



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS

SUSAN GABRIELLY PEREIRA MEDEIRO

**OBTENÇÃO DE AMIDO A PARTIR DO SUBPRODUTO DO FEIJÃO-CAUPI
VERDE (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.) E EXTRATO HIDROALCOÓLICO DA
VAGEM DO FEIJÃO: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA, ANÁLISE
TOXICOLÓGICA, MICROBIOLÓGICA E UTILIZAÇÃO PARA PRODUÇÃO DE
MICROESFERAS**

FORTALEZA

2026

SUSAN GABRIELLY PEREIRA MEDEIRO

OBTENÇÃO DE AMIDO A PARTIR DO SUBPRODUTO DO FEIJÃO-CAUPI VERDE
(*Vigna unguiculata* (L.) Walp.) E EXTRATO HIDROALCOÓLICO DA VAGEM DO
FEIJÃO: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA, ANÁLISE TOXICOLÓGICA,
MICROBIOLÓGICA E UTILIZAÇÃO PARA PRODUÇÃO DE MICROESFERAS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos. Linha de Pesquisa: Ciência e Tecnologia de Produtos de Origem Microbiana e Enzimática.

Orientadora: Prof.^a Dra. Larissa Morais
Ribeiro da Silva.

Coorientadora: Prof.^a Dra. Nágila Maria Pontes
Silva Ricardo

FORTALEZA

2026

SUSAN GABRIELLY PEREIRA MEDEIRO

OBTENÇÃO DE AMIDO A PARTIR DO SUBPRODUTO DO FEIJÃO-CAUPI VERDE
(*Vigna unguiculata* (L.) Walp.) E EXTRATO HIDROALCOÓLICO DA VAGEM DO
FEIJÃO: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA, ANÁLISE TOXICOLÓGICA,
MICROBIOLÓGICA E UTILIZAÇÃO PARA PRODUÇÃO DE MICROESFERAS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos. Linha de Pesquisa: Ciência e Tecnologia de Produtos de Origem Microbiana e Enzimática.

Aprovada em 30/01/2026.

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a Dra. Larissa Moraes Ribeiro da Silva. (Orientadora)

Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. Adriano Lincoln Albuquerque Mattos

Embrapa Agroindústria Tropical.

Dra. Denise Ramos Moreira

Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

A minha mãe.

AGRADECIMENTOS

À minha mãe por sempre me apoiar e incentivar em todos os momentos. Nada seria possível sem os seus conselhos e ensinamentos.

Ao meu namorado, André, por acreditar e sempre me incentivar a continuar, mesmo nos momentos mais difíceis.

À professora Dr. Larissa Moraes Ribeiro da Silva, pela excelente orientação, paciência, disponibilidade e apoio em todas as etapas da pesquisa. Seu direcionamento foi essencial para o bom desenvolvimento deste trabalho.

À professora Dra. Nágila Ricardo, pela coorientação, por toda paciência, disponibilidade e por ter cedido espaço no Laboratório de Polímeros e Inovação de Materiais (LABPIM) para realização de boa parte das análises.

A pesquisadora da Embrapa Agroindústria Tropical, Dr. Ingrid Vieira pelo apoio na realização de algumas etapas deste trabalho.

Ao Dr. Alessandro Marinho por toda paciência e disponibilidade no auxílio da realização dos experimentos e por dar suporte nos momentos de dúvidas. A contribuição dos seus conhecimentos foi indispensável para a conclusão do projeto.

Ao aluno de graduação Marlon e ao aluno de pós-graduação Anderson, integrantes do Laboratório de Polímeros e Inovação de Materiais (LABPIM), que auxiliaram na obtenção do extrato/microesferas e análises de caracterização.

Aos meus amigos, integrantes do Laboratório de Microbiologia de Alimentos (LMA), Fernando Eugênio, Leticia Abreu, Marianne Cristina, Thaynara Souza, Arthur Brito e Marcelo que estiveram presentes durante a jornada do mestrado, me apoiaram nos momentos difíceis e ajudaram também no desenvolvimento das análises microbiológicas e toxicológicas.

As técnicas do LMA por todo suporte na preparação dos materiais e realização das análises.

Ao técnico Dilson e a Mestranda Gleyde do Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem de Alimentos (LACONSA), por toda ajuda e paciência no auxílio das análises realizadas no laboratório.

Aos participantes da banca examinadora Dr. Adriano Lincoln Albuquerque Mattos e Dra. Denise Ramos Moreira pelo tempo, pelas valiosas colaborações e sugestões.

À Central Analítica da Universidade Federal do Ceará pela análise de microscopia eletrônica de varredura.

À Instituição Universidade Federal do Ceará pela oportunidade de aprendizado e por todo o conhecimento adquirido.

Ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Alimentos.

À Funcap e a CAPES por todo suporte financeiro para realização e desenvolvimento da pesquisa.

A maior recompensa para o trabalho do homem não é o que ele ganha com isso, mas o que ele se torna com isso. (John Ruskin)

RESUMO

No Brasil, o feijão-caupi é um alimento de grande destaque, sendo também cultivado em mais de 50 países. Entretanto, seu beneficiamento é responsável por gerar resíduos (vagem) e subprodutos (grãos com defeitos leves), que podem ser reaproveitados. O amido, um carboidrato, encontrado em diversas plantas e leguminosas, tem potencial promissor para a indústria devido à sua biodegradabilidade e atoxicidade. Atualmente, estudos têm explorado o uso de amido e extratos vegetais para obtenção de microesferas, que melhoram a estabilidade, entrega de bioativos e valor nutricional das matrizes utilizadas. Dessa forma, o presente estudo objetivou o aproveitamento do resíduo e subproduto do beneficiamento de feijão-caupi verde (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.), com foco na extração, caracterização e obtenção de microesferas de amido+extrato. Para tal, foram utilizados quatro métodos de extração amilácea, selecionando-se o amido extraído pelo método de maior rendimento. O amido selecionado foi caracterizado quanto a sua composição centesimal, percentual de amilose aparente e amilopectina, FT-IR, RMN, DRX, MEV, GPC, TGA e DSC, sendo posteriormente utilizado para a obtenção de microesferas do extrato da vagem, através da tecnologia de *spray drying*. O extrato foi caracterizado quanto ao seu teor de fenólicos totais, atividade antioxidante, toxicidade aguda frente a *Danio rerio* e atividade antimicrobiana. As microesferas, por sua vez, foram caracterizadas através de análises de cor, FT-IR, DRX, MEV, TGA, DSC, atividade antioxidante, toxicidade aguda frente a *Danio rerio* e atividade antimicrobiana. A extração assistida por ultrassom apresentou rendimento de 43,70%, 4,4005 ± 0,42% de proteínas, 8,350 ± 0,095% de umidade, 0,188 ± 0,11% de cinzas, pH de 6,623 ± 0,136 e teores de amilose e amilopectina de 10,99 ± 2,35% e 89,01 ± 2,35%, respectivamente. Além disso, provendo um amido com características físico-químicas típicas de carboidratos, elevada pureza, morfologia preservada, padrão cristalino típico de amidos convencionais e estabilidade térmica propícia para aplicações industriais. O extrato, por sua vez, apresentou baixa atividade antioxidante, 0,1344 ± 0,0127 µmol trolox/g de amostra, e baixo teor de compostos fenólicos, FT = 48,89 mg GAE/100 g de amostra, causando também a redução da atividade locomotora dos zebrafish. Entretanto, demonstrou considerável atividade antimicrobiana frente a *S. aureus*, com halos de inibição variando de 8,357 ± 1,319 a 12,567 ± 0,252 mm. As microesferas utilizando a mistura amido+extrato apresentaram considerável atividade antimicrobiana frente a *S. aureus*, além de auxiliarem na preservação das propriedades do extrato, bem como das características morfológicas e físico-químicas do amido. Conclui-se que os resíduos e subprodutos gerados pelo beneficiamento do feijão-caupi verde possuem potencial para serem convertidos em

produtos de maior valor agregado, cooperando para o desenvolvimento de novos produtos e práticas industriais mais sustentáveis.

Palavras-chave: amido; feijão-caupi; microesferas; extrato vegetal; spray dryer.

ABSTRACT

In Brazil, cowpea is a highly important food crop and is cultivated in more than 50 countries worldwide. However, its processing generates residues (pods) and by-products (slightly defective grains), which can be repurposed. Starch, a carbohydrate found in various plants and legumes, has promising industrial potential due to its biodegradability and non-toxicity. Currently, studies have explored the use of starch and plant extracts to produce microspheres, which enhance stability, bioactive compound delivery, and the nutritional value of the matrices used. Thus, the present study aimed to valorize residues and by-products from the processing of green cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.), focusing on the extraction, characterization, and production of starch–extract microspheres. Four starch extraction methods were evaluated, and the starch obtained by the highest-yield method was selected. The selected starch was characterized for proximate composition, apparent amylose and amylopectin content, FT-IR, NMR, XRD, SEM, GPC, TGA, and DSC, and was subsequently used to produce pod extract microspheres using spray drying technology. The extract was characterized for total phenolic content, antioxidant activity, acute toxicity against *Danio rerio*, and antimicrobial activity. The microspheres were characterized by color analysis, FT-IR, XRD, SEM, TGA, DSC, antioxidant activity, acute toxicity against *Danio rerio*, and antimicrobial activity. Ultrasound-assisted extraction showed a yield of 43.70%, with $4.4005 \pm 0.42\%$ protein, $8.350 \pm 0.095\%$ moisture, $0.188 \pm 0.11\%$ ash, pH 6.623 ± 0.136 , and amylose and amylopectin contents of $10.99 \pm 2.35\%$ and $89.01 \pm 2.35\%$, respectively. The starch exhibited typical physicochemical characteristics of carbohydrates, high purity, preserved morphology, a crystalline pattern typical of conventional starches, and thermal stability suitable for industrial applications. The extract showed low antioxidant activity (0.1344 ± 0.0127 $\mu\text{mol Trolox/g}$ sample) and low total phenolic content (TPC = 48.89 mg GAE/100 g sample), and also reduced zebrafish locomotor activity. However, it demonstrated considerable antimicrobial activity against *Staphylococcus aureus*, with inhibition halos ranging from 8.357 ± 1.319 to 12.567 ± 0.252 mm. The starch–extract microspheres also exhibited considerable antimicrobial activity against *S. aureus*, in addition to helping preserve the extract's properties and the morphological and physicochemical characteristics of the starch. It can be concluded that the residues and by-products generated from green cowpea processing have potential to be converted into higher value-added products, contributing to the development of new products and more sustainable industrial practices.

Keywords: starch; cowpea; microspheres; plant extract; spray dryer.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Espécies cultivadas consideradas como feijão pela legislação brasileira.....	25
Figura 2 - Estruturas químicas da amilose (a) e amilopectina (b).....	29
Figura 3 - Estrutura da amilopectina e suas cadeias.....	30
Figura 4 - Fluxograma das etapas do processo.....	38
Figura 5 - Etapas para a obtenção do feijão-caupi verde liofilizado.....	39
Figura 6 - Etapas para a obtenção da vagem seca e triturada.....	39
Figura 7 - Espectro de infravermelho para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	57
Figura 8 - Espectro de RMN ¹ H para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	58
Figura 9 - Difratoograma de Raio-X para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	60
Figura 10 - Micrografias dos grânulos de amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom com aumentos de 1000x (A) e 2000x (B).....	60
Figura 11 - Cromatografia de Permeação em Gel para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	62
Figura 12 - Curva de degradação térmica e primeira derivada em função do tempo para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	63
Figura 13 - Termograma de DSC para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	65
Figura 14 - Gráfico da curva de calibração padrão com ácido gálico para o extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.).....	66
Figura 15 - Atividade locomotora dos zebrafish após serem expostos a amostra de extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.).....	68
Figura 16 - Valores da concentração inibitória do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.), frente a diferentes microrganismos.....	72
Figura 17 - Espectro de infravermelho para as microesferas.....	75

Figura 18 - Difratoograma de Raio-X para as microesferas.....	76
Figura 19 - Micrografias dos grânulos das microesferas com aumentos de 5000x (A) e 10000x (B).....	77
Figura 20 - Curva de degradação térmica e primeira derivada em função do tempo para as microesferas.....	78
Figura 21 - Termograma de DSC para as microesferas.....	79
Figura 22 - Atividade locomotora dos zebrafish após consumo serem expostos a amostra das microesferas.....	81
Figura 23 - Valores da atividade inibitória das microesferas, frente a diferentes microrganismos.....	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Rendimentos da extração do amido obtido do feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.), por diferentes métodos.....	52
Tabela 2 - Coordenadas L*, a*, b*, obtidas para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	55
Tabela 3 - Esquema de interpretação das principais bandas evidenciadas durante a análise de Espectroscopia de Infravermelho.....	57
Tabela 4 - Valores de massas moleculares e polidispersividade obtidas através da análise de GPC para o amido de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.) extraído por ultrassom.....	63
Tabela 5 - Determinação da toxicidade aguda 96h do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.).....	69
Tabela 6 - Valores de atividade antimicrobiana por difusão em ágar do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.), frente a diferentes microrganismos.....	71
Tabela 7 - Valores da concentração bactericida do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (<i>V. unguiculata</i> (L.) Walp.), frente a diferentes microrganismos.....	73
Tabela 8 - Coordenadas L*, a*, b*, obtidas para as microesferas.....	74
Tabela 9 - Determinação da toxicidade aguda 96h das microesferas.....	82
Tabela 10 - Valores de atividade antimicrobiana por difusão em ágar das microesferas, frente a diferentes microrganismos.....	83
Tabela 11 - Valores da concentração bactericida das microesferas, frente a diferentes microrganismos.....	86

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%	Porcentagem
>	Maior
±	Mais ou menos
≤	Menor ou igual
°C	Graus Celsius
ABTS	Ácido 2,2'-azino-bis(3-etilbenzotiazolino-6-sulfônico)
AEA	Amido da Extração Ácida
AEB	Amido da Extração Alcalina
AEN	Amido da Extração Neutra
AEU	Amido da Extração por Ultrassom
AG	Ácido Gálico
ANOVA	Análise de Variância
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOAC	Associação de Colaboração Analítica Oficial
AR	Amido Resistente
CBM	Concentração Bactericida Mínima
CIM	Concentração Inibitória Mínima
CL ₅₀	Concentração Letal 50%
cm	Centímetros
CONAB	Companhia Nacional de Abastecimento
D ₂ O	Óxido de Deutério
DRX	Difração de Raios-X
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	Termogravimetria Derivada
EDTA	Ácido Etilenodiamino Tetra-Acético
FAO	Food and Agriculture Organization
FT	Fenólicos Totais

FTIR	Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier
g	Gramas
GAE	Equivalentes em Ácido Gálico
GPC	Cromatografia de Permeação em Gel
h	Horas
Hz	Hertz
IAL	Instituto Adolfo Lutz
J	Joules
KBr	Brometo de Potássio
kg	Quilograma
kV	Quilovolts
L	Litro
Log	Logaritmo
M	Molar
mA	Miliampere
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mg	Miligrama
min	Minutos
mL	Mililitro
mm	Milímetros
mM	Milimolar
Mw	Molecular Weight / Peso Molecular
Na ₂ CO ₃	Carbonato de Sódio
NaOH	Hidróxido de Sódio
ND	Não Determinado
nm	Nanômetro
p/v	Peso/Volume
ppm	Partes Por Milhão
RDC	Resolução da Diretoria Colegiada

RMN	Ressonância Magnética Nuclear
rpm	Rotações por Minuto
T ₀	Temperatura Inicial
T _c	Temperatura de Conclusão
TGA	Análise Termogravimétrica
T _p	Temperatura de Pico
TSA	Ágar Triptona de Soja
TSB	Caldo de Soja Tripcaseína
UFC	Unidade de Formação de Colônias
UV/Vis	Ultravioleta/Visível
W	Watt
α	Alfa
δ	Delta
ΔH	Entalpia
θ	Theta
μg	Micrograma
μL	Microlitro
μm	Micrômetro
μmol	Micromol

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	20
2	OBJETIVOS.....	23
2.1	Objetivo geral.....	23
2.2	Objetivos específicos.....	23
3	REVISÃO DA LITERATURA	24
3.1	Resíduos agroindustriais.....	24
3.2	Feijão-caupi verde (<i>Vigna unguiculata</i> (L.) Walp.).....	25
3.3	Amido.....	27
3.3.1	<i>Amilose e amilopectina</i>	28
3.3.2	<i>Gelatinização e retrogradação</i>	30
3.4	Métodos de extração de amido.....	31
3.5	Fontes não convencionais de amido.....	32
3.6	Aplicações do amido.....	33
3.7	Atividades biológicas do amido.....	34
3.8	Extratos vegetais.....	35
3.9	Microencapsulação.....	36
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	38
4.1	Etapas do processo.....	38
4.2	Obtenção e preparo das matérias-primas.....	38
4.3	Extração amilácea.....	39
4.3.1	<i>Extração em meio neutro</i>	39
4.3.2	<i>Extração alcalina</i>	40
4.3.3	<i>Extração ácida</i>	40
4.3.4	<i>Extração assistida por ultrassom</i>	41
4.4	Rendimento.....	41
4.5	Caracterização do amido.....	42

4.5.1	<i>Determinação do teor de proteínas.....</i>	42
4.5.2	<i>Determinação do teor de umidade.....</i>	42
4.5.3	<i>Determinação do teor de cinzas.....</i>	42
4.5.4	<i>Determinação do pH.....</i>	43
4.5.5	<i>Determinação de cor.....</i>	43
4.5.6	<i>Determinação do percentual de amilose aparente por UV/Vis.....</i>	43
4.5.7	<i>Determinação do percentual de amilopectina.....</i>	44
4.5.8	<i>Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR).....</i>	44
4.5.9	<i>Ressonância magnética nuclear (RMN) do ¹H.....</i>	44
4.5.10	<i>Difração de raios-X (DRX).....</i>	44
4.5.11	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....</i>	45
4.5.12	<i>Cromatografia de permeação em gel (GPC).....</i>	45
4.5.13	<i>Análise termogravimétrica (TGA).....</i>	45
4.5.14	<i>Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....</i>	45
4.6	Preparo do extrato da vagem.....	46
4.7	Caracterização do extrato da vagem.....	46
4.7.1	<i>Determinação de fenólicos totais.....</i>	46
4.7.2	<i>Determinação da atividade antioxidante.....</i>	46
4.7.3	<i>Toxicidade.....</i>	47
4.7.3.1	<i>Avaliação da segurança não clínica em Zebrafish (Danio rerio) adulto.....</i>	47
4.7.3.1.1	Teste de campo aberto.....	48
4.7.3.1.2	Toxicidade aguda 96h.....	48
4.7.4	<i>Determinação da atividade antimicrobiana.....</i>	48
4.7.4.1	<i>Ativação e preparo das cepas bacterianas.....</i>	48
4.7.4.2	<i>Difusão em ágar.....</i>	49
4.7.4.3	<i>Microdiluição em placas.....</i>	49
4.7.4.3.1	Determinação da concentração inibitória mínima (CIM).....	49
4.7.4.3.2	Determinação da concentração bactericida mínima (CBM).....	50

