47
Partícula gelatina	148,32	156,10	179,66	15,49	257,21	255,08	269,42	15,49

Tp₀ temperatura inicial, Tp₁ temperatura de pico, Tp₂ temperatura final, ΔH entalpia endotérmica, ΔH* entalpia exotérmica.

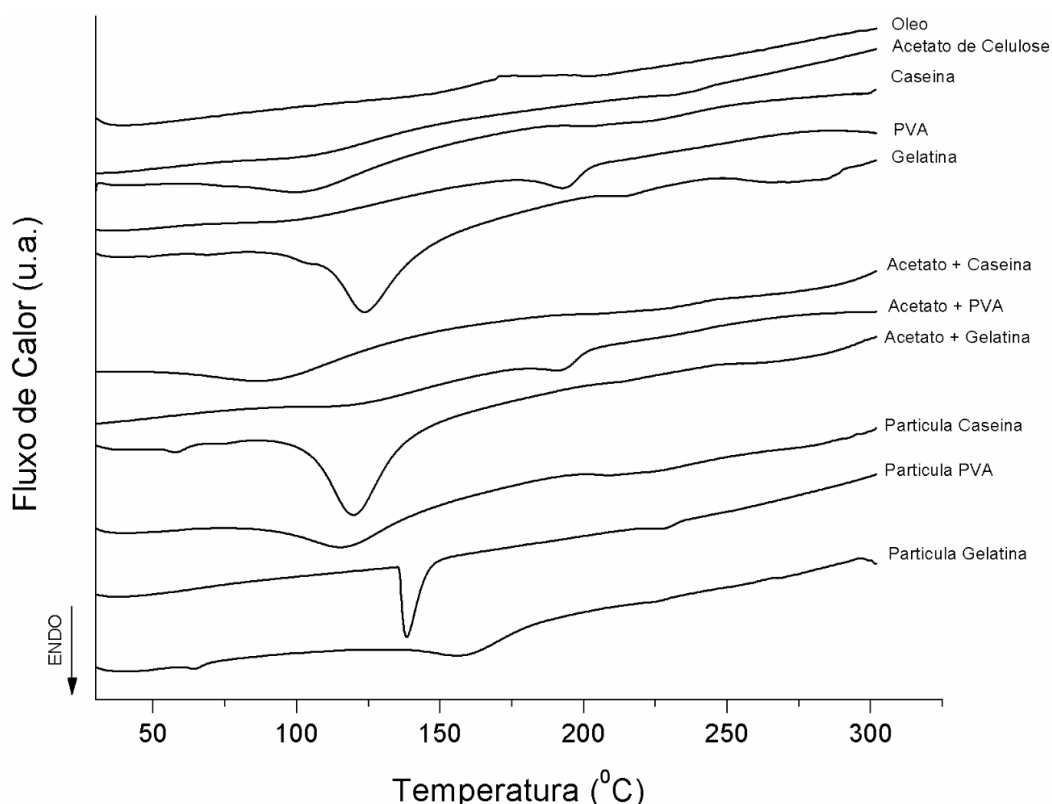


Figura 3 - Termograma de DSC do óleo de linhaça, do acetato de celulose, dos emulsificantes, das misturas físicas do acetato de celulose e dos emulsificantes, e das partículas com óleo de linhaça e os diferentes emulsificantes.

A amostra de óleo apresentou apenas um evento exotérmico a 176,15 °C, apresentando uma transição de primeira ordem referente à decomposição e degradação da amostra, liberando uma energia de 1,37 J/g. Suryanarayana et al. (2008) observaram o pico exotérmico do óleo de linhaça em 155 °C.

As amostras poliméricas apresentaram dois eventos térmicos endotérmicos, o primeiro referente à eliminação de água adsorvida na estrutura dos polímeros a temperatura de 115,92 °C para o acetato de celulose, 99,31 °C para a caseína, 106,54 °C para o PVA e em 123,66 °C para a gelatina, absorvendo uma energia na faixa de $\Delta H \sim 4.7 - 51.2$ J/g. A segunda endoterma referente ao calor latente de fusão dos polímeros, ocorreu nas temperaturas de 243,82 °C para o acetato de celulose, 200,41 °C para a caseína, 192,62 °C para o PVA e em 213,42 °C para a gelatina, absorvendo uma energia na faixa de $\Delta H \sim 1.8 - 12.8$ J/g. Eventos endotérmicos foram observados em distintas temperaturas para o acetato de celulose em 237,15 °C (IRISAPPAN et al., 2013), gelatina em 72,42 °C e 230,62 °C (OLIVEIRA et al., 2022), caseína em 109 °C (AGARRY et al., 2022) e PVA entre 30 e 100 °C e outro evento em 188 °C (KAYACI; UYAR, 2012).

As misturas físicas de acetato de celulose com os demais polímeros emulsificantes apresentaram eventos térmicos semelhantes, com pequenos deslocamentos nas temperaturas em relação aos polímeros avaliados individualmente.

Os resultados demonstram a eficiência da incorporação do óleo nas partículas, pois, o evento térmico observado no termograma do óleo puro não foi observado nas partículas. As partículas apresentaram um aumento nas temperaturas dos eventos térmicos em relação as misturas físicas sem a adição do óleo, o que demonstra um aumento da estabilidade térmica. Das partículas avaliadas, aquelas com acetato de celulose e gelatina apresentaram as maiores estabilidades térmicas, pois foi necessário maior energia térmica para romper a interação entre o acetato de celulose e a gelatina.

Stefani et al. (2019) observaram que a encapsulação do óleo de linhaça em mucilagem de chia também proporcionou o aumento da estabilidade térmica até 300 °C.

6.3.4 Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico

Na Tabela 5 consta os resultados de TBARS do óleo de linhaça e das partículas do óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose utilizando diferentes emulsificantes, e armazenados a 50 °C por até 30 dias. As avaliações de TBARS foram realizadas aos 0, 15 e 30 dias de estocagem, tanto do óleo quanto das partículas.