4.8	Obtenção das microesferas.....	50
4.9	Caracterização das microesferas.....	51
4.10	Análise estatística.....	51
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	52
5.1	Rendimento.....	52
5.2	Caracterização do amido.....	52
5.2.1	<i>Determinação do teor de proteínas.....</i>	<i>52</i>
5.2.2	<i>Determinação do teor de umidade.....</i>	<i>53</i>
5.2.3	<i>Determinação do teor de cinzas.....</i>	<i>54</i>
5.2.4	<i>Determinação do pH.....</i>	<i>54</i>
5.2.5	<i>Determinação de cor.....</i>	<i>55</i>
5.2.6	<i>Determinação do percentual de amilose aparente por UV/Vis.....</i>	<i>56</i>
5.2.7	<i>Determinação do percentual de amilopectina.....</i>	<i>56</i>
5.2.8	<i>Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR).....</i>	<i>56</i>
5.2.9	<i>Ressonância magnética nuclear (RMN) do ¹H.....</i>	<i>58</i>
5.2.10	<i>Difração de raios-X (DRX).....</i>	<i>59</i>
5.2.11	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....</i>	<i>60</i>
5.2.12	<i>Cromatografia de permeação em gel (GPC).....</i>	<i>62</i>
5.2.13	<i>Análise termogravimétrica (TGA).....</i>	<i>63</i>
5.2.14	<i>Calorimetria exploratória diferencial (DSC).....</i>	<i>65</i>
5.3	Caracterização do extrato da vagem.....	66
5.3.1	<i>Determinação de fenólicos totais.....</i>	<i>66</i>
5.3.2	<i>Determinação da atividade antioxidante.....</i>	<i>67</i>
5.3.3	<i>Toxicidade.....</i>	<i>68</i>
5.3.3.1	<i>Avaliação da segurança não clínica em Zebrafish (Danio rerio) adulto.....</i>	<i>68</i>
5.3.3.1.1	<i>Teste de campo aberto.....</i>	<i>68</i>
5.3.3.1.2	<i>Toxicidade aguda 96h.....</i>	<i>69</i>
5.3.4	<i>Determinação da atividade antimicrobiana.....</i>	<i>70</i>

5.3.4.1	<i>Difusão em ágar</i>	70
5.3.4.2	<i>Microdiluição em placas</i>	71
5.3.4.2.1	Determinação da concentração inibitória mínima (CIM).....	71
5.3.4.2.2	Determinação da concentração bactericida mínima (CBM).....	73
5.4	Caracterização das microesferas	74
5.4.1	<i>Determinação de cor</i>	74
5.4.2	<i>Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)</i>	74
5.4.3	<i>Difração de raios-X (DRX)</i>	76
5.4.4	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	77
5.4.5	<i>Análise termogravimétrica (TGA)</i>	78
5.4.6	<i>Calorimetria exploratória diferencial (DSC)</i>	79
5.4.7	<i>Determinação da atividade antioxidante</i>	80
5.4.8	<i>Toxicidade</i>	81
5.4.8.1	<i>Avaliação da segurança não clínica em Zebrafish (Danio rerio) adulto</i>	81
5.4.8.1.1	Teste de campo aberto.....	81
5.4.8.1.2	Toxicidade aguda 96h.....	82
5.4.9	<i>Determinação da atividade antimicrobiana</i>	83
5.4.9.1	<i>Difusão em ágar</i>	83
5.4.9.2	<i>Microdiluição em placas</i>	84
5.4.9.2.1	Determinação da concentração inibitória mínima (CIM).....	84
5.4.9.2.2	Determinação da concentração bactericida mínima (CBM).....	85
6	CONCLUSÃO	87
	REFERÊNCIAS	88

1 INTRODUÇÃO

No cenário atual, o aumento populacional e a expansão da industrialização são os principais impulsionadores da grande quantidade de resíduos produzidos pelas indústrias alimentícia e agrícola (Ravindran *et al.*, 2021). Segundo a FAO (Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura), anualmente cerca de 25% a 33% dos alimentos produzidos para consumo são perdidos ou jogados fora. Essa porcentagem equivale a 1.300 bilhões de toneladas de alimentos, sendo compostos por raízes, frutas, vegetais e sementes oleaginosas (40% a 50%), peixes (35%), grãos (30%), carnes e laticínios (20%) (FAO, 2021).

Dentre as cerca de 13 mil espécies de leguminosas, somente 12 são amplamente utilizadas em sua forma de grão e como alimento. No Brasil, o feijão comum (*Phaseolus vulgaris*) e o feijão-caupi (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.) destacam-se por serem as duas espécies mais cultivadas (Braga, 2020). O feijão-caupi é cultivado em mais de 50 países distribuídos entre os continentes africano, asiático e as regiões da América Central e do Sul, situando o Brasil como o terceiro maior produtor global desse grão (Rocha, 2021).

No mercado brasileiro, o feijão-caupi é comercializado de diversas formas, incluindo sementes para plantio, grãos secos, vagens verdes e grãos verdes, que possuem potencial para produção de enlatados e congelados, farinha, além de vagens para salada (Rocha, 2021). Durante a safra 2022/23, a região Nordeste produziu aproximadamente 564,8 mil toneladas de feijão-caupi, representando 76% da produção total do país, sobressaindo-se entre as leguminosas mais populares, sendo comumente apreciado tanto em sua versão verde quanto em sua versão seca. Em se tratando de área plantada, o Ceará destaca-se ao possuir 358 mil hectares, sendo considerada a maior área de plantação do nordeste (CONAB, 2022). Entretanto, sua produção em grande escala implica na geração de grandes quantidades de resíduos provenientes do beneficiamento/processamento do grão, que poderiam ser utilizados para a obtenção de outros bioprodutos de alto valor agregado.

O processamento do feijão-caupi verde visa transformar as vagens frescas em produtos seguros, nutritivos e de alta qualidade para o consumo. Com esse propósito, o processamento inclui diversas etapas, como seleção, classificação, lavagem, corte, branqueamento, resfriamento e embalagem. Dentre estas, a etapa de classificação é responsável por separar os grãos que possuem boa qualidade dos grãos que apresentam algum defeito, dividindo estes em dois grupos. Os grãos que possuem defeitos graves (grãos com presença de matérias estranhas e/ou impurezas, mofados, ardidados, germinados, carunchados e atacados por

lagarta das vagens) não podem ser utilizados e são considerados resíduos, já os que possuem defeitos leves (grãos danificados, amassados imaturos, quebrados e partidos) podem ser reaproveitados como subprodutos (Viana, 2021).

Apesar de apresentar danos estruturais, esse subproduto tem grande importância pelo alto valor nutricional, possuindo em sua composição cerca de 68,2% de carboidratos, 26,7% de proteínas, 10,6% de fibra alimentar, 6,9% de açúcares totais, 3,5% de cinzas e 1,43% de lipídios, em base seca (Gupta *et al.*, 2019). Considerando-se o teor proteico, é observado sua grande relevância tanto em qualidade quanto em quantidade de matéria que pode ser extraída. Contudo, também é observado que o teor de carboidratos corresponde ao maior percentual de macronutrientes, e que ainda é pouco estudado (Gomes *et al.*, 2021) visando seu aproveitamento.

O amido pode ser encontrado em diferentes espécies de plantas, sendo um carboidrato essencial que apresenta características funcionais diversas, podendo ser aplicado desde a indústria farmacêutica até a indústria de alimentos (Germani, 2021). Por ser um polissacarídeo encontrado em grande quantidade e possuir atributos tais como a biodegradabilidade, atoxicidade, ser oriundo de fontes renováveis, além de poder ser extraído com alto grau de pureza e ser modificado através de métodos químicos e bioquímicos, tais fatores tornam o amido uma opção de grande potencial e importância para a indústria (Ferreira; Almeida, 2022).

A procura por novas fontes de amido para suas diversas utilizações na indústria tem estimulado pesquisas que utilizam novas matérias-primas, como o subproduto gerado por meio do beneficiamento do feijão-caupi verde. Um exemplo é a utilização do amido como agente de parede para microencapsulação de extratos vegetais. Yue *et al.* (2020) avaliaram a utilização de amido com alto teor de amilose na microencapsulação de óleo funcional e observaram que ocorreu uma melhora significativa na estabilidade da microesfera, bem como na do óleo, apresentando uma menor taxa de oxidação lipídica da microesfera durante o armazenamento e um excelente resultado para os testes de liberação controlada.

As vagens do feijão-caupi são consideradas biomassas lignocelulósicas que não possuem amido em sua composição, contendo celulose, hemicelulose e polifenóis, cujo teor aumenta com a maturidade da planta. Resíduos agrícolas que possuem esses compostos bioativos, demonstram grande potencial para a indústria alimentícia, principalmente para produção de extratos contendo moléculas biologicamente ativas e de interesse. No entanto, o aproveitamento completo dessas matérias-primas renováveis e de baixo custo para a produção

de compostos bioativos ainda apresenta poucos estudos, necessitando de maior conhecimento científico (Avanza *et al.*, 2021).

A formação de microesferas permite que os compostos presentes nos extratos sejam entregues de maneira mais eficaz em produtos finais, como suplementos nutricionais, cosméticos anti-envelhecimento e alimentos funcionais. Além disso, a microesfera não só protege o composto durante o processamento, como também reduz a quantidade necessária para demonstrar o efeito desejado e torna possível a liberação controlada do composto, aumentando o tempo de ação de sua propriedade (Calderón-Oliver; Ponce-Alquicira, 2022; Choudhury; Meghwal; Das, 2021).

Em suma, as microesferas de extrato da vagem e amido obtido por meio do aproveitamento do subproduto do feijão-caupi representam uma abordagem tecnológica avançada para maximizar o aproveitamento dos compostos bioativos presentes nesses recursos vegetais, oferecendo benefícios significativos tanto para a indústria quanto para os consumidores.

Tendo em vista as informações apresentadas, realizou-se uma ampla busca nas principais bases de dados científicas, incluindo periódicos da CAPES, Scopus, Web of Science, SCieLO e PubMed, com o intuito de identificação de estudos relacionados a microesferas contendo o extrato da vagem de feijão-caupi verde e o amido obtido do subproduto do mesmo feijão. Entretanto, não foram encontradas pesquisas ou artigos anteriores que tratem especificamente sobre esse tema. Dessa forma, a ausência de registros sugere que o presente estudo é pioneiro, ressaltando sua importância e originalidade bem como sua contribuição significativa para o avanço do conhecimento científico sobre tal assunto.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Realizar a extração e caracterização da parte amilácea contida no subproduto industrial do beneficiamento do feijão-caupi verde e aplicar na formação de microesferas de extrato obtido do resíduo (vagens) do feijão, realizando suas respectivas caracterizações.

2.2 Objetivos específicos

- Extrair e avaliar o rendimento por meio de diferentes métodos de obtenção da fração amilácea contida no subproduto do beneficiamento do feijão-caupi verde;
- Caracterizar o amido selecionado através de análises de teor de proteínas, umidade, cinzas, pH, cor, amilose aparente, amilopectina, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), ressonância magnética nuclear (RMN), difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), cromatografia de permeação em gel (GPC), análise termogravimétrica (TGA) e calorimetria exploratória diferencial (DSC);
- Obter o extrato hidroalcoólico a partir do resíduo (vagem) do beneficiamento do feijão-caupi verde e realizar a sua caracterização por meio das análises de determinação de fenólicos totais, atividade antioxidante, toxicidade e atividade antimicrobiana frente a bactérias gram-positivas e gram-negativas;
- Obter microesferas contendo o amido extraído e o extrato proveniente da vagem do feijão-caupi verde e realizar sua caracterização através de análises de cor, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise termogravimétrica (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC), atividade antioxidante, toxicidade aguda frente a *Danio rerio* e atividade antimicrobiana frente a bactérias gram-positivas e gram-negativas.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Resíduos agroindustriais

A indústria de alimentos, bem como a agroindústria, são responsáveis pela produção em grande escala de resíduos sólidos e líquidos, criando um desafio significativo em relação ao tratamento adequado e ao potencial impacto ambiental. No entanto, com a consciência ecológica adquirida ao longo dos anos, os resíduos provenientes desses setores passaram a ser valorizados como subprodutos de grande importância, deixando de ser descartados em aterros sanitários ou utilizados como ração animal/adubo, uma vez que passaram a ser reconhecidos como elementos ricos em biomassa e nutrientes (Guedes *et al.*, 2021).

Conforme estipulado pela Lei brasileira federal nº 12.305, de 2 de agosto de 2010, os resíduos são definidos como quaisquer materiais, substâncias, objetos ou bens descartados resultantes das atividades humanas na sociedade, podendo se apresentar na forma sólida, semissólida, líquida ou gasosa e sua adequada gestão visa à redução dos impactos negativos causados à saúde humana e ao meio ambiente. Dessa forma, o manejo apropriado dos resíduos industriais é uma responsabilidade compartilhada que abrange desde os produtores até o consumidor final (Souza *et al.*, 2021).

Atualmente, a agroindústria tem aumentado seus investimentos na capacidade de processamento, o que resulta na produção de grandes quantidades de subprodutos (Gaete; Teodoro; Martinazo, 2020). Empresas que lidam com diferentes tipos de biomassa produzem subprodutos que possuem características específicas, variando em quantidade, forma e composição. Por conseguinte, a utilização da biotecnologia e de processos biológicos oferecem opções significativas para aproveitar de forma eficaz esses resíduos biodegradáveis como matéria-prima em novos procedimentos e produtos (Woiciechowski *et al.*, 2020). Salienta-se ainda, que os resíduos agroindustriais possuem grande potencial nutritivo, contendo carboidratos, proteínas e lipídios em sua composição (Costa, 2020).

A atividade agropecuária, vem desempenhando um papel essencial para a economia ao gerar alimentos, fibras e bioenergia, sendo responsável também por matérias-primas que nos dias atuais são destinadas à produção de bioprodutos e bioinsumos. Esses avanços foram viabilizados pelo progresso científico e tecnológico, o qual possibilitou a criação de diferentes técnicas para a obtenção de novas biomassas, com a utilização de culturas e resíduos de forma eficiente (Silvio, 2020).

O descarte indesejado de frutas, por exemplo, pode ser mitigado através da produção de farinha utilizando-se resíduos gerados na produção de polpas. Esta farinha pode ser empregada para enriquecer o valor nutricional de produtos cárneos, lácteos e de panificação, além de substituir a farinha de trigo em determinadas circunstâncias (Ansiliero *et al.*, 2020). Estudos realizadas por Oliveira, Oliveira e Mendes (2021), avaliando-se as propriedades físico-químicas e a composição nutricional da farinha proveniente da casca de abacaxi, verificaram que o subproduto apresentou elevados teores de fibras e minerais (como por exemplo cálcio e magnésio), podendo ser utilizado para suplementação alimentar.

As fibras contidas nos resíduos derivados do processamento da cenoura, por sua vez, têm sido reconhecidas como uma fonte de ingredientes considerados naturais e funcionais, com potencial aplicação para o enriquecimento de produtos isentos de glúten, resultando em um aumento no teor total de fibras alimentares e contribuindo para a otimização dos atributos sensoriais e físicos (Damiani *et al.*, 2020; Gheno *et al.*, 2022).

3.2 Feijão-caupi verde (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.)

Feijão é o termo geral utilizado para designar uma ampla variedade de plantas pertencentes à família das leguminosas (Fabaceae), que se destacam pela presença do fruto do tipo legume. Apesar de receberem essa designação, nem todas as plantas que fazem parte dessa família pertencem à mesma espécie (Ferreira *et al.*, 2021). No Brasil, as espécies cultivadas consideradas como feijão pela legislação são o *Phaseolus vulgaris* (feijão carioca, feijão preto ou feijão especial), o *Vigna unguiculata* (feijão-caupi, vigna, feijão-da-colônia, feijão-da-estrada ou feijão-de-corda) e o *Cajanus cajan* (feijão-guandu, andu ou ervilha-de-pombo), conforme a Figura 1 (Barros, 2019; Dantas *et al.*, 2021).

Figura 1 - Espécies cultivadas consideradas como feijão pela legislação brasileira.



Encontrado principalmente nas regiões da Ásia, África e América Latina, o feijão-caupi (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.), também denominado por feijão-de-corda, feijão-macassar, dentre outras nomenclaturas, é uma das fontes alimentícias mais antigas para os seres humanos, sendo cultivado provavelmente desde a era neolítica (Abreu, 2018; Avanza *et al.*, 2021).

O cultivo do feijão-caupi foi inserido, no Brasil, aproximadamente na última metade do século XVI, quando os colonizadores portugueses trouxeram essa leguminosa para o estado da Bahia (Silva *et al.*, 2018). Essa cultura tornou-se socioeconomicamente significativa devido a sua rica composição nutricional atrelada a sua capacidade fomentadora de empregos, sendo uma importante fonte de renda para os agricultores. Ainda, sua adaptabilidade ao clima semiárido lhe confere destaque em relação a outras espécies de feijão cultivadas na região nordeste (Nogueira *et al.*, 2019; Freitas, 2021).

Sendo uma cultura que possui uma ampla diversidade genética, o feijão-caupi apresenta diferenças em relação às características morfológicas dos grãos, possibilitando vários nichos de comercialização (Silva *et al.*, 2022). Aspectos como suas dimensões, tonalidades, características sensoriais, qualidades tecnológicas e nutricionais, dentre outros fatores, são determinantes para a valorização do produto, tanto em níveis de mercado nacional quanto internacional. Em diferentes regiões ou estados, existe uma certa preferência por grãos que apresentem características específicas. Devido a isso, a etapa de seleção, é essencial para atender às demandas do mercado (Ferreira *et al.*, 2021).

Em se tratando do feijão-caupi verde, as etapas de produção, processamento e comercialização ainda não possuem regulamentação. Dessa forma, para que seja classificado como verde, o feijão deve ter suas vagens colhidas em seu estágio de maturidade, ou seja, um pouco antes ou depois do momento em que param de acumular fotossintatos e iniciam seu processo natural de desidratação. Nesse momento os grãos apresentam aproximadamente 60 % de umidade e as vagens podem ser colhidas e destinadas ao consumo imediato ou serem comercializadas (Freire Filho; Rocha, 2021).

Constituídos por proteínas e carboidratos, além de possuir aminoácidos essenciais, os grãos verdes possuem grandes quantidades de amido, que apresenta digestibilidade lenta se comparado com os amidos encontrados em tubérculos e cereais, propiciando um menor impacto na concentração de glicose sanguínea. Ademais, o feijão-caupi é também uma ótima fonte de vitaminas do complexo B e possui quantidades consideráveis de lisina, tornando-o propício

para a produção de produtos com excelente complementação de aminoácidos, elevando o seu valor nutritivo (Diniz *et al.*, 2024; Oliveira *et al.*, 2021).

Os grãos verdes de feijão-caupi integram um mercado extremamente promissor, emergindo como uma opção vantajosa de renda para os pequenos produtores rurais (Oliveira, 2020), apresentando grandes possibilidades tanto para o aumento do consumo quanto para o processamento industrial (Sobrinho *et al.*, 2022). Sua comercialização ocorre de forma a granel ou sob embalagens plásticas e a qualidade do grão é fator essencial neste processo, onde o mesmo não deve possuir impurezas e deve exibir características visuais agradáveis ao consumidor (Rocha, 2021).

Segundo parâmetros estabelecidos pela Instrução Normativa nº 12, de 28 de março de 2008 (Brasil, 2008), a etapa de seleção se faz extremamente relevante, uma vez que os grãos que apresentam características indesejáveis, tais como tamanho irregular, coloração atípica, grãos amassados, danificados (quebrados ou partidos), entre outros, são descartados, tendo como consequência a geração de uma grande quantidade de resíduos.

Os grãos que são identificados como fora do padrão, mesmo sendo descartados, ainda se apresentam sadios em sua grande maioria e possuem boa qualidade. Diante disso, os subprodutos (grãos com defeitos leves) do processamento de feijão-caupi verde demonstram grande potencial para serem utilizados, visto que essa matéria-prima apresenta elevado valor nutricional, sendo rica em amido de alta qualidade (Abebe; Alemayehu, 2022).