Tabela 5 - Substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (mg malonaldeído.kg⁻¹) no óleo e nas partículas do óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose, utilizando diferentes emulsificantes, armazenados por até 30 dias, a 50 °C.

Amostra	TBARS (mg malonaldeído.kg ⁻¹) Tempo de armazenamento (dias)		
	0	15	30
Óleo	0,48 ± 0,1 ^{bC}	1,93 ± 0,3 ^{aC}	2,27 ± 0,1 ^{aC}
Emulsificante caseína*	0,99 ± 0,4 ^{bC}	1,84 ± 0,2 ^{aC}	2,08 ± 0,3 ^{aC}
Emulsificante gelatina*	34,34 ± 2,9 ^{aA}	32,55 ± 1,4 ^{aA}	10,79 ± 0,5 ^{bB}
Emulsificante PVA*	19,90 ± 0,7 ^{aB}	16,41 ± 2,6 ^{aB}	19,33 ± 1,6 ^{aA}

*Partícula de óleo de linhaça encapsulada em acetato de celulose. Médias seguidas de mesma letra minúscula na linha e médias de mesma letra maiúscula na coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (p≤0,05). Média de três repetições ± desvio padrão.

Pode-se observar na Tabela 5 que o óleo de linhaça apresentou baixo valor de substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico (TBARS) no ponto zero, com aumento significativo ($p \leq 0,05$) dos valores ao longo do armazenamento a 50 °C. O óleo de linhaça é altamente suscetível a degradação oxidativa, devido à presença de ácidos poli-insaturados como o ácido α – linolênico. O processo de oxidação é acelerado devido a presença do oxigênio, luz, calor, metais, dentre outros fatores, e é mantido através da geração de radicais livres durante a reação em cadeia. Como produtos da reação de oxidação, inicialmente são formados os peróxidos, mas estes compostos são muito instáveis e logo se decompõem gerando diversos compostos, como aldeídos de baixo peso molecular, que estão envolvidos com o sabor característico de óleos oxidados, além da formação de produtos potencialmente tóxicos (DOUNY et al., 2016; FARAG; ELIMAM; AFIFI, 2021; FONSECA; YOSHIDA, 2009; PIORNOS et al., 2017; RAHIMINEZHAD et al., 2020).

No ponto zero, dentre as partículas avaliadas, aquela com a utilização da caseína como emulsificante apresentou significativamente os menores valores de TBARS ($p \leq 0,05$), seguido das partículas com PVA e gelatina. Entretanto, os valores foram superiores, quando comparados com o TBARS do óleo.

Os resultados demonstram que o processo de encapsulação do óleo ocasionou a oxidação dos lipídeos, com maior intensidade com o uso de gelatina e PVA. Comportamento semelhante foi observado por Mohseni e Goli (2019), os quais também verificaram aumento de TBARS quando comparado ao óleo não encapsulado.

Os maiores valores de TBARS observados devido a presença da gelatina nas partículas podem estar relacionados a presença de carga negativa na superfície de suas proteínas, o que facilita a atração com resíduos de metais, que atuam como agentes oxidantes (NASRABADI et al., 2019), ou até devido a aceleração do processo oxidativo devido a presença de cargas elétricas no meio.

Foi observado um aumento nos valores de TBARS durante o armazenamento a 50 °C das partículas com a utilização da caseína ($p \leq 0,05$). Por outro lado, nas partículas em que a gelatina foi utilizada como emulsificante houve redução dos valores de TBARS, e nas partículas com a utilização do PVA não houve variação significativa ($p \geq 0,05$) dos valores de TBARS durante o período de armazenamento.

Após, 30 dias de armazenamento a 50 °C, os menores valores foram observados nas partículas com caseína, porém sem distinção significativa em relação

aos valores de TBARS do óleo não encapsulado. No entanto, os valores de TBARS das partículas com caseína aumentaram apenas em 1,09 (mg malonaldeído.kg⁻¹) durante o período de 30 dias de armazenagem, aumento inferior ao observado com o óleo não encapsulado (1,79 mg malonaldeído.kg⁻¹).

Portanto, dentre as partículas avaliadas, aquelas com a adição de caseína foram as que promoveram a menor oxidação do óleo durante o armazenamento, inclusive inferior ao do óleo. Possivelmente, porque a caseína atua como antioxidante. Chen et al. (2017) também observaram a capacidade da caseína em inibir a oxidação do óleo de linhaça.

6.3.5 Cor

Na Tabela 6 estão os resultados de cor, e na Figura 5 está a alteração visual da cor, do óleo de linhaça e das partículas do óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose utilizando diferentes emulsificantes, e armazenados a 50 °C por até 30 dias. As avaliações de cor foram realizadas aos 0, 15 e 30 dias de estocagem, tanto do óleo quanto das partículas.

Tabela 6 - Valores referentes à cor do óleo de linhaça e das partículas do óleo e acetato de celulose com diferentes emulsificantes armazenados a 50 °C.