3.3 Amido

O amido é considerado vital e indispensável para a alimentação, sendo uma das principais fontes de carboidratos das plantas, destacando-se como um dos polímeros naturais mais prevalentes. Este polímero biodegradável, amplamente utilizado por diversas plantas como reserva de energia, é encontrado em várias fontes vegetais, como os grãos, legumes e tubérculos. Além disso, é o segundo material de biomassa mais comum na natureza (Domingos *et al.*, 2020).

Sendo um polímero macromolecular, o amido desempenha um papel crucial com uma variedade de morfologias, estruturas e propriedades, todas determinantes para sua aplicabilidade, gerando interesse por parte das indústrias em descobrir novas fontes com propriedades inéditas e distintas (Guo, 2018). Entender tal estrutura bem, como a sua composição, é imprescindível, uma vez que a proporção entre as cadeias de amilose e

amilopectina contidas neste polímero afetam as dimensões, a organização da estrutura granular e a funcionalidade do amido (Bello-Perez *et al.*, 2019).

Diversas indústrias utilizam o amido tendo em vista suas características benéficas aos processos (Farias, 2022). Porém, a indústria de alimentos se sobressai devido ao grande leque de aplicações desta matéria-prima, que se estende desde sua utilização como agente espessante e agente estabilizante, resultando em um alimento com melhor textura, entre diversas outras aplicações (Pires, 2021).

As diferentes fontes de amido, bem como suas características, diferenciam-se de acordo com uma série de fatores como o clima e a localização de onde são oriundas, bem como as tradições destes locais (Cesar *et al.*, 2021). Mundialmente, os amidos mais comercializados são provenientes principalmente do milho, seguido por batata, trigo, mandioca e batata doce (Farias, 2022).

Os estudos em torno do amido encontrado em leguminosas não são tão visados quando comparados aos estudos de amidos advindos de fontes como os cereais e os tubérculos. Isso resulta em uma escassez de informações acerca dos métodos de extração apropriados, estrutura molecular detalhada e rendimento do amido de feijão, por exemplo. Porém, o número de pesquisas sobre estas fontes têm sofrido um aumento significativo por diferentes motivos, desde sustentabilidade, reaproveitamentos de subprodutos ou até mesmo por costumes culturais (Tagliapietra *et al.*, 2021).

Dessa forma, é de extrema importância que os amidos provenientes das leguminosas sejam estudados e descritos com maior precisão a fim de possibilitar o desenvolvimento de novas aplicações, visando principalmente a indústria alimentícia (Dereje, 2021).

3.3.1 Amilose e amilopectina

O amido tem seus grânulos formados tipicamente por dois tipos distintos de polissacarídeos, sendo eles a amilose e a amilopectina (Fuentes *et al.*, 2019). Essas moléculas podem ter sua proporção variada no grânulo de acordo com a origem e grau de maturação da espécie botânica, podendo acarretar em diferenças nas características das suspensões de amido (Laranjeira, 2021).

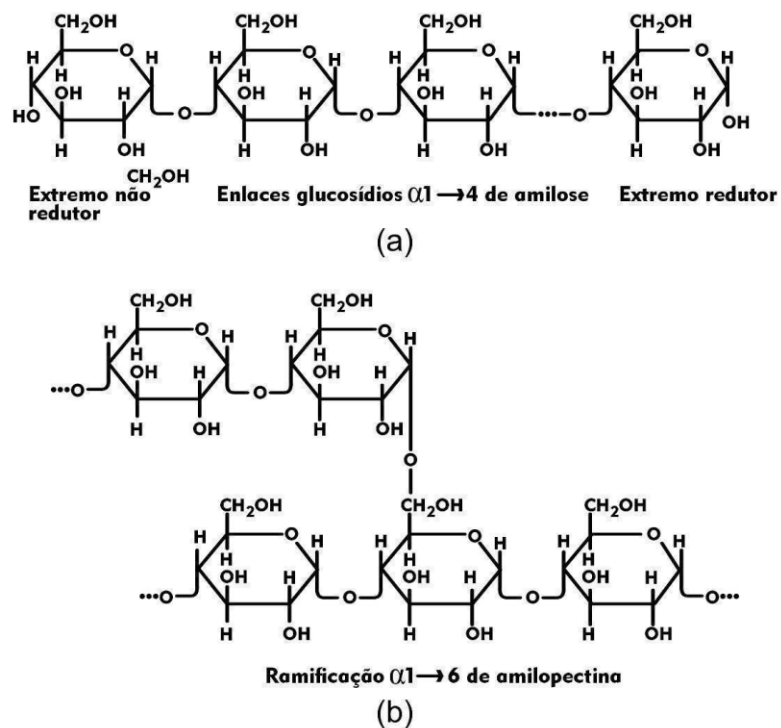
A estrutura da amilose possui forma linear e é composta por unidades de anidroglicose que estão principalmente unidas por meio de ligações glicosídicas do tipo α -

D-(1→4) (Figura 1a). Sua massa molecular pode sofrer variação na ordem de 10^5 a 10^6 g/mol de acordo com o método extrativo e a origem do amido, possuindo alto grau de polimerização, tornando-se, dessa forma, maior que a maioria dos polímeros habituais (Ferreira; Almeida, 2022).

De acordo com Loureiro *et al.* (2019), devido à sua estrutura linear, a amilose tende a formar estruturas helicoidais, favorecendo a formação de complexos com diferentes moléculas, como o iodo, que é usado para identificar a presença de amido em experimentos laboratoriais. Embora a amilose possa ocasionalmente exibir ramificações, estas são muito menos comuns se comparadas à amilopectina.

A amilopectina é considerada uma molécula grande se comparada à amilose, possuindo peso molecular na faixa de 10^7 a 10^9 g/mol. Sua estrutura contém diversas frações de α -D-glicose com ligações $\alpha(1-4)$ (Figura 1b), que estão conectadas umas às outras através de ligações $\alpha(1-6)$, totalizando aproximadamente 5% das ligações glicosídicas (Haq *et al.*, 2019; Los, 2019).

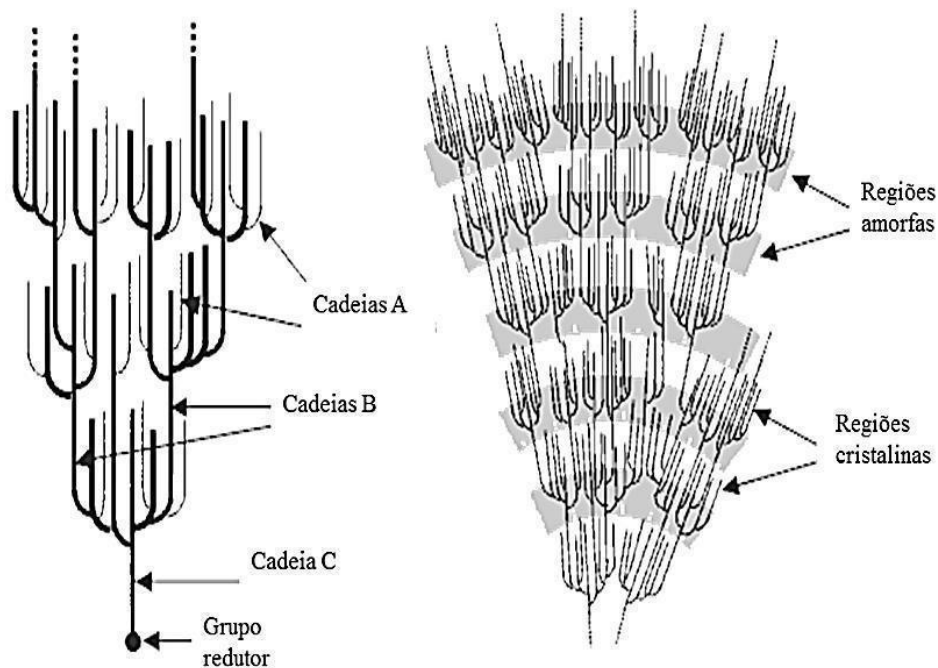
Figura 2 - Estruturas químicas da amilose (a) e amilopectina (b).



Fonte: Coultate (1984).

A estrutura da amilopectina apresenta um alto nível de complexidade devido às suas ramificações, sendo frequentemente descrita por meio do modelo de "clusters". De acordo com essa representação, a amilopectina é composta por uma cadeia principal "C" contendo um terminal redutor, além de várias cadeias ramificadas designadas como "A" e "B". Enquanto as cadeias "B", que são internas e ramificadas, possuem aproximadamente 40 unidades de glicose, as cadeias "A", externas e cristalinas, não possuem ramificações e contêm cerca de 15 unidades de glicose. Estas cadeias organizam-se em hélices duplas que se combinam para formar estruturas cristalinas. Esses cristais agrupam-se em clusters que podem se organizar em arranjos monoclinicos ou hexagonais (Teixeira, 2022).

Figura 3 - Estrutura da amilopectina e suas cadeias.



Fonte: Adaptado de Teixeira (2022).

3.3.2 Gelatinização e retrogradação

Quando não danificados, os grânulos de amido apresentam-se insolúveis em água, podendo, entretanto, absorvê-la de forma reversível. Dessa forma, o grânulo pode sofrer inchamento e ao secar voltar ao seu tamanho normal (Borba *et al.*, 2021).

O processo de gelatinização por sua vez ocorre quando os grânulos de amido absorvem água e incham ao serem submetidos a altas temperaturas em meio aquoso, resultando na ruptura das estruturas cristalinas e na formação de um gel elástico e opaco. Isso ocorre devido

à quebra das ligações de hidrogênio entre as moléculas de amilose e amilopectina, levando à liberação das cadeias polissacarídicas e à formação de uma rede gelatinizada, tornando o amido mais suscetível à ação de enzimas digestivas (Alvarez-Ramírez *et al.*, 2019; Bashir; Aggarwal, 2019; Liu *et al.*, 2019). Além disso, a temperatura necessária para ocorrer esse processo está diretamente associada à propriedade cristalina da estrutura do amido (Wang *et al.*, 2023).

Quando seu aquecimento ocorre de forma contínua e na presença de água em excesso, o grânulo sofre inchamento, promovendo o processo de lixiviação da amilose e de outros compostos que são solúveis, para o meio aquoso. O processo é então finalizado quando cessadas todas as alterações e têm-se a formação do gel (Damodaran; Parkin, 2019; Agama-Acevedo; Flores-Silva; Bello-Perez, 2019; BeMiller, 2019a).

Com o início do processo de resfriamento do gel de amido, as moléculas de amilose e amilopectina se reorganizam e dão origem a estruturas que podem ser diferentes das originais. Esse processo é conhecido como retrogradação e ocorre devido ao amido gelatinizado não estar em equilíbrio termodinâmico. Esse fenômeno é comumente observado em amidos nativos e seguido da liberação de água, conhecida como sinérese (Ai; Jane, 2018; BeMiller, 2019b; Schmiele; Sampaio; Clerici, 2019).

O processo de retrogradação é complexo e tem grande incidência principalmente em amidos com altos teores de amilose, tendo como catalisador ciclos de congelamento-descongelamento realizados repetidamente. Este processo pode ser explicado como a reorganização parcial das ligações rompidas, ocasionando alterações que podem ser desejáveis ou não. Dentre estas alterações, a ocorrida na textura é a mais observada, uma vez que influencia diretamente na digestibilidade dos alimentos e em sua aceitação pelo consumidor, sendo considerada um processo vantajoso para sobremesas de consistência cremosa ou gelatinosa, porém indesejável para a maioria dos alimentos (Romko, 2024).

3.4 Métodos de extração de amido

O amido pode ser extraído utilizando-se diferentes metodologias, que podem variar de acordo com sua origem e a finalidade de aplicação desejada. Usualmente o material analisado passa por uma série de processos que incluem a moagem na presença de solução aquosa neutra, alcalina e/ou ácida, em seguida ocorre a separação das fibras, suspensão, centrifugação, purificação e desidratação em temperaturas inferiores a 50°C (Farias, 2022).

A extração em meio neutro se destaca por ser a mais utilizada. Esse processo envolve a maceração do material seguido por trituração em água, peneiramento e posterior centrifugação, tendo como produto final o amido nativo (Brito, 2019). No entanto, ao utilizar água como solvente, é possível obter grânulos com elevada concentração de proteínas e lipídios (Pires *et al.*, 2021)

Dentre as diversas metodologias existentes, é evidenciado por meio de vários estudos que a presença de metabissulfito de sódio em pequenas concentrações, na água utilizada para extração, acarreta na inibição do escurecimento enzimático da amilose. Tal aplicação é vantajosa pois o metabissulfito é descartado da pasta de amido nativo, garantindo que o amido não contenha resíduos indesejados que possam afetar sua qualidade ou segurança (Castro, 2019).

A extração alcalina ocorre habitualmente com a utilização de solução de hidróxido de sódio (NaOH). Tal método tem sido descrito por sua eficácia para o isolamento de amido, destacando-se entre as demais metodologias por exibir elevado rendimento de extração e baixos níveis de resíduos protéicos. Entretanto, no decorrer do processo, o grânulo de amido passa por uma série de mudanças em suas características físico-químicas e microestruturais. Dependendo do tipo de reagente, sua concentração utilizada, bem como o tempo e o tipo de amido, essas alterações podem variar, afetando suas propriedades (Farias, 2022).

A extração assistida por ultrassom, por sua vez, utiliza cavitação, gerando ciclos de compressão e expansão que rompem células e liberam seu conteúdo, mantendo a temperatura estável para preservar os nutrientes. Esta técnica oferece vantagens como, menor custo, maior rendimento, menor quantidade necessária de reagentes químicos e energia, e redução do tempo de processamento. Ainda, estudos mostram que a extração assistida por ultrassom proporciona melhor qualidade do composto extraído (Rocha, 2020; Wen *et al.*, 2019).

3.5 Fontes não convencionais de amido

Os amidos não convencionais referem-se aos tipos de amido encontrados em fontes vegetais menos comuns, muitas vezes pouco exploradas pela indústria ou ainda desconhecidas. O crescimento das pesquisas relacionadas a estes tipos de amidos aliados ao aumento da demanda por alimentos com menor índice glicêmico tem impulsionado a busca por fontes não convencionais. Dentre estas, pode-se citar as frutas, rizomas, cereais, pseudo cereais e legumes (Laranjeira, 2021; Makroo *et al.*, 2021; Zhu, 2020).

Souza (2019) analisou o amido presente na amêndoa da manga (*Mangifera indica* L.) e observou que suas características o tornam apto para o uso em alimentos ou como matéria-prima. Seus grânulos apresentam propriedades como a geração de um gel mesmo em baixa temperatura, capacidade de retenção de líquido, além de possuir boa cristalinidade para o uso em fritura.

Estudos analisando lentilhas australianas, identificaram elevados teores de amido com alto grau de pureza, sendo produzido através de sua farinha, tendo potencial para utilização como componente funcional para produção de alimentos à base de cereais (Makroo *et al.*, 2021). O amido proveniente do fruto da banana, também demonstrou qualidades promissoras para aplicação industrial, apresentando altos teores de amilose, viscosidade e amido resistente (Takeiti *et al.*, 2020).

Por outro lado, Barros e colaboradores (2021), observaram as características apresentadas pelo amido extraído do Ariá (*Goepertia allouia*), um tubérculo de origem amazônica, e estas possuíram caráter mediano ao serem comparadas às encontradas na batata, por exemplo. O autor explica que essa diferença acontece devido ao teor de amilose presente, fazendo com que o amido apresente características físico-químicas diferentes, como menor retenção de líquido e menor transparência após a formação de gel.

Diante do exposto, para garantir que o processo de extração do amido alcance os resultados desejados, é fundamental empregar técnicas e procedimentos adequados, os quais desempenham um papel crucial na obtenção do produto desejado. Em consequência, tem havido um aumento na pesquisa de métodos extrativos de amido que exploram novas fontes, buscando compreender as diferenças apresentadas por cada uma (Silva *et al.*, 2023).

3.6 Aplicações do amido

Os amidos têm uma ampla gama de aplicações, compreendendo desde a indústria de produção de plásticos até a indústria de alimentos (Miranda *et al.*, 2019). Segundo Silva (2022) isso ocorre devido ao seu baixo custo, atrelado a sua alta disponibilidade. Ainda, a modificação e mistura do amido com outras substâncias vem sendo bastante implementada pela indústria de produtos plásticos. Ao adotar essa metodologia, seu processamento é facilitado e a depender do plastificante utilizado para a mistura, é possível se obter um amido termoplástico, com características versáteis.

Já na indústria de alimentos os amidos são empregados para modificar de forma desejada diversas características sensoriais sendo capazes de auxiliar também no aumento da vida de prateleira. Dentre suas aplicações tem-se o poder de conferir textura lisa e crocante, reter ou causar a inibição da umidade, estabilizar emulsões, dentre outras (Agama-Acevedo; Flores-Silva; Bello-Perez, 2019).

De acordo com Miguel (2023), para a produção de filmes utilizando amido deve-se considerar fatores tais como a quantidade de amilopectina/amilose, origem do amido, grau de cristalinidade, as interações que podem ocorrer entre o amido e os plastificantes, bem como o método de processamento do filme. Tal produção é geralmente aliada a adição de outros polímeros biodegradáveis visando a obtenção de melhores propriedades.

Ao ser empregado como revestimento em microesferas, o amido viabiliza a criação de camadas ou películas translúcidas sobre a superfície do núcleo, resultando em um encapsulamento eficaz. Além disso, o amido também irá proporcionar melhorias nas características físico-químicas das amostras encapsuladas, podendo ser desde o aumento da estabilidade térmica, até a sua liberação controlada. Esta liberação lenta fará com que o efeito antimicrobiano e/ou de compostos funcionais sejam mais eficazes, uma vez que irão agir por mais tempo, por exemplo (Zhao *et al.*, 2023).

Ainda que o amido possua diversas funções na indústria de alimentos, pode-se aumentar ainda mais essa diversidade ao modificar sua estrutura através de métodos químicos, físicos ou enzimáticos. Ao realizar essa alteração por meio químico, um grupo funcional específico será adicionado em sua estrutura, dessa forma conferindo uma característica funcional, melhorando aspectos como sua capacidade de gelatinização ou a sua tendência à retrogradação (Ai; Jane, 2018; Amaraweera *et al.*, 2021; Punia, 2020).

Estudos mostram que amidos modificados pelo método químico normalmente são utilizados como agentes quelantes ou crioprotetores, modificadores de sabor e coloração e, por fim, até mesmo como substrato em reações de fermentação. Visto isso, os amidos destinados a produtos alimentícios podem ser modificados com intuito de melhorar propriedades como sua densidade de pasta ou sua resistência a temperaturas (Chen; Kaur; Singh, 2018).

3.7 Atividades biológicas do amido

O amido desempenha um papel essencial na nutrição humana ao fornecer a energia metabólica necessária para que o corpo realize suas diversas funções. Do ponto de vista

nutricional, de acordo com sua velocidade e extensão de digestão o amido pode ser classificado em amido de digestão rápida, de digestão lenta ou resistente. Durante o processamento de alimentos ricos em amido, essas moléculas passam por várias transformações físicas, resultando na formação de amido resistente, que por sua vez apresenta importantes propriedades funcionais (Emeje, 2020).

O amido resistente (AR) é uma porção do amido que não é digerido no intestino delgado, sendo fermentado no cólon pelas bactérias intestinais. Este pode ser dividido em cinco tipos: AR1 (amido fisicamente inacessível), AR2 (amido granular nativo), AR3 (amido retrogradado), AR4 (amido quimicamente modificado) e AR5 (complexo amilose-lipídio) (Ferronato; Rossi; Cappellari, 2020), e possui propriedades tais como, a redução do risco de doenças como diabetes, obesidade e dislipidemia, diminuição da esteatose hepática, aumento da saciedade e auxílio na perda de peso. Ainda, outros benefícios incluem o melhoramento da frequência fecal, prevenção de constipação, redução de mutações genéticas, diminuição do pH do cólon, entre outros (Holland, 2022).