Amostra	Tempo de armazenamento (Dias)								
	0			15			30		
	L*	a*	b*	L*	a*	b*	L*	a*	b*
Óleo	20,53 ± 0,02 ^A	-2,16 ± 0,07 ^B	11,47 ± 0,16 ^A	19,57 ± 0,15 ^B	-2,14 ± 0,02 ^B	9,38 ± 0,09 ^B	19,14 ^B ± 0,49	-1,59 ^A ± 0,07	8,70 ^C ± 0,08
Emulsificante caseína*	16,71 ± 0,07 ^{cA}	0,16 ± 0,03 ^{aA}	10,29 ± 0,06 ^{aA}	16,09 ± 0,07 ^{cB}	0,12 ± 0,07 ^{aA}	8,09 ± 0,04 ^{bB}	15,98 ± 0,02 ^{bB}	0,06 ± 0,06 ^{bA}	10,06 ± 0,26 ^{aA}
Emulsificante gelatina	19,32 ± 0,18 ^{bA}	-1,04 ± 0,07 ^{bC}	6,1 ± 0,09 ^{bC}	16,70 ± 0,04 ^{bB}	-0,23 ± 0,01 ^{bB}	8,29 ± 0,08 ^{aB}	15,55 ± 0,34 ^{bC}	0,44 ± 0,15 ^{aA}	9,07 ± 0,23 ^{bA}
Emulsificante PVA*	19,95 ± 0,01 ^{aA}	-1,22 ± 0,03 ^{cB}	6,12 ± 0,02 ^{bB}	19,53 ± 0,03 ^{aB}	-1,24 ± 0,03 ^{cB}	5,36 ± 0,02 ^{cC}	19,43 ± 0,08 ^{aB}	-0,99 ± 0,03 ^{cA}	6,68 ± 0,10 ^{cA}

*Partícula de óleo de linhaça encapsulada em acetato de celulose. Médias seguidas de mesma letra minúscula na coluna e médias de mesma letra maiúscula na linha não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (p≤0,05). Média de três repetições ± desvio padrão

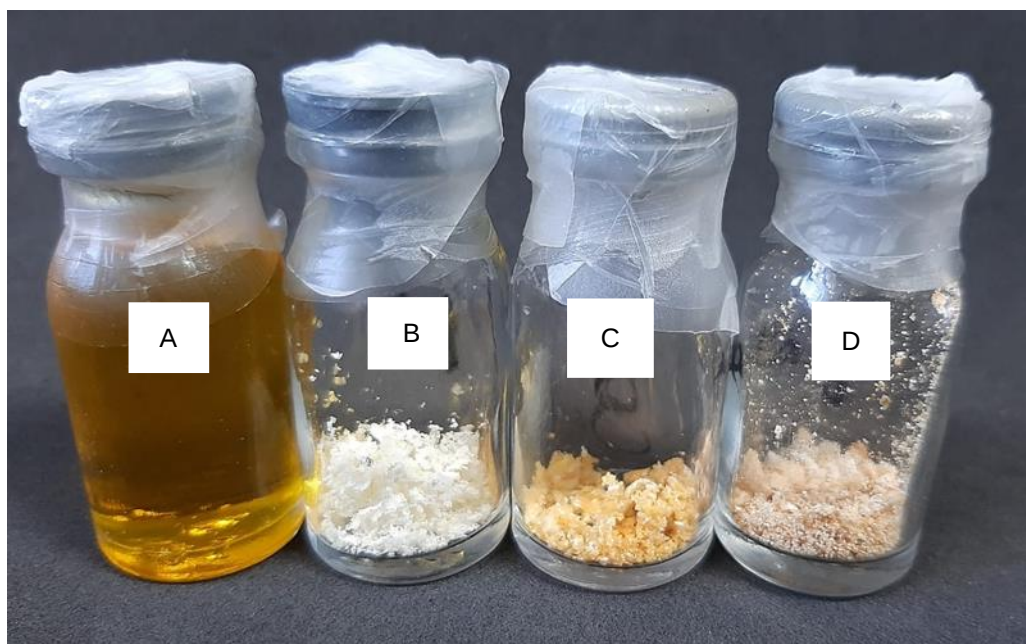


Figura 5 - Óleo de linhaça marrom (A), partículas com PVA (B), partículas com caseína (C) e partículas com gelatina (D) armazenados por 30 dias a 50 °C.

Os resultados demonstram que houve redução significativa dos valores de L^* e b^* e aumento nos valores de a^* no óleo de linhaça armazenado por 30 dias a 50 °C, indicando que houve o escurecimento e aumento da intensidade da cor amarela e vermelha, respectivamente. Essa alteração de cor possivelmente ocorreu devido a oxidação do óleo, ou ainda devido a degradação de pigmentos (FREIRE, MANCINI-FILHO, FERREIRA, 2013; ARROYO-LÓPEZ et al., 2009).

Em relação a cor das partículas, a encapsulação do óleo de linhaça em acetato de celulose utilizando o PVA como emulsificante proporcionou no ponto zero os maiores valores de L^* ($p \leq 0,05$), ou seja, as partículas demonstraram-se mais claras em relação àquelas em que foi utilizado a caseína e a gelatina.

Ao longo do armazenamento a 50 °C os valores de L^* das partículas com caseína, gelatina e PVA reduziram significativamente, indicando o escurecimento das partículas, sendo mais intenso com a utilização da gelatina e da caseína. Para os valores de a^* não houve variação para as partículas de caseína, já para aquelas com gelatina e PVA observou-se aumento dos valores, tendendo ao vermelho. E para os valores de b^* , houve aumento com a utilização da gelatina, tendendo ao amarelo e com a caseína e o PVA os valores oscilaram.

A alteração da cor das partículas em que foi utilizado a gelatina e a caseína como emulsificantes pode estar relacionada a oxidação do óleo, outra possibilidade

seria devido aos produtos resultantes da reação de Maillard, se ocorreu hidrólise do acetato de celulose, visto que este é não redutor. Portanto, devido a natureza dos emulsificantes, e os vários fatores que podem afetar a cor, fica difícil fazer uma relação direta com a cor e ocorrência de reações oxidativas.

Os valores obtidos diferem da literatura, possivelmente em função da quantidade de amostra utilizada na análise (CHOO; BIRCH; DUFOUR, 2007; CHANG; NICKERSON, 2018).

7 Conclusões

O óleo de linhaça marrom utilizado apresentou parâmetros de índice de acidez e índice de peróxidos compatíveis com a legislação vigente e com dados da literatura.