Durante a fermentação do AR por meio das bifidobactérias, ácidos graxos voláteis (AGV) como, o ácido acético, butírico e propiônico e gases como metano, dióxido de carbono e hidrogênio, são formados no cólon. Entre esses, o ácido butírico tem despertado crescente interesse, por possuir propriedades protetoras contra o câncer colorretal, sendo também empregado como fonte energética para os colonócitos, exercendo influência na apoptose dessas células, auxiliando também na prevenção e tratamento de estágios avançados do câncer (Ranieri; Delani, 2014).

Estudo realizados por Zuo e colaboradores (2022), analisando os efeitos do amido resistente de feijão sobre ratos com pancreatite aguda induzida por hiperlipidemia (HLAP), evidenciaram que o AR atuou na redução do conteúdo lipídico sérico, causou a melhora do edema pancreático e do dano inflamatório, aumentou a expressão de proteínas de junção estreita e diminuiu a permeabilidade da mucosa intestinal, apresentando dessa forma, grande potencial para prevenção do HLAP e contribuindo para o desenvolvimento de alimentos nutracêuticos tendo o feijão como matéria-prima base.

3.8 Extratos Vegetais

Devido ao crescimento do interesse de abordagens mais naturais em diferentes áreas, como na agricultura, gastronomia e na indústria de alimentos, os estudos envolvendo as

aplicações de extratos vegetais, visando suas propriedades, têm crescido consideravelmente (Carvalho et al., 2022; Brito, Silva, 2022).

Os extratos vegetais são substâncias obtidas a partir de plantas e que reúnem elementos ativos fundamentais para diversas propriedades benéficas. Estes têm sido frequentemente empregados na indústria de cosméticos, alimentação e saúde devido às suas características antioxidantes, anti-inflamatórias, antimicrobianas, entre outras (Ferreira *et al.*, 2024).

Na indústria alimentícia, uma das aplicações estudadas, dentre outras, é a utilização de extratos vegetais como antioxidante natural, proporcionando uma maior estabilidade oxidativa e, com isso, melhorando a vida de prateleira em produtos cárneos, por exemplo (Awad et al., 2021).

Porém, para que os extratos apresentem seus devidos benefícios, um processo extrativo adequado deve ser realizado, garantindo um bom rendimento e ótimas concentrações de compostos bioativos (Plaskova, Mlcek, 2023). Awad et al. (2021), descreve que estas características dependem largamente dos parâmetros usados no processo, como o preparo da amostra, o solvente utilizado, a duração do processo, entre outros parâmetros.

Além disso, extratos vegetais facilmente sofrem degradação por diferentes fatores, como luz ou temperatura, por exemplo (Kyriakoudi et al., 2021). Ademais, sua aplicação sofre restrições dependendo de sua natureza ser hidrofóbica ou hidrofílica, fazendo com que alguns extratos apresentem dificuldades de solubilização dependendo do produto em que serão aplicados (Plaskova, Mlcek, 2023).

Contudo, como descrito por Kyriakoudi et al. (2021), o processo de microencapsulação destes compostos serve como meio de superar estas dificuldades, além de apresentar diferentes vantagens para a aplicação destes extratos.

3.9 Microencapsulação

A microencapsulação é uma técnica conhecida por proporcionar a proteção de pequenas partículas sejam elas sólidas, líquidas ou gasosas, utilizando para isso um sistema de revestimento. O material encapsulado é denominado núcleo, enquanto o material que forma o revestimento é denominado de parede ou agente encapsulante, podendo este ser um revestimento de origem natural, sintética ou semissintética (Sousa *et al.*, 2022).

Para ser qualificada como micropartícula, é preciso que o produto resultante do processo possua diâmetro variando de 1µm a 1000µm na escala microscópica, o que resulta em

um revestimento semipermeável e resistente. A microencapsulação traz vantagens como a preservação do material encapsulado, liberação controlada, maior durabilidade e prevenção de características sensoriais indesejadas (Pereira *et al.*, 2018; Viana *et al.*, 2021).

As partículas resultantes do processo variam em tamanho, forma e estrutura com base no método de encapsulação e no agente encapsulante utilizado. Há vários métodos de microencapsulação, classificados em físicos, químicos e físico-químicos e sua escolha depende do tipo de material a ser encapsulado, da interação com o agente encapsulante, da aplicação pretendida bem como do mecanismo de liberação desejado (Ribeiro; Veloso, 2020).

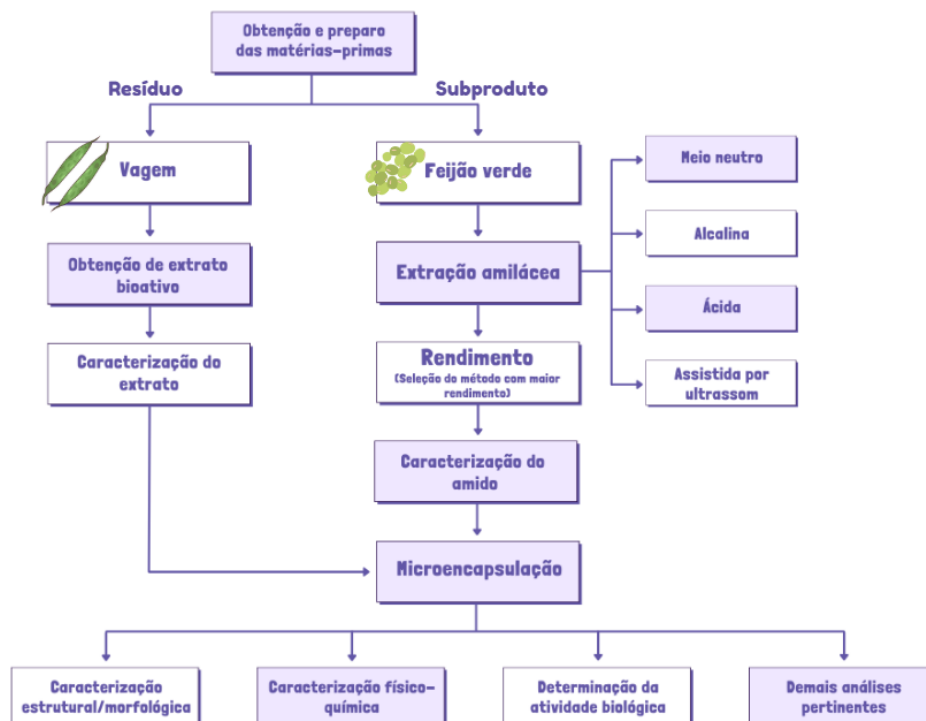
Diante disso, a microencapsulação surge como uma alternativa vantajosa e viável, uma vez que possibilita a proteção do material encapsulado de condições hostis e de estresses ambientais, sendo capaz de garantir a passagem de determinadas substâncias através do intestino (Hayayumi-Valdivia; Márquez-Villacorta; Pretell-Vásquez, 2021).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Etapas do processo

A pesquisa foi desenvolvida conforme as etapas representadas na Figura 4.

Figura 4 - Fluxograma das etapas do processo.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

4.2 Obtenção e preparo das matérias-primas

As matérias-primas vegetais utilizadas foram provenientes do subproduto do beneficiamento do feijão-caupi verde (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.), variedade pingo de ouro e suas vagens (denominadas de “palha” pela indústria beneficiadora), que foram disponibilizadas por uma indústria alimentícia localizada em Fortaleza-Ceará.

Os grãos foram inicialmente selecionados, separados de qualquer impureza (Figura 5A), triturados em liquidificador doméstico (Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) (Figura 5B), congelados e em seguida submetidos à secagem em Liofilizador (Modelo LP510, Marca Liobras) (Figura 5C), sendo por fim armazenados sob temperatura ambiente até as análises. As vagens, por sua vez, foram submetidas à higienização (Figura 6A) em solução clorada 100 ppm

por 20 min em seguida foram secas em estufa (Modelo SL-102/2000, Marca Solab) (Figura 6B), trituradas (liquidificador doméstico Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) (Figura 6C) e armazenadas sob temperatura ambiente.

Figura 5 - Etapas para a obtenção do feijão-caupi verde liofilizado.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Figura 6 - Etapas para a obtenção da vagem seca e triturada.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

4.3 Extração amilácea

O processo extrativo do amido foi conduzido através de quatro metodologias: meio neutro, alcalino, ácido e assistido por ultrassom, avaliando, por conseguinte, seus rendimentos e percentuais de amilose.

4.3.1 Extração em meio neutro

A extração em meio neutro foi realizada utilizando-se a metodologia de Kayode *et al.*, (2021) com adaptações. Inicialmente foi preparada uma solução extratora composta por água destilada e bissulfito de sódio em concentração de 0,1% (p/v). Após isso, o subproduto previamente triturado e liofilizado foi diluído na solução em proporção de 1:10 (amostra:solução), triturado em liquidificador doméstico (Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) por 3 min e homogeneizado em agitador mecânico de hélice (Modelo RW 20 digital, Marca IKA®) a 450 rpm por 30 min. Em seguida a mistura foi filtrada em peneira granulométrica (Marca Pavitest) 200 mesh e o material retido lavado com água destilada. O

processo de lavagem foi repetido três vezes visando a recuperação máxima do amido. Logo após, a solução foi deixada em repouso por 24 h a 8 °C para que o amido sedimentasse no fundo do recipiente. Posteriormente, o sobrenadante foi removido e o amido recuperado por centrifugação (Modelo UNIVERSAL 320, Marca Hettich) a 8.000 rpm sob temperatura de 25 °C por 10 min. O amido resultante foi adicionado de etanol em pequenas quantidades, seco em estufa (Marca SolidSteel, Capacidade 40L) a 50 °C por 24 h, moído com o auxílio de almofariz e pistilo, peneirado e por fim armazenado à temperatura ambiente.

4.3.2 Extração alcalina

A extração alcalina foi realizada conforme metodologia descrita por Verwimp *et al.* (2004), com adaptações. Primeiramente foi preparada uma solução extratora contendo NaOH 0,5% e bissulfito de sódio em concentração de 0,1% (p/v). Em seguida o subproduto previamente triturado e liofilizado foi diluído na solução na proporção de 1:10 (amostra:solução), triturado em liquidificador doméstico (Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) por 3 min e seguiu para homogeneização em agitador mecânico de hélice (Modelo RW 20 digital, Marca IKA®) a 450 rpm por 30 min. Posteriormente, a mistura foi filtrada em peneira granulométrica (Marca Pavitest) 200 mesh e o material retido foi lavado com água destilada. Sendo o processo de lavagem repetido três vezes. Subsequentemente, a solução permaneceu em repouso por 24 h a 8 °C. Após esse período, o sobrenadante foi descartado e o material sedimentado foi recuperado por meio de centrifugação (Modelo UNIVERSAL 320, Marca Hettich) a 8.000 rpm sob temperatura de 25 °C por 10 min. Por fim, o amido obtido foi acrescido de etanol em pequenas quantidades, seco em estufa (Marca SolidSteel, Capacidade 40L) a 50 °C por 24 h, moído com o auxílio de almofariz e pistilo, peneirado e armazenado à temperatura ambiente.

4.3.3 Extração ácida

O processo de extração ácida do amido foi realizado seguindo a metodologia proposta por Di-Medeiros *et al.* (2014), com adaptações. A princípio foi preparada uma solução extratora contendo ácido cítrico 0,8% e bissulfito de sódio em concentração de 0,1% (p/v). Logo após, o subproduto previamente triturado e liofilizado foi diluído na solução utilizando-se a proporção de 1:10 (amostra:solução), triturado em liquidificador doméstico (Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) por 3 min e homogeneizado em agitador de hélice (Modelo RW 20

digital, Marca IKA®) a 450 rpm por 30 min. Ao final desse processo, a mistura formada foi filtrada em peneira granulométrica (Marca Pavitest) 200 mesh e o material retido foi lavado com água destilada. O processo de lavagem foi repetido três vezes visando a recuperação máxima do amido. Em seguida, a solução permaneceu em repouso por 24 h a 8 °C. Ao final dessa etapa, o sobrenadante foi removido e o material sedimentado foi recuperado por meio de centrifugação (Modelo UNIVERSAL 320, Marca Hettich) a 8.000 rpm sob temperatura de 25 °C por 10 min. Por fim, o material sedimentado foi adicionado de etanol em pequenas quantidades e então foi seco em estufa (Marca SolidSteel, Capacidade 40L) a 50 °C por 24 h, moído, peneirado e armazenado à temperatura ambiente.

4.3.4 Extração assistida por ultrassom

A obtenção de amido através da extração assistida por ultrassom foi realizada seguindo o procedimento proposto por Zhang *et al.* (2005), com adaptações. Inicialmente, foi preparada uma solução extratora composta por água destilada e bissulfito de sódio em concentração de 0,1% (p/v). Em seguida, o subproduto previamente triturado e liofilizado foi diluído na solução em proporção 1:10 (amostra:água destilada) e triturada em liquidificador doméstico (Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) por 3 min. Posteriormente, a mistura foi transferida para um béquer e passou pelo tratamento em banho ultrassônico (Modelo Q335D, Marca QUIMIS), operando entre 50 e 60 Hz de frequência e 70 W de potência, por 30 minutos.

Após esse período, a mistura foi filtrada em peneira granulométrica (Marca Pavitest) 200 mesh e o material retido lavado com água destilada, sendo o processo de lavagem repetido três vezes. Ao final dessa etapa, a solução permaneceu em repouso por 24 h a 8 °C, para que o amido pudesse sedimentar. Subsequentemente, o material sedimentado foi recuperado por centrifugação (Modelo UNIVERSAL 320, Marca Hettich) a 8.000 rpm por 10 min. Após a centrifugação, o líquido sobrenadante foi descartado e o amido precipitado adicionado de etanol em pequenas quantidades, seco em estufa (Marca SolidSteel, Capacidade 40L) a 50 °C por 24 h, moído, peneirado e então armazenado à temperatura ambiente.

4.4 Rendimento

O rendimento de cada extração foi calculado utilizando-se a equação 1, que estabeleceu uma proporção entre a massa de amido seco obtido com a extração e a massa inicial

do subproduto, resultando em valores expressos em g/100g. Sendo M_f a quantidade em gramas de amido extraído e M_i a quantidade de subproduto inicial em base seca.

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{M_f}{M_i} \times 100 \quad (1)$$

A partir dos valores de rendimento, foi selecionado o amido proveniente do processo extrativo que apresentou maior rendimento em massa, realizando por conseguinte a sua caracterização.

4.5 Caracterização do amido

4.5.1 Determinação do teor de proteínas

Para determinação do teor de proteínas, foi utilizada a metodologia de Pregl-Dumas que se baseia na combustão, para mensuração de nitrogênio total. Para isso, foi utilizado um aparelho analisador automático de nitrogênio/proteína (Modelo Dumas NDA 701, Marca VELP), utilizando EDTA como padrão, que realizou todas as etapas (combustão, redução, separação e detecção) da análise (AOAC, 2016).

4.5.2 Determinação do teor de umidade

A determinação do teor de umidade foi realizada por meio de aquecimento direto, através da quantificação da perda de massa sofrida pela amostra durante o procedimento experimental. Foi utilizada 5 g da amostra, posteriormente submetida a uma estufa com circulação de ar à temperatura controlada de 105°C, mantendo-se até a estabilização do peso (IAL, 2008). O teor de umidade foi quantificado por meio da equação 2.

$$\text{Umidade(\%)} = \frac{\text{Massa inicial} - \text{Massa final}}{\text{Massa inicial}} \times 100 \quad (2)$$

4.5.3 Determinação do teor de cinzas

A determinação do teor de cinzas foi realizada mediante a quantificação da massa obtida após a submissão da amostra a um aquecimento em mufla a 550 °C, conforme os procedimentos descritos pelo IAL (2008). Por fim, foi realizado o cálculo utilizando-se a equação 3, para obtenção do teor de cinzas.

$$\text{Cinzas (\%)} = \frac{\text{Massa final}}{\text{Massa inicial}} \times 100 \quad (3)$$

4.5.4 Determinação do pH

A amostra foi diluída e homogeneizada em água destilada, seguindo-se a proporção de 1:10 (amostra:água destilada). Em seguida, o pH foi aferido através da utilização de pHmetro (Modelo Q-400A, Marca QUIMIS) previamente calibrado e operado de acordo com as instruções do manual do fabricante (IAL, 2008).

4.5.5 Determinação de cor

A cor da amostra foi determinada através da utilização de colorímetro portátil de reflectância (Modelo CR-410, Marca Konica Minolta Sensing), ao qual as leituras foram retiradas de diferentes pontos da superfície da amostra, visando a sua representatividade e o resultado foi dado conforme valores expressos para cada coordenada (L^* , a^* e b^*), onde (L^*) representa a luminosidade ou brilho, variando de $L^* = 0$ (preto) ao $L^* = 100$ (branco), (a^*) representa a transição da cor verde ($-a^*$) para vermelha ($+a^*$) e (b^*) representa a transição da cor azul ($-b^*$) para amarela ($+b^*$).

4.5.6 Determinação do percentual de amilose aparente por UV/Vis

A determinação do percentual de amilose aparente foi efetuada seguindo metodologia proposta por Wuttisela *et al.* (2008), com adaptação. A amostra foi diluída em etanol 95% e NaOH 2 M, seguindo-se a proporção de 1:10:90 (p/v/v) (amido:etanol:NaOH), após a dissolução completa da amostra, esta solução foi diluída em água destilada utilizando-se um balão volumétrico de 100 mL. Após esta etapa foi retirada uma alíquota de 5 mL da solução preparada anteriormente e adicionada em 2 mL de ácido acético 1 M, 2 mL de reagente de iodo e 91 mL de água destilada. O reagente de iodo foi preparado utilizando-se 0,20 g de iodo e 2 g de iodeto de potássio dissolvidos em água destilada com auxílio de um balão volumétrico de 100 mL. Foi construída uma curva de calibração de amilose nas mesmas condições e por fim, as leituras foram realizadas em 620 nm por meio de um espectrofotômetro UV/Vis (Modelo GENESYS 6, Marca Thermo Scientific).

4.5.7 Determinação do percentual de amilopectina

O percentual de amilopectina foi determinado por diferença, utilizando-se a equação 4.

$$\text{Amilopectina (\%)} = 100 - \text{amilose} \quad (4)$$

4.5.8 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

A análise da amostra por FT-IR foi realizada seguindo a metodologia descrita por Santana *et al.* (2020) com adaptação. Onde a mesma foi analisada utilizando-se espectrômetro (Modelo 16 PC, Marca Perkin Elmer) com pastilha KBr, operando com região infravermelha ajustada para o intervalo de 400 a 4000 cm^{-1} . Dessa forma, foram realizadas 64 varreduras na resolução de 4 cm^{-1} .

4.5.9 Ressonância magnética nuclear (RMN) do ^1H

A análise de ressonância magnética nuclear (RMN) foi realizada através de espectrômetro Agilent DD2 de 600 MHz e, com isso, obtido o espectro para ^1H . Foram utilizados 500 μL de D_2O (óxido de deutério) como solvente e adicionados a 20 mg da amostra e, em seguida, analisados em temperatura de 60 $^\circ\text{C}$, onde foram realizados 256 scans para ^1H . A interpretação dos valores de espectro obtidos foi feita por software *MestReNova*.

Por fim, foi calculado o grau de ramificação do amido a partir da fórmula descrita por Tizzotti *et al.* (2011), que utiliza os valores das integrais dos sinais de RMN ^1H para determinar as proporções das ligações glicosídicas α (1-4) e α (1-6), como mostra a equação 5.

$$\text{Grau de ramificação (\%)} = \frac{I_{\alpha(1,6)}}{I_{\alpha(1,4)} + I_{\alpha(1,6)}} \times 100 \quad (5)$$

4.5.10 Difração de raios-X (DRX)

A análise da cristalinidade foi realizada por difração de raios-X, utilizando-se um difratômetro (Modelo D8 Advance, Marca Bruker) sob condições de corrente de 30 mA, com região de varredura da difração variando de 5 - 40 $^\circ$, tensão de aceleração alvo de 30 kV e velocidade de varredura de 1 min^{-1} .

4.5.11 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O estudo da estrutura morfológica foi realizado por meio do equipamento de microscopia de varredura eletrônica (Modelo Quanta 450-FEG, Marca FEI). As amostras foram depositadas em stubs e examinadas em microscópio operando com tensão de aceleração de 15 kV. Foram capturadas imagens com resolução entre 1000x e 10000x.

4.5.12 Cromatografia de permeação em gel (GPC)

A análise por cromatografia de permeação em gel aconteceu empregando-se um cromatógrafo (Modelo LC-10AD, Marca SHIMADZU), equipado com detector de índice de refração RID-10A, sob temperatura de 40 °C. A coluna utilizada foi uma PolySEp-GFC linear de 7,8 x 300 mm, com fase móvel de NaNO₃ 0,1 mol/L, a temperatura ambiente e fluxo ajustado para 0,8 mL/min. Para tal, foi injetado 20 µL de amostra com concentração de 1 mg mL⁻¹, preparada previamente através de solubilização sob agitação constante, aquecimento a 60 °C e filtração por membrana de 0,45 µm. Por fim, o tempo de análise foi de 40 minutos e as massas molares da amostra foram determinadas utilizando-se padrões de pululanas (Shodex Denko®) MM de 5.9 x 10³ a 7,88 x 10⁵ g mol⁻¹.

4.5.13 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica foi realizada em módulo termogravimétrico (Modelo DTG-60H, Marca SHIMADZU) com uma razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹. A análise foi conduzida em atmosfera de nitrogênio com vazão de 40 mL min⁻¹ e em intervalo de temperatura de 25 a 800 °C.

4.5.14 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A análise de calorimetria exploratória diferencial foi realizada em equipamento devidamente calibrado (Modelo DSC-60Plus, Marca SHIMADZU), operando com atmosfera de nitrogênio, fluxo de 20,0 mL min⁻¹, intervalo de temperatura de -50 a 300 °C e rampa de aquecimento de 10 °C min⁻¹.

4.6 Preparo do extrato da vagem

O preparo do extrato da vagem foi realizado conforme metodologia descrita por Sales *et al.* (2023) com adaptações, onde as vagens passaram por extração hidroalcoólica, utilizando-se a técnica de maceração. Inicialmente foi preparada uma mistura de álcool etílico absoluto (99,8 %) e água destilada na proporção 70:30 (álcool:água). Em seguida a mistura foi adicionada à amostra previamente seca em estufa (Modelo SL-102/2000, Marca Solab) e triturada (liquidificador doméstico Modelo Power 2i 400W, Marca Mondial) na proporção de 10:1 (mistura:amostra), permanecendo em agitação (Agitador magnético Modelo C-MAG HS 7, Marca IKA[®]) por 6 dias a 25 °C. Posteriormente, o extrato obtido foi filtrado, concentrado em rotaevaporador (Modelo Rotavapor R-3, Marca Buchi) a 47 °C, liofilizado (Modelo Alpha 1-2 LD plus, Marca Christ) e armazenado sob temperatura ambiente até a realização das análises.

4.7 Caracterização do extrato da vagem

4.7.1 Determinação de fenólicos totais

A determinação do conteúdo de fenólicos totais foi realizada seguindo o procedimento descrito por De Sá *et al.* (2024), com adaptações. Para tal, a análise foi realizada empregando o método de Folin-Ciocalteu. Inicialmente preparou-se uma solução (5 g/50 mL) utilizando o extrato liofilizado e álcool etílico 50%, em seguida a solução foi centrifugada (Centrífuga Modelo LS-3 Plus, Marca CELM) e uma alíquota de 0,2 mL foi retirada. Posteriormente, a alíquota foi adicionada em um tubo contendo 1,8 mL de água destilada, 10 mL do reagente Folin-Ciocalteu. Após 8 min foi acrescentado ao mesmo tudo 8 mL de solução saturada de Na₂CO₃.

Por fim, a solução formada foi homogeneizada e deixada em repouso por 2 horas ao abrigo da luz. Os resultados foram obtidos a partir da leitura em espectrofotômetro (Modelo Libra S12, Marca Biochrom) UV-765 nm, utilizando-se uma curva padrão de ácido gálico para referência, com os resultados sendo expressos em mg de ácido gálico por 100 g de extrato.

4.7.2 Determinação da atividade antioxidante

A atividade antioxidante foi determinada através do teste de ABTS (ácido 2,2'-azino-bis(3-etilbenzotiazolino-6-sulfônico)), seguindo a metodologia proposta por Re et al. (1999) e Rufino et al. (2007). Inicialmente, foram preparadas duas soluções, a primeira sendo a solução estoque de ABTS 7 mM e, em seguida, uma solução de persulfato de potássio 140 mM. Após, foi preparado o radical ABTS^{•+} e solução padrão de trolox 2mM para a criação da curva padrão.

Para a leitura das amostras, as mesmas foram preparadas em tubos de ensaio, em 3 diluições diferentes e em triplicata, e foram transferidos 30 µL de cada concentração para um novo tubo de ensaio, onde foram misturadas com 3 mL da solução do radical ABTS, com absorbância entre 0,700 a 0,705, sendo homogeneizadas em agitador de tubos. Por fim, a leitura foi realizada em espectrofotômetro (Modelo Libra S12, Marca Biochrom) UV-Vis, a 734 nm, após 6 minutos da mistura. Álcool etílico foi utilizado como branco para calibrar o espectrofotômetro.

4.7.3 Toxicidade

4.7.3.1 Avaliação da segurança não clínica em Zebrafish (Danio rerio) adulto

A análise foi conduzida utilizando peixes adquiridos em comércio local (Agroquímica: Comércio de Produtos Veterinários LTDA). Foram escolhidos zebrafish adultos, de ambos os sexos, com idades entre 60 e 90 dias, cerca de $3,5 \pm 0,5$ cm de comprimento e pesando em torno de $0,4 \pm 0,1$ g. Após a chegada, os peixes foram introduzidos em aquários retangulares de vidro e aclimatados, onde permaneceram por um período de 24 horas. Os aquários estavam abastecidos com água devidamente tratada com agente neutralizador, equipados com bombas de ar e filtros submersos, e mantidos a uma temperatura de 25 °C e pH neutro. Os peixes foram submetidos a um ciclo circadiano de 14:10 h (claro:escuro) e alimentados com ração até 24 horas antes do início dos experimentos (Magalhães *et al.*, 2017).

Para realização dos experimentos, os peixes foram selecionados de forma aleatória, sendo imobilizados em uma esponja úmida e administrados oralmente com 20 µL de amostra ou veículo (grupo controle) (Collymore; Rasmussen; Tolwani, 2013). A análise foi realizada com as amostras em concentração pré-determinada com base nos resultados obtidos com a análise de concentração bactericida mínima.

4.7.3.1.1 Teste de campo aberto

Os peixes escolhidos (n=8/grupos) passaram por tratamento oral, recebendo 20 µL de amostra ou veículo. Em seguida, foram aclimatados individualmente em recipientes apropriados por 1 h, permitindo a absorção adequada da solução ingerida. Um grupo controle sem tratamento (Naive) e outro grupo tratado com o ansiolítico diazepam e os solventes correspondentes, foram incluídos na análise. Os testes foram conduzidos em placas de petri (10 x 15), divididas em quatro quadrantes e contendo água do aquário, onde os peixes foram colocados e avaliados por 0-5 min em relação ao seu cruzamento de linhas, para análise da atividade locomotora (Magalhães *et al.*, 2017).

4.7.3.1.2 Toxicidade aguda 96h

O teste de toxicidade aguda foi realizado utilizando-se os peixes selecionados (n=8/grupos), administrando-se via oral 20µL da amostra ou do veículo. Após os tratamentos, os peixes permaneceram em repouso, sendo monitorados durante o período de 96 horas, avaliando dessa forma sua taxa de mortalidade. Com base na mortalidade observada, foi determinada a CL₅₀ (concentração letal capaz de causar a morte de 50% dos animais) (Arellano-Aguiar *et al.*, 2015).

4.7.4 Determinação da atividade antimicrobiana

Para determinação da atividade antimicrobiana, foram utilizadas cepas patogênicas de bactérias Gram-positivas (*Listeria monocytogenes* ATCC 19111 e *Staphylococcus aureus* ATCC 6538) e Gram-negativas (*Escherichia coli* ATCC 25922 e *Salmonella typhimurium* ATCC 14028), seguindo-se metodologia adaptada de BrCAST/EUCAST (2021) para análise de difusão em ágar e os métodos propostos por Branen e Davidson (2004) para análise de microdiluição em placas.

4.7.4.1 Ativação e preparo das cepas bacterianas

O procedimento de ativação das cepas ocorreu em duas fases distintas. Na primeira etapa, foram utilizadas culturas de referência para esgotamento dos microrganismos por quadrante, em placas contendo ágar de manutenção Triptona de Soja (TSA), as quais foram

incubadas a $37 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 horas. Após a análise dos resultados de esgotamento, na segunda etapa, uma colônia isolada de tamanho característico foi selecionada e transferida para um tubo contendo 5 mL de caldo Peptona Caseína Soja (TSB), que foi mantido a $37 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 horas, visando a obtenção de uma suspensão bacteriana com concentração de 10^8 UFC/mL.

Após a obtenção da suspensão bacteriana, a análise de difusão em ágar foi iniciada, diluindo-se as amostras em água destilada. Já para determinação da concentração bactericida mínima (CBM) e concentração inibitória mínima (CIM) do extrato, foram realizadas diluições em série em tubos contendo água peptonada a 0,1 %, onde o último tubo foi preenchido com caldo TSB, obtendo-se uma suspensão bacteriana a 10^5 UFC/mL, utilizada para as referidas análises.

4.7.4.2 Difusão em ágar

A análise de difusão em ágar foi realizada utilizando-se placas com ágar Mueller-Hinton previamente inoculadas com swabs embebidos com as suspensões bacterianas na concentração de 10^8 UFC/mL. Em seguida, foram preparados poços medindo-se aproximadamente 4 mm de altura e 6 mm de diâmetro, nos quais foram depositadas alíquotas de 50 μL /poço das amostras nas concentrações de 100%, 75% e 50%. Finalmente, as placas foram incubadas por 48 horas a uma temperatura de $37 \pm 2^\circ\text{C}$.

Para determinação da atividade antimicrobiana, os halos de inibição formados foram medidos e suas médias calculadas, por fim os resultados foram apresentados em milímetros (mm). O experimento foi realizado em duplicata e os antibióticos gentamicina e amicacina foram utilizados como padrão de referência para o diâmetro dos halos formados (BrCAST/EUCAST, 2021).

4.7.4.3 Microdiluição em placas

A concentração bactericida mínima (CBM) e a concentração inibitória mínima (CIM) foram determinadas conforme metodologia descrita por Branen e Davidson (2004), por meio da utilização de microplacas estéreis contendo 96 poços.

4.7.4.3.1 Determinação da concentração inibitória mínima (CIM)

A determinação da CIM foi realizada através da diluição das amostras em água destilada até que se obtivesse a menor concentração desejada (0,039%), em seguida foram pipetadas alíquotas de 100 µL e adicionadas em cada poço de teste. Posteriormente, foram incluídas aos mesmos poços alíquotas de 100 µL de suspensões bacterianas 10^5 UFC/mL em caldo TSB, com concentrações determinadas previamente através de diluição em série. Foram utilizadas alíquotas de 200 µL da suspensão bacteriana em TSB e água estéril e alíquotas de 200 µL das soluções de teste e caldo TSB, como controle positivo e negativo, respectivamente.

Após a distribuição das alíquotas, a placa passou por leituras de densidade óptica a 630 nm nos tempos inicial (T_0) e após 24h de incubação (T_{24}) a 37 ± 2 °C em um leitor de absorvância de microplacas (Modelo DR-200B-NM-BI, Marca KAZUAKI). Os resultados foram dados através da diferença de absorvância entre as leituras nos diferentes tempos ($T_{24}-T_0$), considerando-se como inibitórias as variações que apresentarem $\leq 0,05$ nm (Branen; Davidson, 2004).

4.7.4.3.2 Determinação da concentração bactericida mínima (CBM)

A determinação da CBM foi realizada com a utilização dos poços que apresentassem atividade antimicrobiana inibitória, através da retirada de 100 µL de cada poço e semeadura em ágar TSA, utilizando-se a técnica de plaqueamento sobre superfície. As placas foram incubadas a uma temperatura de 37 ± 2 °C por 24h, e os resultados foram obtidos por meio da menor concentração, respectiva a amostra que apresentou ausência de crescimento microbiano (Branen; Davidson, 2004).

4.8 Obtenção das microesferas

O processo de obtenção das microesferas de extrato obtido da vagem foi realizado conforme metodologia proposta por Ligarda-Samanez *et al.* (2023), com adaptações. 2 g do amido obtido através do processo de extração assistida por ultrassom foi diluído em 200 mL água destilada e submetido ao processo de gelatinização. Concomitantemente, 400 mg do extrato liofilizado foi adicionado a 50 mL de água destilada, permanecendo sob agitação (Modelo C-MAG HS 7, Marca IKA[®]) até a gelatinização do amido. Após obtenção do amido gelatinizado, o mesmo foi adicionado do extrato por gotejamento através de bureta graduada, onde a mistura formada permaneceu em agitação durante todo o processo. Após o esgotamento do extrato, a mistura amido+extrato foi mantida sob agitação em agitador magnético (Modelo

C-MAG HS 7, Marca IKA®) por mais 20 min. Os parâmetros utilizados no Spray Dryer (Modelo Mini Spray Dryer B-290, Marca BÜCHI) foram ajustados para temperatura de 120 °C, com vazão de ar de 650 L/h e bico pulverizador de 0,7 mm.

4.9 Caracterização das microesferas

As microesferas foram caracterizadas, seguindo as mesmas metodologias propostas para o amido, a partir das análises de cor, FT-IR, DRX, TGA e DSC, descritas, respectivamente, nas seções 4.5.5, 4.5.8, 4.5.10, 4.5.13 e 4.5.14. Por outro lado, a análise de MEV foi realizada com parâmetros semelhantes aos descritos na seção 4.5.11, porém foram capturadas imagens com resolução de 5000× e 10000×. Da mesma forma, as microesferas também foram submetidas a análises para determinação da atividade antioxidante, verificação da toxicidade e determinação da atividade antimicrobiana conforme metodologias utilizadas na caracterização do extrato da vagem, descritas nas seções 4.7.2, 4.7.3 e 4.7.4, respectivamente.

4.10 Análise estatística

As análises foram realizadas em triplicata e seus respectivos resultados foram sujeitos a análise de variância (ANOVA) e teste Tukey a 5% de significância. A análise estatística dos dados obtidos por cada um dos testes foi realizada utilizando software Statistica 12.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Rendimento

De acordo com os rendimentos obtidos, é possível observar que a maioria das amostras não diferiram significativamente entre si, tornando-as propícias a serem escolhidas para dar continuidade às análises de caracterização e posterior aplicação.

Tabela 1 - Rendimentos da extração do amido obtido do feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.), por diferentes métodos.

Amostras	Rendimento
AEA	39,228 ± 0,097 a
AEB	40,565 ± 0,566 ab
AEN	42,891 ± 0,145 b
AEU	43,701 ± 0,057 b

AEA - amido da extração ácida; AEB - amido da extração alcalina; AEN - amido da extração neutra; AEU - amido da extração por ultrassom; Valores seguidos com as mesmas letras não diferem estatisticamente entre si pelo teste de tukey ($p < 0,05$).

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

De acordo com Yusoff et al. (2022), a extração ultrassônica vem sendo reconhecida por ser uma técnica compatível com a extração de compostos, principalmente bioativos, que apresentam sensibilidade ao calor, além de ser uma metodologia sustentável uma vez que necessita de uma menor quantidade de solvente.

Awad et al. (2021) descreve a extração ultrassônica como uma metodologia não convencional, ou mais ecológica, devido ao menor consumo de energia e solventes necessários. Além disso, os autores destacam diferentes benefícios da mesma, como a maior simplicidade de operação, menor custo de capital necessário e adequada para diferentes matrizes vegetais e solventes para aplicações na indústria.

Dessa forma, ao avaliar o rendimento e os aspectos favoráveis da extração assistida por ultrassom, a amostra AEU foi a escolhida para seguir com as análises posteriores.

5.2 Caracterização do amido

5.2.1 Determinação do teor de proteínas

A amostra AEU obteve teor de proteína de $4,4005 \pm 0,4218\%$. Tal resultado é indicativo da eficácia do processo extrativo utilizado, promovendo alta remoção de componentes proteicos, como albuminas, presentes na estrutura da amostra vegetal de Feijão-caupi. Marquezi et al. (2016) realizaram um estudo das propriedades de farinhas e amidos de cinco cultivares de feijão-comum (*Phaseolus vulgaris*), encontrando valores de proteína variando de 17,72 a 20,27% para farinhas e 0,90 a 2,11% para os amidos isolados. Outros estudos apontam, também, que teores proteicos em amidos de leguminosas tipicamente encontram-se abaixo de 5%, apesar de variarem dependendo do método extrativo e cultivar utilizado (Jha et al., 2022; Singh et al., 2022). Nesse contexto, reforça-se que o resultado obtido na presente pesquisa através da técnica de extração assistida por ultrassom pode ser considerado satisfatório, tornando possível a obtenção de um amido com alta pureza, sendo atrativo para aplicações com menor impacto no teor proteico final.

5.2.2 Determinação do teor de umidade

O valor encontrado para o teor de umidade da amostra AEU foi de $8,350 \pm 0,095\%$. O teor obtido está em concordância com os encontrados por Punia et al. (2020), onde foram avaliadas as propriedades do amido de feijão-comum (*Phaseolus vulgaris*) e outras leguminosas, com valores de umidade entre 8,5 a 14,5%. Por outro lado, Li et al. (2022) obtiveram valores entre 9,8 e 12,3% de umidade para amidos de espécies de feijão azuki (*Vigna angularis*) e feijão branco, enquanto Akinwumi et al. (2025) obtiveram valores na faixa de 4% de umidade para amidos de feijão-da-espanha (*Phaseolus coccineus*).

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) indica em sua RDC nº 711, de 1º de julho de 2022, que o valor máximo de umidade para farinhas, amido de cereais e farelos deve ser de 15%, já para amido ou fécula de batata deve ser de 21% e, por fim, para amido ou fécula de mandioca deve ser de 18%. Por sua vez, a Farmacopeia Brasileira (6ª ed., 2019), estabelece o método de perda por dessecação como método válido para a sua determinação. Dessa forma, apesar da amostra tratar-se de amido de feijão-caupi (*Vigna unguiculata* (L.) Walp), a amostra encontra-se dentro dos parâmetros estabelecidos pela legislação vigente.