Dentre os emulsificantes avaliados, o PVA, a caseína e a gelatina (2,5%) foram selecionados, pois mantiveram a estabilidade da emulsão O/A formada com o óleo de linhaça, quando armazenada a 50 °C por 24 h.

Os emulsificantes influenciaram nas características das partículas de óleo de linhaça encapsulado em acetato de celulose pelo método de emulsão/evaporação. A utilização da gelatina como emulsificante proporcionou os maiores valores de eficiência de encapsulação, partículas esféricas com depressões, maior estabilidade térmica pelo DSC, entretanto altos valores de TBARS e um intenso escurecimento das partículas foram observados com o armazenamento acelerado.

Com as partículas com caseína obteve-se valores intermediários de eficiência de encapsulação, partículas irregulares com depressões, estabilidade térmica pelo DSC, menores incrementos de valores de TBARS durante o armazenamento, inclusive inferiores ao do óleo, mas com escurecimento das partículas.

As partículas com PVA proporcionaram baixos valores de eficiência de encapsulação, partículas esféricas de superfície lisa com agregados, altos valores de TBARS e partículas mais claras.

Independente do emulsificante utilizado, as partículas apresentaram baixa atividade antioxidante.

Com isso, dentre os emulsificantes avaliados a caseína apresentou a melhor combinação de resultados.

Referências

- ALIPOUR, M.; SAHARKHIZ, M. J.; NIAKOUSARI, M.; DAMYEH, M., S. Phytotoxicity of encapsulated essential oil of rosemary on germination and morphophysiological features of amaranth and radish seedlings. **Scientia Horticulturae**, v. 243, p. 131-139, 2019.
- AGHDAM, M. T. B.; MOHAMMADI, H.; GHORBANPOUR, M. Effects of nanoparticulate anatase titanium dioxide on physiological and biochemical performance of *Linum usitatissimum* (Linaceae) under well-watered and drought stress conditions. **Brazilian Journal of Botany**, v. 39, p. 139-146, 2016.
- AGARRY, I. E.; WANG, Z.; CAI, T. W.; ZHULIAN; KAN, J.; CHEN, K. Utilization of different carrier agents for chlorophyll encapsulation: Characterization and kinetic stability study. **Food Research International**, v. 160, 2022.
- ALEMU, B.; ABERA, DAREJE. Adaptation study of improved linseed (*Linum Usitatisimum* L). Varieties at Kellem Wollega Zone, Haro Sabu, Ethiopia. **Journal of Biology, Agriculture Healthcare**, v. 4, n. 20, p. 220-224, 2014.
- AOCS. Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society, AOCS: Champaign, 1992.
- ASADPOUR, S.; VANANI, A. R.; KOORAVAND, M.; ASFARAM, A. A review on zinc oxide/poly(vinyl alcohol) nanocomposites: synthesis, characterization and applications. **Journal of Cleaner Production**, v. 362, p. 132297, 2022.
- ARROYO-LÓPEZ, FRANCISCO N.; BAUTISTA-GALLEGO, J.; SEGOVIA-BRAVO, K. A.; GARCÍA-GARCÍA, P.; DURÁN QUINTANA, M. D. C.; ROMERO, C.; RODRÍGUEZ-GOMEZ, F.; GARRIDO-FERNANDEZ, A. Instability profile of fresh packed "seasoned" Manzanilla-Aloreña table olives. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, n. 10, p. 1629-1639, 2009.
- BARROSO, A. K. M.; TORRES, A. G.; CASTELO-BRANCO, V. N.; FERREIRA, A.; FINOTELLI, P. V.; FREITAS, S. P.; ROCHA-LEÃO, M. H. M. Linhaça marrom e dourada: propriedades químicas e funcionais das sementes e dos óleos prensados a frio. **Ciência Rural**, v. 44, n. 1, p. 181-187, 2014.
- BURGER, T. G.; ZHANG, Y. Recent progress in the utilization of pea protein as an emulsifier for food applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 86, p. 25-33, 2019.
- CARNEIRO, H. C. F.; TONON, R. V.; GROSSO, C. R. F.; HUBINGER, M. D. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. **Journal of Food Engineering**, v. 115, p. 443-451, 2013.

CERIMEDO, M. S. Á.; CERDEIRA, M.; CANDAL, R. J.; HERRERA, M. L. Microencapsulation of a low-trans fat in trehalose as affected by emulsifier type. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 85, p. 797–807, 2008.

CERQUEIRA, D. A.; RODRIGUES, F.; GUIMMES; CARVALHO, R., A.; VALENTE, A. J. M. Caracterização de acetato de celulose obtido a partir do bagaço de cana-de-açúcar por 1 H-RMN. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 20, n. 2, p. 85-91, 2010.

CHANG, C.; NICKERSON, M. T.; Stability and in vitro release behaviour of encapsulated omega fatty acid-rich oils in lentil protein isolate-based microcapsules. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 69, p. 12-23, 2018.

CHOO, W. S.; BIRCH, J.; DUFOUR, J. P. Physicochemical and quality characteristics of cold-pressed flaxseed oils. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 20, p. 202–211, 2007.

CHAN, H. K.; KWORK, P., C.; L. Production methods for nanodrug particles using the bottom-up approach. **Advanced Drug Delivery Reviews**, v. 63, p. 406-416, 2011.

CHEN, F; LIANG, L.; ZHANG, Z.; DENG, Z.; DECKER, E, A.; MCCLEMENTS, D, J. Inhibition of lipid oxidation in nanoemulsions and filled microgels fortified with omega-3 fatty acids using casein as a natural antioxidant. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 240–248, 2017.

CRUZ, A, C.; MEIRELES, C, S.; RIBEIRO, S, D.; RODRIGUES, F, G.; ASSUNÇÃO, R, M, N.; CERQUEIRA, D, A.; ZENI, M.; POLETTTO, P. Utilização do acetato de celulose produzido a partir da celulose extraída do caroço de manga como matriz para produção de sistemas microparticulados. **Química Nova**, v. 34, n. 3, p. 385–389, 2011.