De acordo com Bonto et al. (2021) e Li et al. (2023), o tratamento ultrassônico resulta em alterações nas propriedades do amido, sendo decorrentes de fissuras ou erosões na superfície dos grânulos, fazendo com que o amido tenha maior interação com moléculas de água. Porém, o valor encontrado demonstra que a amostra AEU não teve sua estrutura comprometida durante o processo, possibilitando a obtenção de amido com baixa umidade.

Por fim, o baixo teor de umidade torna-se uma característica desejável, uma vez que torna menor a atividade de água da amostra, resultando não apenas no retardo de reações de degradação, mas também diminuindo a suscetibilidade ao crescimento microbiano durante o armazenamento, além de menor probabilidade de alterações físicas.

5.2.3 Determinação do teor de cinzas

A determinação do teor de cinzas totais foi realizada, obtendo-se o valor de $0,188 \pm 0,113\%$ para a amostra AEU. O resultado encontrado corrobora com valores observados por Punia et al. (2020), para cinzas do amido de feijão-comum (*Phaseolus vulgaris*), os autores encontraram uma faixa de 0,1 a 0,7%, enquanto que para o amido de diferentes espécies de feijões, este pode variar entre 0,06 a 0,58% (Maaran et al., 2014).

De acordo com Prabha et al. (2020), amidos utilizados na indústria podem ser classificados de acordo com o grau de pureza e, para que este seja considerado de “grau A”, o teor recomendado de cinzas deve ser até 0,5%. Zhang et al. (2019) reforçam esta classificação, explicando que o baixo teor de cinzas torna-se uma característica desejável, uma vez que indica uma maior pureza do material, demonstrando a ausência de resíduos minerais e proteínas presentes na estrutura do grânulo.

Assim, o teor de cinzas obtido para amostra AEU encontra-se dentro dos padrões observados em amidos de leguminosas como o feijão e pode-se concluir que o processo utilizado apresentou eficácia comprovada durante o estudo, resultando em um produto com baixa presença de minerais e ótimo potencial para aplicações na indústria alimentícia.

5.2.4 Determinação do pH

O valor de pH obtido para a amostra AEU foi de $6,623 \pm 0,136$, um valor próximo a neutralidade. Tal valor encontra-se de acordo com valores encontrados para amidos de diferentes leguminosas, estando em uma faixa de 6,0 a 7,0 (Punia et al., 2020; Singh et al., 2022).

A RDC nº 711, de 1º de julho de 2022, da ANVISA, que estabelece os requisitos sanitários dos amidos, entre outros produtos alimentares, define os critérios que devem ser seguidos para que o produto apresente segurança e qualidade para o consumidor final. Apesar de não tratar especificamente do pH, a norma estabelece padrões de composição, qualidade e

segurança que devem ser atendidos e que estão associados a parâmetros como teor de umidade, pH, cinzas, entre outros.

Por outro lado, tanto a Farmacopeia Brasileira (2019), quanto o Food Chemicals Codex (2022) estabelecem uma faixa de pH utilizada como referência. Esse valor, para suspensões aquosas de amido (10g para 100mL de água destilada), deve estar entre 4,5 e 7,0 para amido de milho e 5,0 a 8,0 para amido de batata (Farmacopeia Brasileira, 2019).

O Codex Alimentarius (2020), apesar de não indicar faixas específicas para o pH, indica que o seu valor pode variar de acordo com o seu tipo, origem e o seu uso final. Nesse contexto, o resultado obtido para a amostra AEU atende os requisitos exigidos pelas normas vigentes e encontra-se dentro dos parâmetros de qualidade e segurança para o produto.

5.2.5 Determinação de cor

A cor da amostra foi analisada utilizando-se espectrofotômetro de cores, obtendo-se os resultados de acordo com a escala CIE $L^*a^*b^*$.

Tabela 2 - Coordenadas L^* , a^* , b^* , obtidas para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.

Coordenada	Valor
L^*	$63,53 \pm 0,029$
a^*	$1,81 \pm 0,006$
b^*	$-2,00 \pm 0,023$

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

O valor obtido para a luminosidade da amostra, $L^* = 63,53 \pm 0,029$, indica coloração levemente clara. Porém, alguns amidos de diferentes fontes, como milho ou mandioca, apresentaram cores ainda mais claras, com valores de L^* superiores a 80 (Leonel e Cereda, 2002).

O resultado obtido para a^* ($1,81 \pm 0,006$) mostra que o material possui uma pequena tendência à cor vermelha, o que pode estar associado a compostos fenólicos ou antocianinas presentes no feijão-caupi (Sousa et al., 2023). Já o obtido para b^* ($-2,00 \pm 0,023$), indica uma leve tendência para um tom azulado, se distanciando do amido proveniente do milho, que apresenta valor positivo (Cesar et al., 2021).

De acordo com Prabha et al. (2020), a característica cor é normalmente utilizada em pesquisas e principalmente na indústria alimentícia como um indicador de qualidade, pelo

fator de aceitação comercial. Dessa forma, amidos com cores mais claras e menos intensas, normalmente são considerados puros e atrativos, tornando-se mais desejáveis para diversas aplicações, sobretudo em formulações alimentícias.

5.2.6 Determinação do percentual de amilose aparente por UV/Vis

O teor de amilose aparente obtido para a amostra AEU foi de $10,99 \pm 2,35\%$. Tal resultado diverge com os valores encontrados em estudos realizados com amidos de feijão-comum (*Phaseolus vulgaris*), como o de Marquezi et al. (2016) onde, em seis diferentes cultivares, os valores variaram entre 44,97 e 51,11%. Os autores também citam estudos com diferentes leguminosas onde este valor variou de 24 a 65%. Chung et al. (2008), por outro lado, realizaram estudos com variedades de feijão cultivadas no Canadá e observaram resultados que variaram entre 38 e 41,5%.

O resultado apresentado demonstra que o processo extrativo utilizado, aliado às propriedades do cultivar utilizado, resultaram em um amido com um maior teor de amilopectina e conseqüentemente um menor teor de amilose. Tal proporção pode sugerir diferentes características funcionais, como menor tendência à retrogradação, géis mais translúcidos e com maior estabilidade térmica e viscoelástica (Varghese et al., 2022).

5.2.7 Determinação do percentual de amilopectina

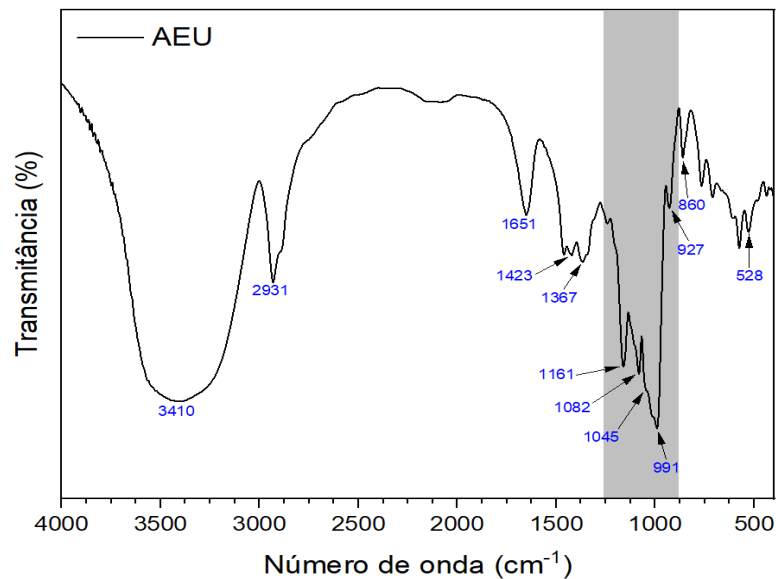
Observando o resultado de amilose aparente, $10,99 \pm 2,35\%$, anteriormente descrito, ao aplicar a equação 4, obteve-se o teor de amilopectina aparente, com valor de $89,01 \pm 2,35\%$. Novamente, um valor divergente aos encontrados em estudos de diferentes autores, que variam entre 49 e 62% (Marquezi et al., 2016; Chung et al., 2008). Em contrapartida, Bajaj et al., (2018) realizaram estudos com amidos de diferentes fontes, como milho e batata, e o resultado variou entre 70 e 80%. Dessa forma, a proporção resultante de amilose/amilopectina da amostra AEU pode dar origem a diferentes características funcionais, como maior estabilidade térmica e menor suscetibilidade à retrogradação (Varghese et al., 2022).

5.2.8 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) é uma metodologia utilizada para identificar estruturas moleculares, através da interação entre matéria e radiação eletromagnética. Essa interação fornece um espectro singular que atua como uma impressão digital, tornando possível a distinção de diferentes tipos de substâncias (Fadelmoula et al., 2022; Gong; Chen; Wu, 2024).

A Figura 7 representa o espectro infravermelho da amostra AEU ao longo do intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , onde seus devidos picos foram identificados e, em seguida, interpretados com o auxílio da Tabela 3.

Figura 7 - Espectro de infravermelho para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Tabela 3 - Esquema de interpretação das principais bandas evidenciadas durante a análise de Espectroscopia de Infravermelho.

Número de onda (cm^{-1})	Atribuição de banda	Referência
3410	Estiramento (O-H)	(Tiozon et al., 2021; Abdullah et al., 2018)
2931	Estiramento (C-H)	(Abdullah et al., 2018)
1651	Dobramento (H-O-H)	(Tiozon et al., 2021)
1423 - 1367	Dobramento (C-H)	(Abdullah et al., 2018)
1161 a 1045	Estiramentos (C-O-C) e (C-O)	(Tiozon et al., 2021; Bernardino-Nicanor et al., 2016)

991	Vibração anomérica (C-O-C)	(Tiozon et al., 2021; Bernardino-Nicanor et al., 2016; Combrzynski et al., 2021; Qi et al., 2024)
927 - 860	Vibração anomérica (C-H)	(Tiozon et al., 2021; Bernardino-Nicanor et al., 2016; Combrzynski et al., 2021; Qi et al., 2024)

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

A partir da Figura 7, pode-se observar bandas características de polissacarídeos, com uma banda intensa em 3410 cm^{-1} , normalmente relacionada às ligações de grupos hidroxila (O-H) e à presença de água adsorvida no meio (Tiozon et al., 2021; Abdullah et al., 2018). Já em 2931 cm^{-1} , a banda está associada à presença de ligações C-H de grupos metila e metileno (Abdullah et al., 2018).

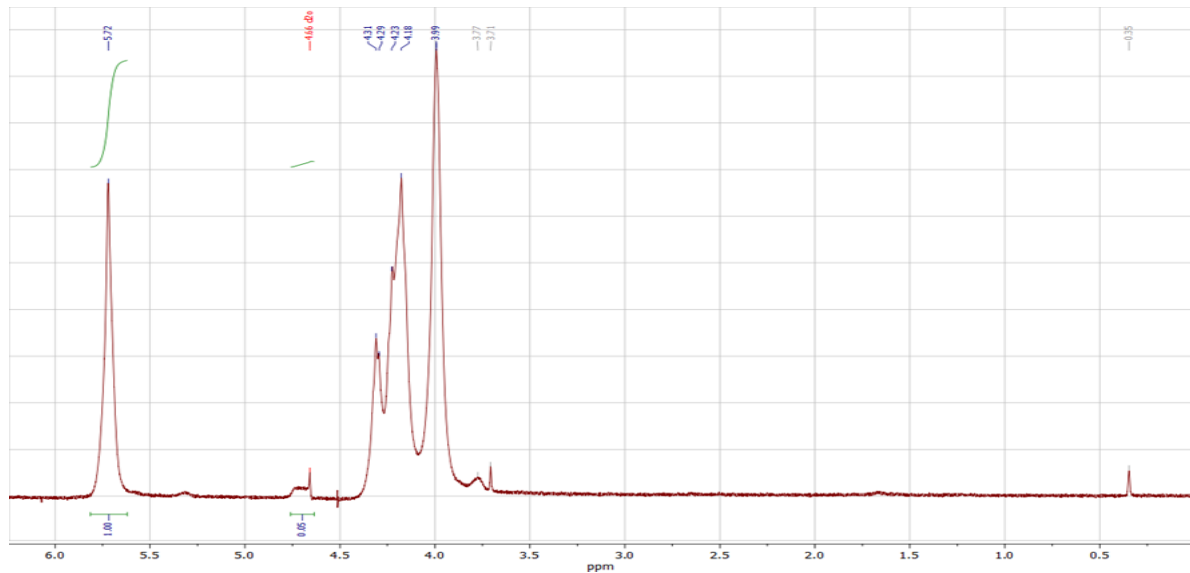
Adiante, o pico em 1651 cm^{-1} demonstra a presença de retenção de umidade, por estar associado a deformação de moléculas de água adsorvidas no material (Tiozon et al., 2021). Por outro lado, os picos em 1423 e 1367 cm^{-1} estão associados às deformações em ligações C-H, representando uma vibração na estrutura da molécula (Abdullah et al., 2018).

Já na região compreendida entre 1200 e 900 cm^{-1} , ou a chamada “fingerprint”, observa-se picos em 1161 , 1082 , 1045 , 991 e 927 cm^{-1} . Estes são normalmente associados a estiramentos de ligações C-O e C-O-C em ligações glicosídicas, típicas em polissacarídeos (Tiozon et al., 2021; Bernardino-Nicanor et al., 2016). Os picos em 991 , 927 e 860 cm^{-1} são mais específicos de vibrações anoméricas devido a presença de ligações α -glicosídicas do amido (Combrzynski et al., 2021; Qi et al., 2024).

5.2.9 Ressonância magnética nuclear (RMN) do ^1H

A figura 8 a seguir apresenta o espectro obtido a partir da Ressonância Magnética Nuclear do ^1H da amostra de amido de feijão-caupi EU e seus picos referentes a moléculas de glicose presentes no amido. Observa-se que estes picos se encontram em uma faixa específica, entre $3,8$ - $5,8$ ppm, valores semelhantes aos observados para amido nativo de batata (Zarski et al., 2016; Wang et al., 2022) e amido de manga (Marques et al., 2019).

Figura 8 - Espectro de RMN ^1H para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

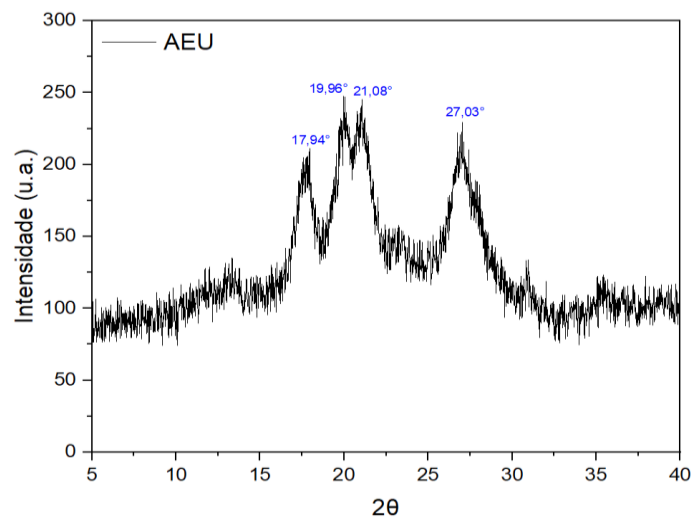
Nesse contexto, obtém-se os valores de deslocamento químico, em ppm, associados a cada pico, onde H-2 encontra-se em δ 4,30 ppm, H-3 em δ 4,23 ppm, H-4 em δ 4,18 ppm e H-5 em δ 3,99 ppm. Além disso, para H-1 de ligações $\alpha(1,4)$ tem-se δ 5,72 ppm, enquanto que para o H-1' de ligações $\alpha(1,6)$ tem-se δ 4,66 ppm. Valores de pico semelhantes aos encontrados por Wang et al. (2022) e Marques et al. (2019).

Por fim, foi possível calcular o grau de ramificação (GR) para a amostra estudada, sendo este de 4,76%. Valor considerado baixo quando comparado com valores encontrados para amidos de feijão-mungo (8,65 - 6,86%) e semelhante ao encontrado para o amido de fava (4,7%) em trabalhos encontrados na literatura. Os autores destacam que o valor de GR pode variar dependendo da fonte do amido, da razão amilose/amilopectina ou mesmo tratamentos térmicos ou enzimáticos realizados na amostra, devido à quebra de ligações $\alpha(1,4)$ e $\alpha(1,6)$ das moléculas de glicose (Nilsson et al., 2022; Gu et al., 2024).

5.2.10 Difração de raios-X (DRX)

A Figura 9, representa o difratograma de raio X obtido a partir da análise da amostra AEU, ao longo de um eixo que representa 2θ , com intervalo de 5 a 40°. A partir desta, nota-se a presença de picos em ângulos específicos, sendo eles em 17,94°, 19,96°, 21,08° e 27,03°. Esses picos distintos indicam um padrão de cristalinidade normalmente associado a amidos do Tipo A, provenientes de leguminosas (Li et al., 2019; Ronko et al., 2021; Suárez-Diéguez et al., 2021).

Figura 9 - Difratoograma de Raio-X para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.

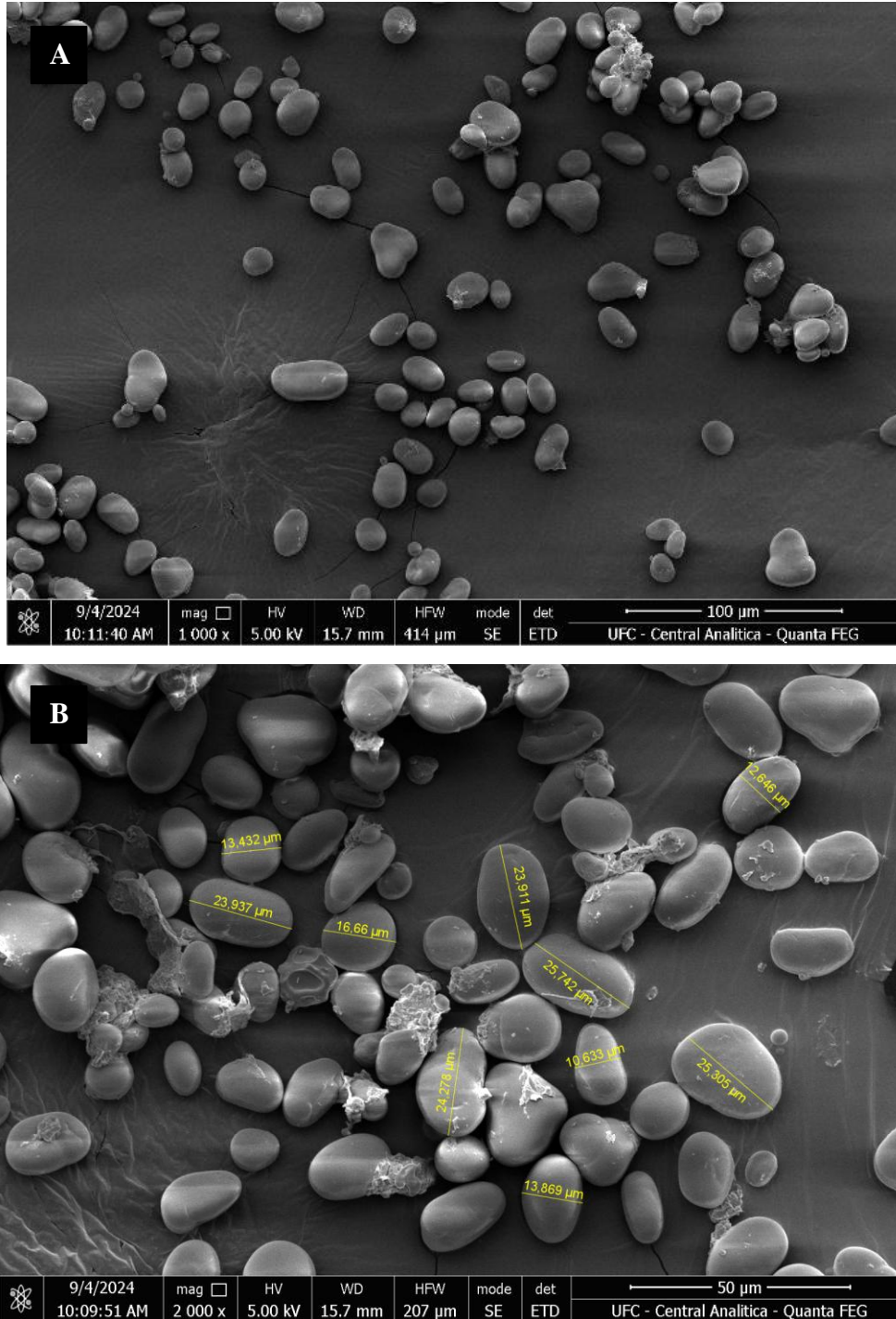


Por fim, o índice de cristalinidade da amostra AEU foi calculado utilizando-se das áreas dos picos cristalinos e a área total da estrutura, que envolve a área amorfa e os picos. O resultado obtido foi de 25,44%, valor compatível com os encontrados em amostras de feijão carioca (*Phaseolus vulgaris* L.) e diferentes leguminosas, com valores que variaram de 25 a 32,32% (Li et al., 2019; Ronko et al., 2021).