CUPERSMID, L.; FRAGA, A, P, R.; ABREU, E, S.; PEREIRA, I, R, O. Linhaça: composição química e efeitos biológicos. **Revista Digital e-Scientia**, v. 5, n. 2, p. 33-40, 2012.

DAMERAU, A.; OGRODOWSKA, D.; BANASZCZYK, P.; DAJNOWIEC, F.; TAŃSKA, M.; LINDERBORG, Kaisa M. Baltic herring (*Clupea harengus membras*) oil encapsulation by spray drying using a rice and whey protein blend as a coating material. **Journal of Food Engineering**, v. 314, p. 110769, 2022.

DERBALI, A.; MNAFGUI, K.; AFFES, M.; DERBALI, F.; HAJJI, R.; GHARSALLAH, N.; ALLOUCHE, N.; EL FEKI, A. Cardioprotective effect of linseed oil against isoproterenol-induced myocardial infarction in Wistar rats: a biochemical and electrocardiographic study. **Journal of Physiology and Biochemistry**, v. 71, p. 281-288, 2015.

DIAS, D, R.; BOTREL, D, A.; FERNANDES, R, V, B.; BORGES, S, V. Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional foods. **Current Opinion in Food Science**, v. 13, p. 31-37, 2017.

DUBEY, S.; BHARGAVA, A.; FUENTES, F.; SHUKLA, S.; SRIVASTAVA, S. Effect of salinity stress on yield and quality parameters in flax (*Linum usitatissimum* L.). **Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca**, v. 48, n. 2, p. 954–966, 2020.

DOUNY, C.; RAZANAKOLONA, R.; RIBONNET, L.; MILET, J.; BAETEN, V.; ROGEZ, H.; SCIPPO, M, L.; LARONDELLE, Y. Linseed oil presents different patterns of oxidation in real-time and accelerated aging assays. **Food Chemistry**, v. 208, p. 111–115, 2016.

DRINIĆ, Z.; ZDUNIĆ, G.; MUDRIĆ, J.; BIGOVIĆ, D.; ŠAVIKIN, K. Investigation of stability of cold pressed linseed (*Linum usitatissimum* L.) oil. **Lekovite Sirovine, Belgrade**, v. 39, 40–43, 2019

FARAG, M, A.; ELIMAM, D, M.; AFIFI, S, M. Outgoing and potential trends of the omega-3 rich linseed oil quality characteristics and rancidity management: A comprehensive review for maximizing its food and nutraceutical applications. **Trends in Food Science and Technology**, v. 114, p. 292-309, 2021.

FENG, S, S.; HUANG, G. Effects of emulsifiers on the controlled release of paclitaxel (Taxol®) from nanospheres of biodegradable polymers. **Journal of Controlled Release**, v. 71, p. 53-69, 2001.

FENG, X.; DAI, H.; YU, Y.; WEI, Y.; TAN, H.; TANG, M.; MA, L.; ZHANG, Y. Adjusting the interfacial property and emulsifying property of cellulose nanofibrils by ultrasonic treatment combined with gelatin addition. **Food Hydrocolloids**, v. 133, p.107905. 2022.

FREIRE, P, C, M.; MANCINI-FILHO, J.; FERREIRA, T, A, P, C. Principais alterações físico-químicas em óleos e gorduras submetidos ao processo de fritura por imersão: regulamentação e efeitos na saúde. **Revista de Nutrição**, v. 26, n. 3, p. 353-358, 2013.

FONSECA, M, M.; YOSHIDA, M, I. Análise térmica do óleo de linhaça natural e oxidado. **Revista Vértices**, v. 11, n. 1/3, p. 61-76, 2009.

FRANCISCO, C, R, L.; OLIVEIRA, J, F, D.; MARIN, G.; ALVIM, I, D.; HUBINGER, M, D. Plant proteins at low concentrations as natural emulsifiers for an effective orange essential oil microencapsulation by spray drying. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 607, p. 125470, 2020.

GALLARDO, G.; GUIDA, L.; MARTINEZ, V.; LÓPEZ, M, C.; BERNHARDT, D.; BLASCO, R.; PEDROZA-ISLAS, R.; HERMIDA, L, G. Microencapsulation of linseed oil by spray drying for functional food application. **Food Research International**, v. 52, n. 2, p. 473-482, 2013.

GARCIA ARTEGA, V., APÉSTEGUI, G, M.; MURANY, I.; EISNER, P.; SCHWEIGGERT W, U. Effect of enzymatic hydrolysis on molecular weight distribution, techno-functional properties and sensory perception of pea protein

isolates. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 65, p. 102449, 2020.

GOMES, M, H, G.; KUROZAWA, L, E. Improvement of the functional and antioxidant properties of rice protein by enzymatic hydrolysis for the microencapsulation of linseed oil. **Journal of Food Engineering**, v. 267, p. 109761, 2020.

GOMES, M, H, G.; KUROZAWA, L, E. Influence of rice protein hydrolysate on lipid oxidation stability and physico-chemical properties of linseed oil microparticles obtained through spray-drying. **LWT- Food Science and Technology**, v. 139, p. 110510, 2021.

GOYAL, A.; SHARMA, V.; UPADHYAY, N.; SINGH, A, K.; ARORA, S.; LAL, D.; SABIKHI, L. Development of stable flaxseed oil emulsions as a potential delivery system of ω -3 fatty acids. **Journal of Food Science and Technology**, v. 52, p. 4256-4265, 2015.

GUO, D.; JIANG, H.; YE, J.; ZHANG, A.; WANG, Y.; GAO, Y.; YAN, Q.; CHEN, J.; DUAN, L.; LIU, H.; LI, X.; LI, G.; XUE, M.; XIE, L. Transcriptome combined with population level validation reveals genomic loci controlling plant height in flax (*Linum usitatissimum* L.). **Industrial Crops and Products**, v. 172, 2021.

BASTOS, L, P, H.; JUAREZ; V.; SANTOS, C, H, C.; CARVALHO, M, G.; GARCIA-ROJAS, E, E. Encapsulation of black pepper (*Piper nigrum* L.) essential oil with gelatin and sodium alginate by complex coacervation. **Food Hydrocolloids**, v. 102, p. 105605, 2020.

HERNÁNDEZ-NAVA, R., LÓPES, M, A., P, E.; RAMIREZ, C, N.; JIMÉNEZ, M, M, T. Encapsulation of oregano essential oil (*Origanum vulgare*) by complex coacervation between gelatin and chia mucilage and its properties after spray drying. **Food Hydrocolloids**, v. 109, p. 106077, 2020.

IRISAPPAN, S, C.; KUMAR, B, P.; JAYAVEERA, K, N, K. Characterization of Glibenclamide loaded cellulose acetate microparticles prepared by an emulsion solvent evaporation method. **Journal of Pharmacy Research**, v. 7, n. 8, p. 766–773, 2013.

KARACA, A, C.; LOW, N.; NICKERSON, M. Emulsifying properties of chickpea, faba bean, lentil and pea proteins produced by isoelectric precipitation and salt extraction. **Food Research International**, v. 44, p. 2742–2750, 2011.

KAUSHIK, P.; DOWLING, K.; BARROW, C, J.; ADHIKARI, B. Microencapsulation of omega-3 fatty acids: a review of microencapsulation and characterization methods. **Journal of Functional Foods**, v. 19, p. 868-881, 2015.

KIM, W.; WANG, Y.; SELOMULYA, C. Dairy and plant proteins as natural food emulsifiers. **Trends in Food Science and Technology**, v. 105, p. 261-272, 2020.

KLETTENHAMMER, S.; FERRENTINO, G.; ZENDEHBAD, H, S.; MOROZOVA, K.; SCAMPICCHIO, M. Microencapsulation of linseed oil enriched with carrot pomace

extracts using Particles from Gas Saturated Solutions (PGSS) process. **Journal of Food Engineering**, v. 312, p. 110746, 2022.

KRUMREICH, F. D.; PRIETSCH, L. P.; ANTUNES, M. D.; JANSEN-ALVES, C.; MENDONÇA, C. R. 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.

KAYACI, F.; UYAR, T. Encapsulation of vanillin/cyclodextrin inclusion complex in electrospun polyvinyl alcohol (PVA) nanowebs: prolonged shelf-life and high temperature stability of vanillin. **Food Chemistry**, v. 133, p. 641-649, 2012.

LAMARRA, J.; BUCCI, P.; GIANNUZZI, L.; MONTANARI, J.; RIVERO, S.; PINOTTI, A. Biomaterial-based dressings as vehicle for chitosan-encapsulated cabreuva essential oil: cytotoxicity and regenerative activity. **Reactive and Functional Polymers**, v. 156, p. 104728, 2020.

LAZZARO, F.; SAINT-JALMES, A.; VIOLLEAU, F.; LOPEZ, C.; GAUCHER-DELMAS, M.; MADEC, M. N.; BEAUCHER, E.; GAUCHERON, F. Gradual disaggregation of the casein micelle improves its emulsifying capacity and decreases the stability of dairy emulsions. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 189-200, 2017.

LI, J.; XIONG, S.; WANG, F.; REGENSTEIN, J. M.; LIU, R. Optimization of microencapsulation of fish oil with gum arabic/casein/beta-cyclodextrin mixtures by spray drying. **Journal of Food Science**, v. 80, n. 7, p. 1445-1452, 2015.

LIAKOS, L.; IORDACHE, F.; CARZINO, R.; SCARPELLINI, A.; ONETO, M.; BIANCHINI, P.; GRUMEZESCU, A. M.; HOLBAN, A. M. Cellulose acetate - essential oil nanocapsules with antimicrobial activity for biomedical applications. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 172, p. 471-479, 2018.

LIU, S.; LOW, N. H.; NICKERSON, M. T. Entrapment of Flaxseed Oil Within Gelatin-Gum Arabic Capsules. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 87, p. 809-815, 2010.

LIU, N.; LIN, P.; ZHANG, K.; YAO, X.; LI, D.; YANG, L.; ZHAO, M. Combined effects of limited enzymatic hydrolysis and high hydrostatic pressure on the structural and emulsifying properties of rice proteins. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 77, p. 102975, 2022.

MATALANIS, A.; DECKER, E. A.; MCCLEMENTS, D. J. Inhibition of lipid oxidation by encapsulation of emulsion droplets within hydrogel microspheres. **Food Chemistry**, v. 132, n. 2, p. 766-772, 2012.

MOHSENI, F.; GOLI, S. A. H. Encapsulation of flaxseed oil in the tertiary conjugate of oxidized tannic acid-gelatin and flaxseed (*Linum usitatissimum*) mucilage. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 140, p. 959-964, 2019.

NASRABADI, N, M.; GOLI, S. A. H.; SEDAGHAT, D, A.; DEWETTINCK, K.; VAN, D, M, P. Bioparticles of flaxseed protein and mucilage enhance the physical and oxidative stability of flaxseed oil emulsions as a potential natural alternative for synthetic surfactants. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 184, p. 110489, 2019.

OLIVEIRA, F, M.; OLIVEIRA, R, M.; BUCHWEITZ, L, T, G.; PEREIRA, J, R.; HACKBART; H, C, S.; NALÉRIO, É, S.; BORGES, C, D.; ZAMBIASI, R, C. Encapsulation of olive leaf extract (*Olea europaea* L.) in gelatin/tragacanth gum by complex coacervation for application in sheep meat hamburger. **Food Control**, v. 131, p. 108426, 2022.