5.2.11 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A figura 10 representa a micrografia resultante da análise de microscopia eletrônica de varredura da amostra AEU, em escalas de 100 e 50 μm . A partir dela, é possível notar, predominantemente, morfologias ovais e elipsoidais, com uma pequena quantidade de grânulos com formatos irregulares.

Figura 10 - Micrografias dos grânulos de amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom com aumentos de 1000x (A) e 2000x (B).



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Também é possível perceber a dispersão dos grânulos, com poucas aglomerações e superfícies lisas e contínuas, com ausência de fissuras ou poros. Tais características mostram que a estrutura dos grânulos se manteve íntegra durante o processo de isolamento, como sugerido por Hoover et al. (2010), onde condições específicas durante o processo tendem a preservar a morfologia nativa.

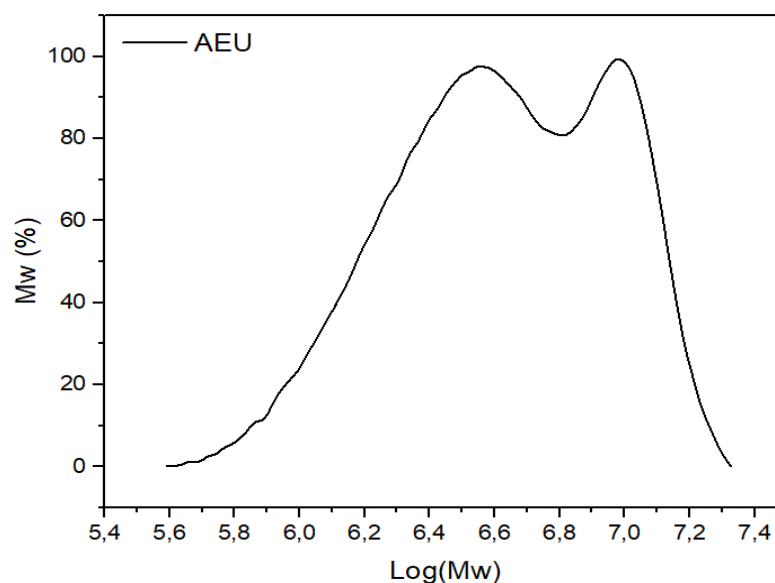
Além disso, na figura 10B é possível observar que o tamanho dos grânulos é variado, com média $19,041 \pm 6,098 \mu\text{m}$. Tais valores estão de acordo com o demonstrado por Prazeres et al. (2025), que obteve tamanhos de grão do amido de feijão-caupi com diâmetro, em média, de $16,44 \pm 3,82 \mu\text{m}$. Essa diferença de dimensões influencia diretamente em características do amido, tais como solubilidade ou sua capacidade de intumescimento (Jane et al., 1999).

Dessa forma, os resultados obtidos indicam que a amostra AEU, extraída do feijão-caupi verde apresenta características e morfologia observada tipicamente em leguminosas, estando de acordo com estudos de amidos provenientes de variadas cultivares de feijão-caupi. (Prazeres et al., 2025; Hoover et al., 2010).

5.2.12 Cromatografia de permeação em gel (GPC)

A Figura 11 demonstra a curva obtida após a análise de cromatografia por permeação em gel (GPC) para a amostra AEU. A partir desta, é possível determinar valores de massa molar da amostra analisada.

Figura 11 - Cromatografia de Permeação em Gel para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Ao observar o gráfico, ao longo do eixo representando o Log (Mw), é possível observar uma distribuição bimodal com populações de massas molares na ordem de 10^6 g mol^{-1} . Os picos possivelmente representam as frações de amilose e amilopectina, característica

normalmente encontrada em amidos de leguminosas, como destacou Nilsson et al. (2022), onde o autor observou o mesmo padrão bimodal para amidos de diferentes partes de fava.

De acordo com Hoover et al. (2010) e Oyeyinka et al. (2020), a diferença entre os picos indicam uma maior concentração de amilopectina na estrutura da amostra, informação confirmada no presente trabalho e nos estudos dos autores, que relataram teores de amilopectina acima de 65% em amidos de cultivares de feijão-caupi. Ademais, foi calculado o índice de polidispersividade da amostra, valor obtido da razão entre Mw e Mn, demonstrados na tabela 4.

Tabela 4 - Valores de massas moleculares e polidispersividade obtidas através da análise de GPC para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.

Amostra	Mn* (g mol⁻¹)	Mw** (g mol⁻¹)	Polidispersividade (Mw/Mn)
EU	3,1 x 10 ⁻⁶	5,5 x 10 ⁻⁶	1,77

EU - amido extraído por ultrassom; *Massa molecular numérica média; **Massa molecular ponderal média.

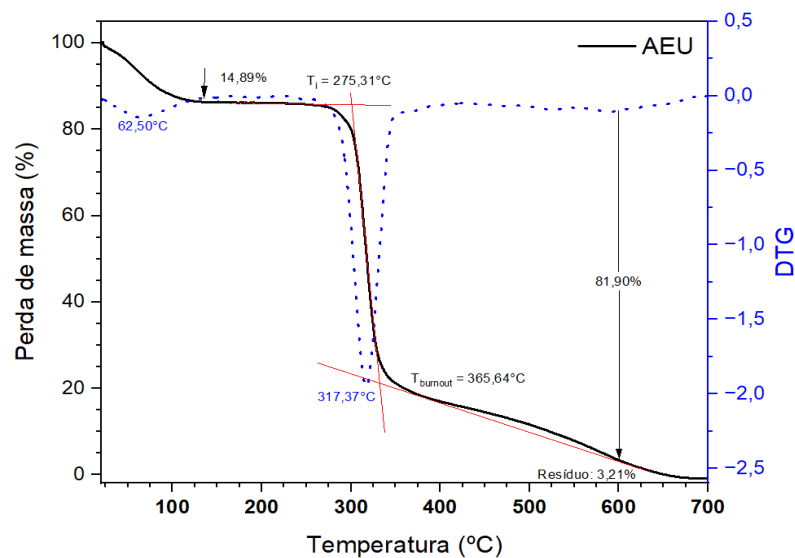
Fonte: Elaborado pela autora (2026).

O índice de polidispersividade informa sobre a uniformidade do tamanho das moléculas presentes na estrutura da amostra analisada. O valor encontrado para a amostra AEU foi de 1,77, que demonstra uma dispersividade moderada, porém um resultado baixo quando comparado com o estudo de diferentes leguminosas como a ervilha e feijão mungo (*Vigna radiata*), que obtiveram valores variando entre 2,35 a 3,58 (Zhang et al., 2023).

5.2.13 Análise termogravimétrica (TGA)

A Figura 12 demonstra um gráfico resultante da análise termogravimétrica (TGA), realizada na amostra AEU, onde é perceptível o comportamento da amostra à medida que a mesma sofre aquecimento, ou a sua estabilidade térmica. No gráfico é possível observar as curvas que representam a perda de massa, em porcentagem, e os picos da curva DTG, que representam a velocidade com que a perda de massa ocorre.

Figura 12 - Curva de degradação térmica e primeira derivada em função do tempo para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Analisando o gráfico, percebe-se que o fenômeno da perda de massa ocorre em três principais intervalos, sendo o primeiro no intervalo entre 60 e 100 °C, ocorrendo uma perda de 14,89% do peso da amostra, e é associado, principalmente, à desidratação, ou perda de umidade. O segundo intervalo, que se inicia em 275,31 °C e termina em 365,64 °C e possui a maior perda de massa, de acordo com Prazeres et al. (2025), está associado à degradação das moléculas de amilose e amilopectina e, por fim, é seguida por uma terceira etapa, entre 500 e 550 °C, que é atribuída a formação de cinzas residuais.

Os resultados obtidos sobre o perfil térmico da amostra analisada estão de acordo com Prazeres et al. (2025), que realizou análise termogravimétrica utilizando amostras de amido de feijão-caupi, semelhante ao presente estudo, e observou intervalos de perda de massa e picos de DTG muito semelhantes, principalmente o pico de temperatura de DTG de 319,93 °C e com intervalo principal de perda de massa entre 300 e 338 °C. Apesar da faixa de temperatura para a decomposição principal ser um pouco diferente, Liu et al. (2019) explica que diferentes condições, como taxa de aquecimento, umidade inicial da amostra, entre outras, podem afetar as temperaturas durante o processo.

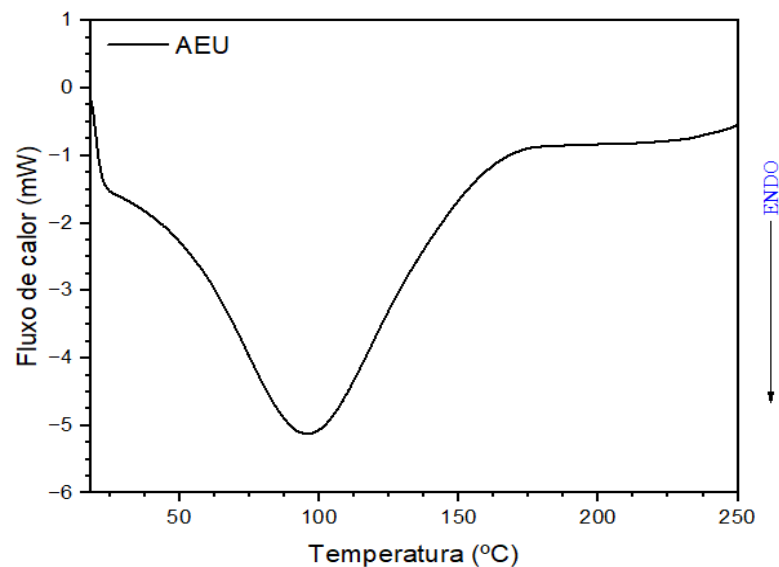
Em outro estudo, analisando o amido proveniente de feijão mangalô (*Lablab purpureus* L.), Prazeres et al. (2021) estudou o comportamento térmico do amido através da análise termogravimétrica e observou, novamente, valores de perda de massa e DTG próximos ao presente estudo, com picos endotérmicos de DTG em 63,68 °C e 324 °C e intervalo de decomposição da amostra iniciando-se em aproximadamente 300 °C e terminando em 338 °C. Nesse contexto, percebe-se a convergência no comportamento de amostras de amido de fontes botânicas semelhantes, como leguminosas, a exemplo do feijão.

Por fim, os resíduos resultantes da análise foram de 3,21%, um valor considerado baixo tendo em vista que Zhu et al. (2018) esclarece que o resíduo final irá variar dependendo da fonte botânica do amido em análise, podendo apresentar valores acima de 10%, enquanto outros apresentam um intervalo de 3 a 7%. Dessa forma, é possível perceber que a amostra estudada não apenas apresenta um comportamento térmico compatível com estudos de diferentes autores, mas também uma elevada pureza.

5.2.14 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A Figura 13 fornece o gráfico obtido pela análise de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para a amostra AEU, extraída do feijão-caupi verde. Nela, é possível observar o fluxo de calor durante o processo de fusão dos grânulos.

Figura 13 - Termograma de DSC para o amido de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.) extraído por ultrassom.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Ao analisar o gráfico, percebe-se um grande pico endotérmico, demonstrando que a amostra absorve calor, e, pela utilização do programa OriginLab (versão 2025), foi possível obter os pontos de T_0 (Temperatura inicial de fusão), T_p (Temperatura de pico de fusão), T_c (Temperatura de conclusão) e o ΔH (Entalpia) do processo, sendo estes: $T_0 = 56,52$ °C, $T_p = 95,39$ °C, $T_c = 134,5$ °C e $\Delta H = 60$ J/g. Valores diferentes aos encontrados em diferentes estudos, onde, para o amido de feijão adzuki (*Vigna angularis*), os valores de T_0 variaram entre

51,43 °C e 98,50 °C, T_p de 73,33 a 105,12 °C e T_c de 90,10 a 123,62 °C, por exemplo (Wu et al., 2021).

Porém, a diferença mais notável foi o valor de entalpia (ΔH) da amostra estando em 60 J/g, valor superior aos encontrados para os amidos de feijão adzuki (ΔH entre 8,14 a 30,21 J/g), feijão carioca (*Phaseolus vulgaris*) (ΔH entre 8,2 e 10,1 J/g), arroz japônica (ΔH entre 5,15 e 6,98 J/g), feijão branco ($\Delta H = 12,13$ J/g) e feijão fradinho ($\Delta H = 14,56$ J/g) (Wu et al., 2021; Ronko et al., 2021; Silva et al., 2021).

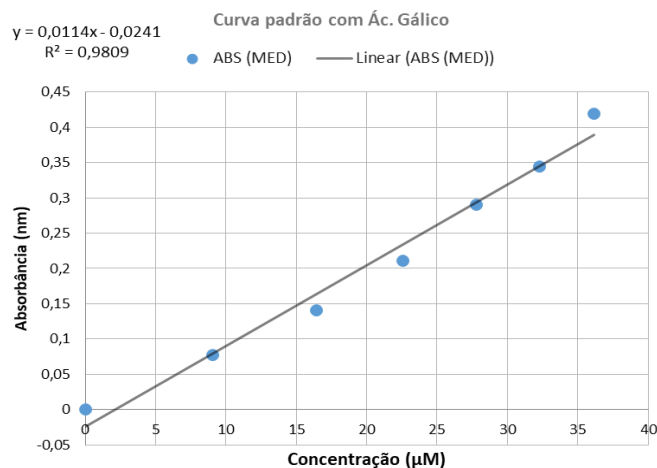
De acordo com os autores, diferentes fatores podem influenciar o processo de fusão dos grânulos, como a fonte botânica do amido, a organização da molécula de amilopectina, o grau de cristalinidade e suas proporções no grânulo. Por outro lado, a diferença no valor de entalpia pode estar associada a proporção de amilose e amilopectina no amido, na capacidade de absorção e presença de água na amostra e no tamanho e morfologia dos grânulos de amido (Ronko et al., 2021; Silva et al., 2021).

5.3 Caracterização do extrato da vagem

5.3.1 Determinação de fenólicos totais

A determinação de fenólicos totais no extrato foi realizada analisando-se os dados apresentados na Figura 14, utilizando uma curva de calibração com ácido gálico ($y = 0,0114x - 0,0241$) e linearidade de $R^2 = 0,9809$.

Figura 14 - Gráfico da curva de calibração padrão com ácido gálico para o extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.).



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

O extrato da vagem do feijão-caupi verde (*Vigna unguiculata* L. Walp) apresentou teor de FT = 48,89 mg GAE/100 g amostra. Valor consistente com resultados obtidos por Sobral et al. (2025), que realizou estudos com diferentes cultivares de feijão-caupi e feijão comum e obtiveram valores na faixa de 32,21 até 100,23 mg GAE/100 g.

Por outro lado, Avanza et al. (2021) analisaram extratos de sementes e vagens de feijão-caupi da variedade Colorado, e obtiveram valores distintos dependendo do solvente utilizado. Para a semente, os resultados variaram entre 12,88 e 65,68 mg GAE/ 100 g, enquanto que para a vagem variaram de 16,70 a 44,35 mg GAE/100 g.

Portanto, percebe-se que o resultado obtido para a amostra estudada está de acordo com diferentes estudos, além de notar-se a possível diferença nos teores de fenólicos totais para os diferentes cultivares de feijão.

5.3.2 Determinação da atividade antioxidante

O potencial antioxidante do extrato da vagem foi analisado através da análise ABTS, encontrando um resultado de $0,1344 \pm 0,0127$ $\mu\text{mol trolox/g}$ de amostra. Ressalta-se que a presente amostra consiste de um extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi da variedade pingo d'ouro.

Levando-se em consideração extratos de diferentes variedades de feijão, o resultado obtido é baixo, uma vez que, entre as diferentes variedades de feijão, como *Phaseolus vulgaris*, *Vigna angularis*, entre outras, os valores encontrados para a análise ABTS variam de 39,4 $\mu\text{mol trolox/g}$ a 109,1 $\mu\text{mol trolox/g}$ (Tungmunnithum et al., 2021).

Por outro lado, Avanza et al. (2021) analisaram os efeitos de diferentes formas de extração (maceração e com líquido pressurizado), bem como diferentes solventes (etanol, água, ácido fórmico e acetona) nos resultados de rendimento e atividade oxidante de sementes e vagens de feijão-caupi da variedade Colorado. Os resultados obtidos demonstraram, em geral, que as vagens possuem menor potencial antioxidante. Os valores variaram significativamente, chegando a 0,066 mmol trolox/g até 2,283 mmol trolox/g, com os maiores valores sendo atribuídos ao extrato aquoso da vagem.

Já em um estudo mais recente, Traffano-Schiffo et al. (2025) avaliaram o extrato etanólico da vagem de feijão-caupi, também da variedade Colorado, porém por um processo otimizado de extração e os resultados, dependendo do processo de extração, variaram de 0,5 até 1,3 mmol trolox/g.

Desta forma, fica evidente que o potencial antioxidante final da amostra está fortemente ligado ao mecanismo de reação envolvido no processo (Tungmunnithum et al., 2021). Entre os fatores que podem, e irão, influenciar esta característica estão a variedade da amostra, o tipo de solvente utilizado, o processo de extração, a concentração do solvente utilizado e até mesmo a temperatura envolvida durante o processo extrativo (Avanza et al., 2021; Traffano-Schiffo et al., 2025).

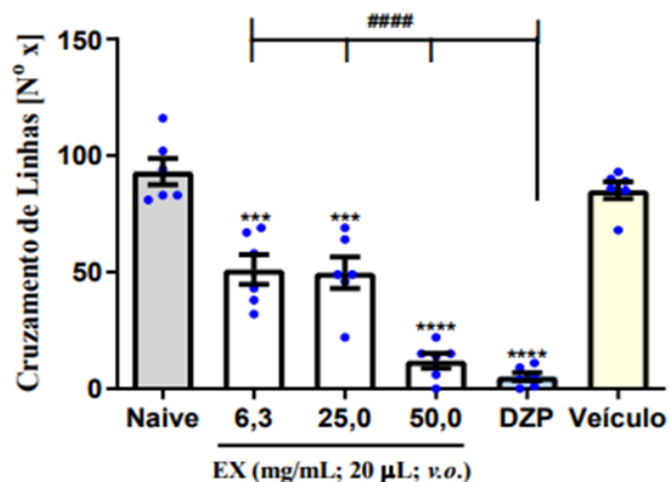
5.3.3 Toxicidade

5.3.3.1 Avaliação da segurança não clínica em Zebrafish (*Danio rerio*) adulto

5.3.3.1.1 Teste de campo aberto

De acordo com Ferreira et al. (2020), a finalidade do teste de campo aberto é observar a ocorrência de eventuais alterações na coordenação motora dos animais utilizados na análise, neste caso, o Zebrafish (*Danio rerio*). Estas alterações podem se manifestar de diversas formas, como um comportamento de retardamento, estresse ou ansiedade (Lemos et al., 2020). A Figura 15 expressa os resultados obtidos nas análises para a amostra de extrato da vagem, em diferentes concentrações.