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

PIORNOS, J, A.; BURGOS-DÍAZ, C.; MORALES, E.; RUBILAR, M.; ACEVEDO, F. Highly efficient encapsulation of linseed oil into alginate/lupin protein beads: optimization of the emulsion formulation. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 139–148, 2017.

PHAM, L, B.; WANG, B.; ZISU, B.; TRUONG, T.; ADHIKARI, B. Microencapsulation of flaxseed oil using polyphenol-adducted flaxseed protein isolate-flaxseed gum complex coacervates. **Food Hydrocolloids**, v. 107, p. 105944, 2020.

POUYANFAR, M.; ALIPOUR, N, M.; NOURAFKAN, H.; FARAMARZI, A. Role of foliar nutrition on the growth, yield, and fatty acid compositions of linseed (*Linum usitatissimum* L.). **Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants**, v. 31, p. 100414, 2022.

PRIOL, L, L.; GMUR, J.; DAGMEY, A.; MORANDAT, S.; KIRAT, K, E.; SALEH, K.; NESTERENKO, A. Co-encapsulation of vegetable oils with phenolic antioxidants and evaluation of their oxidative stability under long-term storage conditions. **LWT- Food Science and Technology**, v. 142, p. 111033, 2021.

RADÜNZ, M.; TRINDADE, M, L, M.; CAMARGO, T, M.; RADÜNZ, A, L.; BORGES, C, D.; GANDRA, E, A.; HELBIG, E. Antimicrobial and antioxidant activity of unencapsulated and encapsulated clove (*Syzygium aromaticum*, L.) essential oil. **Food Chemistry**, v. 276, p. 180-186, 2019

RADÜNZ, M.; HACKBART, H, C, S.; CAMARGO, T, M.; NUNES, C, F, P.; BARROS, F, A, P.; MAGRO, J, D.; SANCHES FILHO, P, J.; GANDRA, E, A.; RADÜNZ, A, L.; ZAVAREZE, E, R. Antimicrobial potential of spray drying encapsulated thyme (*Thymus vulgaris*) essential oil on the conservation of hamburger-like meat products. **International Journal of Food Microbiology**, v. 330, p. 108696, 2020.

RADÜNZ, M.; HACKBART, H, C, S.; RIBAS, B, L, P.; DOBKE, F, V.; RADÜNZ, A, L.; MENDONÇA, C, R, B. Avaliação de parâmetros de qualidade de óleos exóticos. **Revista da Jornada de Pós-Graduação e Pesquisa – Congrega URCAMP**, Bagé, v. 15, n. 15, p. 791-800, 2018.

RAHIMINEZHAD, Z.; GAHRUIE, H. H.; ESTEGHLAL, S.; MESBAHI, G. R.; GOLMAKANI, M. T.; HOSSEINI, S. M. H. Oxidative stability of linseed oil nano-emulsions filled in calcium alginate hydrogels. **LWT – Food Science and Technology**, v. 127, p. 109392, 2020.

RODRÍGUEZ, J.; MARTÍN, M. J.; RUIZ, M. A.; CLARES, B. Current encapsulation strategies for bioactive oils: from alimentary to pharmaceutical perspectives. **Food Research International**, v. 83, p. 41-59, 2016.

ROMERO, A.; BEAUMAL, V.; DAVID-BRIAND, E.; CORDOBES, F.; GUERRERO, A.; ANTON, M. Interfacial and emulsifying behaviour of rice protein concentrate. **Food Hydrocolloids**, n. 29, p. 1-8, 2012.

RUTZ, J. K.; BORGES, C. D.; ZAMBAZI, R. C.; DA ROSA, C. G. Elaboration of microparticles of carotenoids from natural and synthetic sources for applications in food. **Food Chemistry**, v. 202, p. 324-333, 2016.

SAADATI, R.; DADASHZADEH, S. Marked effects of combined TPGS and PVA emulsifiers in the fabrication of etoposide-loaded PLGA-PEG nanoparticles: in vitro and in vivo evaluation. **International Journal of Pharmaceutics**, n. 464, p. 135-144, 2014.

SAHOO, S. K.; PANYAM, J.; PRABHA, S.; LABHASETWAR, V. Residual polyvinyl alcohol associated with poly (D,L-lactide-co-glycolide) nanoparticles affects their physical properties and cellular uptake. **Journal of Controlled Release**, v. 82, p. 105-114, 2002.

SAHOO, S.; CHAKRABORTI, C. K.; MISHRA, S. C.; NAIK, S. Analytical characterization of a gelling biodegradable polymer. **Drug Invention Today**, v. 3, p. 78-82, 2011.

SHARMA, S.; CHENG, S. F.; BHATTACHARYA, B.; CHAKKARAVARTHI, S. Efficacy of free and encapsulated natural antioxidants in oxidative stability of edible oil: special emphasis on nanoemulsion-based encapsulation. **Trends in Food Science and Technology**, v. 91, p. 305-318, 2019.

SILVA, S. Â. D.; BATISTA, L. S. P.; DINIZ, D. S.; NASCIMENTO, S. S. C.; MORAIS, N. S.; ASSIS, C. F.; PASSOS, T. S.; SOUSA, J. F. C. Microencapsulation of probiotics by oil-in-water emulsification technique improves cell viability under different storage conditions. **Foods**, v. 12, p. 1-15, 2023.

SINGH, K. K.; MRIDULA, D.; REHAL, J.; BARNWAL, P. Flaxseed: a potential source of food, feed and fiber. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 51, n. 3, p. 210-222, 2011.

STATISTIX 10. Disponível em: <http://www.statistix.com/free-trial/>. Acesso em: dezembro, 2022.

SURASSMO, S.; MIN, S. G.; BEJRAPHA, P.; CHOI, M. J. Effects of surfactants on the physical properties of capsicum oleoresin-loaded nanocapsules formulated through the emulsion-diffusion method. **Food Research International**, v. 43, p. 8-17, 2010.

SOPPIMATH, K.; AMINABHAVI, T. M.; KULKARNI, A. R.; RUDZINSKI, W. E. Biodegradable polymeric nanoparticles as drug delivery devices. **Journal of Control Release**, v. 70, p. 1-20, 2001.

SOUTO, E. B.; SEVERINO, P.; SANTANA, M. H. A. Preparação de Nanopartículas Poliméricas a partir de Polímeros Pré-formados – Parte II. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 22, n. 1, p. 101-106, 2012.

SOUTO, António Pedro. *Linho*. **Guia de Turismo Científico de Guimarães**. Portugal: Ideal Artes Gráficas, 2009.

STEFANI, F. S.; CAMPO, C.; PAESE, K.; GUTERRES, S. S.; COSTA, T. M. H.; FLÔRES, S. H. Nanoencapsulation of linseed oil with chia mucilage as structuring material: characterization, stability and enrichment of orange juice. **Food Research International**, v. 120, p.872-879, 2019.

SULTANA, M.; CHAN, E. S.; PUSHPAMALAR, J.; CHOO, W. S. Advances in extrusion-dripping encapsulation of probiotics and omega-3 rich oils. **Trends in Food Science and Technology**, v. 123, p. 69-86, 2022.

SURI, K.; SINGH, B.; KAUR, A.; YADAV, M. P.; SINGH, N. Influence of microwave roasting on chemical composition, oxidative stability and fatty acid composition of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) oil. **Food Chemistry**, v. 326, p. 126974, 2020.

SURYANARAYANA, C.; RAO, K. C.; KUMAR, D. Preparation and characterization of microcapsules containing linseed oil and its use in self-healing coatings. **Progress in Organic Coatings**, v. 63, p. 72-78, 2008.

SZYDŁOWSKA-CZERNIAK, A.; TYMCZEWSKA, A.; MOMOT, M.; WŁODARCZYK, K. Optimization of the microwave treatment of linseed for cold-pressing linseed oil - Changes in its chemical and sensory qualities. **LWT- Food Science and Technology**, v. 126, p. 109317, 2020.

TERFA, G. N.; GURMU, G. N. Genetic variability, heritability and genetic advance in linseed (*Linum usitatissimum* L) genotypes for seed yield and other agronomic traits. **Oil Crop Science**, v. 5, n. 3, p. 156-160, 2020.

UDONO, H.; SUMI, Y.; YAMADA, S.; KIKUMA, I. Crystal growth of ZnO bulk by CVT method using PVA. **Journal of Crystal Growth**, v. 310, p. 1827-1831, 2008.

VAUCHER, A. C. S.; DIAS, P. C. M.; COIMBRA, P. T.; COSTA, I. S. M.; MARRETO, Ricardo N.; DELLAMORA-ORTIZ, G. M.; FREITAS, O.; RAMOS, M. F. S. Microencapsulation of fish oil by casein-pectin complexes and gum arabic microparticles: oxidative stabilisation. **Journal of Microencapsulation**, v. 36, p. 459-473, 2019.

WADHWA, G.; KUMAR, S.; MITTAL, V.; RAO, R. Encapsulation of babchi essential oil into microsponges: Physicochemical properties, cytotoxic evaluation and anti-microbial activity. **Journal of Food and Drug Analysis**, v. 27, p. 60–70, 2019.

YANG, J.; WEN, C.; DUAN, Y.; DENG, Q.; PENG, D.; ZHANG, H.; MA, H. The composition, extraction, analysis, bioactivities, bioavailability and applications in food system of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) oil: A review. **Food Science and Technology**, v. 118, p. 252-260, 2021.

YAQOOB, N.; BHATTI, I. A.; ANWAR, F.; MUSHTAQ, M.; ARTZ, W, E. Variation in physico-chemical/analytical characteristics of oil among different flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) cultivars. **Italian Journal of Food Science**, v. 28, n. 1, p. 83-89, 2016.

YE, B.; KIM, E, S.; CUI, M.; KHIM, J.; BAIK, J. M.; KIM, H, D. Fine-structured oxide ceramics from a novel replication method. **Ceramics International**, v. 42, p. 10872–10878, 2016.

YU, X.; HUANG, S.; DENG, Q.; TANG, Y.; YAO, P.; TANG, H.; DONG, X. Linseed oil improves hepatic insulin resistance in obese mice through modulating mitochondrial quality control. *Journal of Functional Foods*, v. 53, p. 166–175, 2019.

ZAINOL, S.; BASRI, M.; BASRI, H, B.; SHAMSUDDIN, A, F.; ABDUL-GANI, S, S.; KARJIBAN, R, A.; ABDUL-MALEK, E. Formulation optimization of a palm-based nanoemulsion system containing levodopa. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 13, p. 13049–13064, 2012.

ZHANG, T.; XU, J.; ZHANG, Y.; WANG, X.; LORENZO, J, M.; ZHONG, J. Gelatins as emulsifiers for oil-in-water emulsions: extraction, chemical composition, molecular structure, and molecular modification. **Trends in Food Science and Technology**, v. 106, p. 113-131, 2020.

ZHANG, J.; LIU, Q.; CHEN, Q.; SUN, F.; LIU, H.; KONG, B. Synergistic modification of pea protein structure using high-intensity ultrasound and pH-shifting technology to improve solubility and emulsification. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 88, p. 106099, 2022.

ZHANG, Z, S.; WANG, L, J.; LI, D.; LI, S, J.; ÖZKAN, N. Characteristics of flaxseed oil from two different flax plants. **International Journal of Food Properties**, v. 14, p. 1286-1296, 2011.