Figura 15 - Atividade locomotora dos zebrafish após serem expostos a amostra de extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.).



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Ao observar o gráfico do extrato, pode-se notar que, em todas as concentrações, ocorreu uma diminuição do número de cruzamento das linhas em relação ao grupo sem tratamento (Naive). Porém, as concentrações de 6,3 e 25 mg/mL não apresentaram diferença significativa, enquanto a maior concentração, de 50 mg/mL, apresentou a maior redução da atividade locomotora dos peixes.

Tal resultado entra em concordância com estudos envolvendo extratos vegetais diversos, onde apresentam, em geral, alguma forma de influência no peixe, diminuindo ou mesmo aumentando sua atividade locomotora. Souza et al. (2023) avaliaram os efeitos de extrato etanólico de folhas de *Ziziphus joazeiro* Mart., enquanto Azevedo et al. (2024) avaliaram os efeitos de extratos etanólicos de diferentes partes, como folhas, raiz e galhos, de *Ziziphus cotinifolia* Reissek, e em ambas as pesquisas, foram observadas diminuições significativas na atividade locomotora do peixe quando comparadas aos grupos controle.

Já Lemos et al. (2020), ao testar diferentes concentrações de Eugenol, componente principal de óleo essencial de cravo (*Syzygium aromaticum*), associa a ação sedativa do composto ao efeito de benzodiazepínicos, medicamentos utilizados no tratamento de ansiedade, e que exibem o mesmo efeito em testes com Zebrafish.

Nascimento et al. (2018), por sua vez, destaca que o retardamento da ação locomotora nos peixes pode ser resultado de efeitos nocivos para o animal em teste, porém, o presente estudo demonstrou que, mesmo a maior concentração testada, de 50 mg/mL, não apresentou mortalidade no teste de toxicidade aguda. Sendo assim, pode-se concluir que o extrato da vagem de feijão-caupi pode estar associado com possíveis efeitos relaxantes.

5.3.3.1.2 Toxicidade aguda 96h

Através do teste de toxicidade aguda, pode-se estimar o valor da CL_{50} do extrato da vagem de feijão-caupi, que é a concentração necessária para que ocorra a morte de 50% dos espécimes utilizados no estudo (Senigalia et al., 2020). Analisando os resultados obtidos, pode-se perceber que não ocorreram mortes em todas as concentrações testadas. Desta forma, pode-se afirmar que, nas condições do presente estudo, a CL_{50} para o extrato da vagem é maior do que a maior concentração analisada, ou seja, maior do que 50 mg/mL.

Tabela 5 - Determinação da toxicidade aguda 96h do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.).

Amostra	Mortalidade Zebrafish				96h
	CN	C1	C2	C3	CL ₅₀
EX	0	0	0	0	> 50 mg/mL

CN - Grupo controle negativo: água destilada estéril e amido EU; C1 - grupo concentração 6,3 mg/mL; C2 - grupo concentração 25,0 mg/mL; C3 - grupo concentração 50,0 mg/mL; CL₅₀ - concentração letal para matar 50% dos Zebrafish.

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Este resultado está de acordo com o estudo de Okwunakwe et al. (2021), que analisou a toxicidade aguda do extrato aquoso-metanólico da vagem do feijão-caupi em ratos albinos. Os autores observaram que, mesmo em uma dose de 5000 mg/kg, não ocorreram mortes em quaisquer indivíduos testados e, por fim, o autor destacou que compostos que apresentam CL₅₀ oral acima desta dose podem ser considerados praticamente não-tóxicos.

Outros estudos apresentaram resultados semelhantes. Uma formulação de xarope contendo extrato da vagem de feijão verde comum (*Phaseolus vulgaris* L.) também não apresentou mortalidade em doses de 2000 mg/kg frente à ratos albinos. Ainda, um estudo utilizando extrato etanólico da vagem de *Parkia Speciosa* constatou que o mesmo não apresentou mortalidade ou sintomas tóxicos nas dosagens de 300, 2000 e 5000 mg/kg (Fitrya et al., 2021; Noorulla et al., 2024).

5.3.4 Determinação da atividade antimicrobiana

5.3.4.1 Difusão em ágar

A difusão em ágar é um método *in vitro* capaz de demonstrar a resposta de agentes antimicrobianos frente a diferentes microrganismos patogênicos (BrCAST/EUCAST, 2021). Através desta técnica, pode-se relacionar o efeito apresentado pela amostra analisada, comparando-o a antibióticos utilizados como controle, e que possuem efeitos inibitórios frente às cepas de microrganismos utilizados na análise (BrCAST/EUCAST, 2022).

No presente estudo, foram utilizados como controles a amicacina (30µg), com inibição sobre *Staphylococcus aureus* e *Listeria monocytogenes*, e a gentamicina (10µg), com inibição sobre a *Escherichia coli* e *Salmonella Typhimurium*.

A Tabela 6 apresenta os valores, em mm, dos halos de inibição obtidos para a amostra de extrato da vagem de feijão-caupi frente a diferentes microrganismos patogênicos. A amostra analisada apresentou atividade microbiana apenas para o microrganismo *S. aureus*, resultado também observado por Kingsley e Abraham (2022), que analisaram a atividade

antimicrobiana de extratos metanólicos das sementes de feijão-caupi frente a 7 diferentes cepas de microrganismos.

Tabela 6 - Valores de atividade antimicrobiana por difusão em ágar do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.), frente a diferentes microrganismos.

Amostra	Microrganismo				
	EX	SA	EC	ST	LM
100,00%	12,567 ± 0,252	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00
75,00%	9,957 ± 1,405	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00
50,00%	8,357 ± 1,319	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00
Amicacina (30µg)	21,50 ± 0,71	ND	ND	ND	24,00 ± 1,41
Gentamicina (10µg)	ND	13,50 ± 0,71	15,50 ± 0,71	15,50 ± 0,71	ND

Médias seguidas de desvio padrão; Resultados expressos em milímetros (mm); EX - extrato; SA - *S. aureus*; EC - *E. coli*; ST - *Salmonella Typhimurium*; LM - *L. monocytogenes*; ND - não determinado.

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Por outro lado, diferentes autores analisaram diferentes extratos de vagens de fava e ervilhas frente a microrganismos diversos como *S. aureus*, *E. coli*, *S. Typhimurium* e outros microrganismos. Os resultados obtidos frente ao microrganismo em questão (*S. aureus*), demonstraram halos de inibição variando de 8 mm até 17 mm, com o maior valor sendo para o extrato metanólico e o menor sendo do extrato aquoso (Kingsley, Abraham, 2022; Elbadrawy, Mostafa, 2023; Fendri et al., 2022), semelhante ao observado no presente trabalho, onde o halo de inibição variou de 8,357 mm à 12,567 mm, dependendo da concentração do extrato.

Ainda, de acordo com Fendri et al. (2022), microrganismos Gram-positivos são mais suscetíveis à ação de fitoquímicos. O autor destaca que essa diferença está relacionada à parede celular de bactérias Gram-negativas, que possuem propriedades de barreira contra antibióticos, sejam eles naturais ou sintéticos.

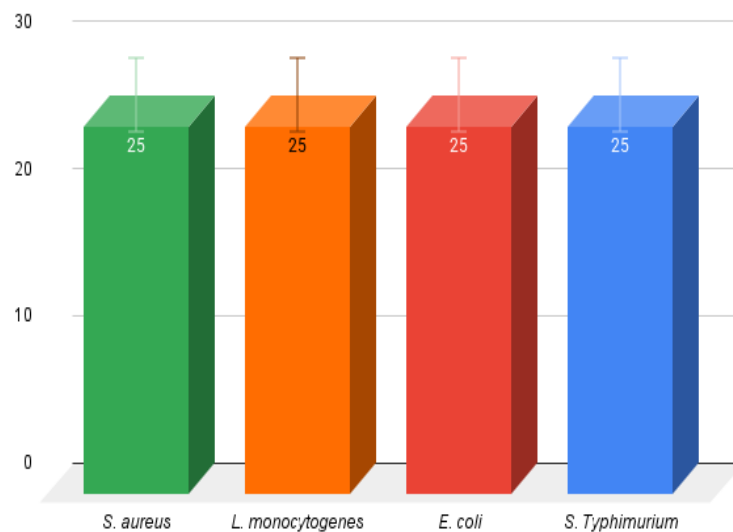
5.3.4.2 Microdiluição em placas

5.3.4.2.1 Determinação da concentração inibitória mínima (CIM)

A técnica de microdiluição em placas foi utilizada para determinar a concentração inibitória mínima (CIM) e a concentração bactericida mínima (CBM), respectivamente. A CIM pode ser definida como a concentração mínima requerida para que não ocorra o crescimento da população bacteriana em condições favoráveis para tal (Schrader, Botella e Vaubourgeix, 2023).

A Figura 16 mostra os resultados obtidos para a análise da concentração inibitória mínima (CIM) para o extrato da vagem do feijão-caupi. Através da mesma, pode-se constatar que a concentração mínima do extrato para que ocorresse a inibição dos microrganismos patogênicos utilizados no estudo foi de 25 mg/mL.

Figura 16 - Valores da concentração inibitória do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.), frente a diferentes microrganismos.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

O resultado obtido é consistente com diferentes estudos, a exemplo de Salamandane et al. (2025), onde o autor avaliou a atividade antimicrobiana e antifúngica de extratos de diferentes partes de cinco variedades de feijão-caupi, incluindo a vagem. Em seu estudo, realizado frente a *Listeria innocua*, *Listeria monocytogenes*, *E. coli* e *Salmonella Thyphimurium*, foram observados valores de inibição mínima, para os extratos das vagens, variando entre 5 mg/mL até o valor máximo de 87,7 mg/mL, dependendo da variedade.

Por outro lado, Fendri et al. (2022), em seu estudo com com extratos da vagem de ervilhas e fava, observou valores de CIM variando de 2,62 mg/mL até 21,42 mg/mL

dependendo do tipo de extrato utilizado, com maiores valores sendo para os extratos etanólicos e menores para extratos aquosos.

Já em um estudo realizado por Fasogbon, Odewade e Omojoyegbe (2021), os autores analisaram o potencial antimicrobiano de extratos das vagens da árvore da goma arábica (*Acacia nilotica* ou *Vachellia nilotica*). No estudo, foram avaliados os efeitos dos extratos aquosos e etanólicos das vagens frente a cepas de *E. coli*, *Salmonella typhimurium*, *Klebsiella pneumoniae* e *Pseudomonas aeruginosa* e os valores CIM obtidos, para o extrato aquoso foram, respectivamente, de 50 mg/mL, 12,5 mg/mL, 25 mg/mL e 12,5 mg/mL, enquanto que para o extrato etanólico foram de 12,5 mg/mL (para *E. coli* e *Salmonella typhi*) e 6,25 mg/mL (para *Klebsiella pneumoniae* e *Pseudomonas aeruginosa*).

5.3.4.2.2 Determinação da concentração bactericida mínima (CBM)

A concentração bactericida mínima (CBM), por sua vez, pode ser entendida como a menor concentração necessária para que ocorra a morte da população bacteriana utilizada no estudo (Schrader, Botella e Vaubourgeix, 2023).

Tabela 7 - Valores da concentração bactericida do extrato hidroalcoólico da vagem de feijão-caupi verde (*V. unguiculata* (L.) Walp.), frente a diferentes microrganismos.

Amostra	Microrganismo			
	SA	LM	EC	ST
EX	≤ 6,25 mg/mL	≤ 6,25 mg/mL	> 50 mg/mL	> 50 mg/mL

EX - extrato; SA - *S. aureus*; EC - *E. coli*; ST - *Salmonella Typhimurium*; LM - *L. monocytogenes*.

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

A Tabela 7 apresenta os valores de CBM obtidos para o extrato da vagem de feijão-caupi frente aos microrganismos *E. coli*, *Salmonella typhimurium*, *S. aureus* e *Listeria monocytogenes*. Percebe-se que os valores de CBM para as bactérias Gram-negativas (*E. coli* e *Salmonella typhimurium*) foram maiores, sendo iguais ou maiores que 50 mg/mL, enquanto que para os microrganismos Gram-positivos, os valores chegaram a ser iguais ou menores que 6,25 mg/mL, conformando com a maior suscetibilidade de microrganismos Gram-positivos destacada por Fendri et al. (2022) em seu estudo.

Ademais, o resultado está em conformidade com diferentes estudos sobre atividade antimicrobiana de extratos vegetais, como, por exemplo, os valores de CBM obtidos para os extratos das vagens de cinco diferentes variedades de feijão-caupi, que variaram de 20,3 mg/mL

até 87,7 mg/mL, onde os menores valores também foram obtidos frente a microrganismos Gram-positivos, sendo eles a *Listeria innocua* e *Listeria monocytogenes*. Os valores também variaram dependendo da variedade estudada (Salamandane et al., 2025).

Por fim, Fasogbon, Odewade e Omojoyegbe (2022), encontraram valores de CBM para extratos aquosos e extratos etanólicos das vagens de *Acacia nilotica* e seus valores foram bem semelhantes ao presente estudo, variando de 6,25 mg/mL até 50 mg/mL, onde os autores encontraram valores menores para o extrato etanólico.

5.4 Caracterização das microesferas

5.4.1 Determinação de cor

A Tabela 8 demonstra os valores obtidos para cada coordenada de cor para a amostra de microesferas.

Tabela 8 - Coordenadas L*, a*, b*, obtidas para as microesferas.

Coordenada	Valor
L*	63,02 ± 0,032
a*	1,84 ± 0,010
b*	-1,99 ± 0,006

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

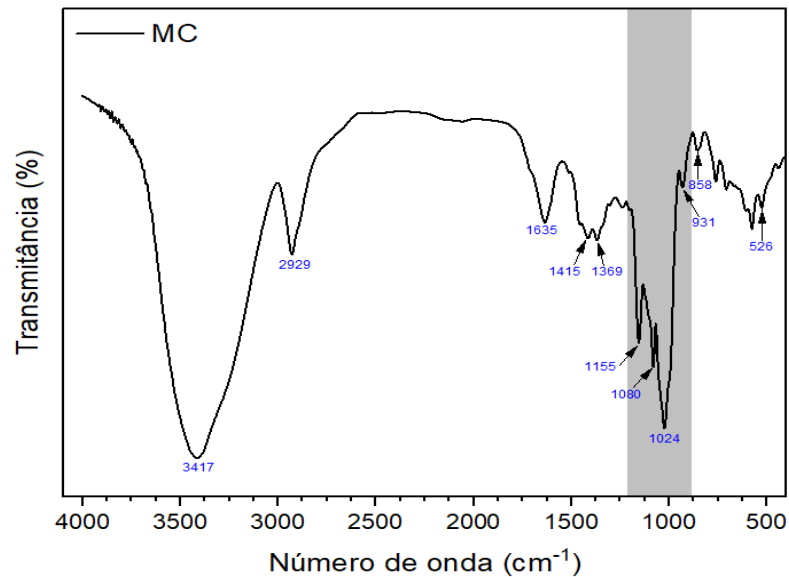
Ao analisar os resultados e comparando-os com os obtidos para a amostra de amido, conforme Tabela 2, nota-se valores muito similares. Nesse contexto, percebe-se que as características referentes a cor do amido, ao ser utilizado como material de parede para as microesferas, não foram afetadas significativamente durante o processo de secagem por atomização.

Em comparação, Zhang et al. (2022) realizaram estudos para caracterizar microesferas contendo amido de feijão mungo e whey protein, em diferentes proporções, como material de parede e, para a microesferas em proporção 1:9 (whey protein:amido), obteve valores de L*, a* e b* sendo, respectivamente, 83.55 ± 0.65 , 14.87 ± 0.36 e 34.86 ± 0.63 . Confirmando, novamente, que as características de cor irão variar de acordo com a origem botânica do amido utilizado.

5.4.2 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR)

A Figura 17 apresenta o espectro de infravermelho das microesferas, obtido através da análise de Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier. Ao se analisar a figura, pode-se perceber picos muito semelhantes aos obtidos para a amostra AEU (Figura 4), tanto em formato, quanto em seus valores.

Figura 17 - Espectro de infravermelho para as microesferas.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Nesse contexto, pode-se concluir que o processo de atomização não alterou de forma significativa a estrutura da amostra utilizada como material de parede, permanecendo a mesma (Qiu et al., 2022).

Com isso, os picos característicos do material são mantidos e associados às mesmas ligações citadas no item 5.2.8, onde o pico em 3417 cm^{-1} está associado à ligação O-H, os picos em 2929 , 1415 e 1369 cm^{-1} à ligações C-H e o chamado “fingerprint”, compreendendo os picos 1155 , 1080 , 1024 , 931 e 858 cm^{-1} , está associado a estiramentos C-O e C-O-C de ligações glicosídicas. (Combrzyński et al., 2021; Abdullah et al., 2018; Qi et al., 2024).

Em pesquisas envolvendo a microencapsulação de própolis e mel, utilizando amido nativo de batata como material de parede da microesfera, foram observados picos principais muito semelhantes, em 3426 , 2929 , 1644 , 1462 , 1084 e 968 cm^{-1} . Já para a utilização de amido modificado de milho no processo de microencapsulação, foram observados picos em valores também semelhantes, em 2929 , 1733 , 1465 , 1159 e 997 cm^{-1} . Os autores destacam que picos presentes em torno de 1636 e 1644 cm^{-1} estão associados a grupos funcionais carbonila e cetona,

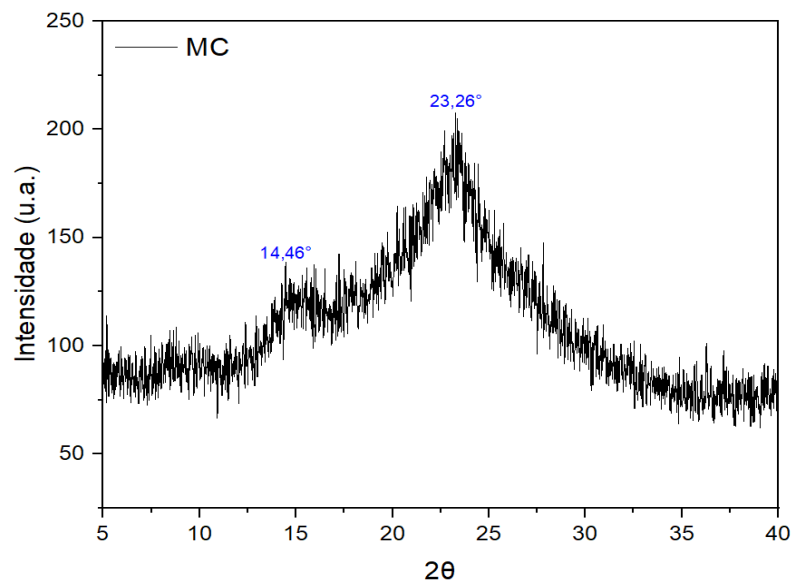
normalmente de lipídios, compostos fenólicos ou flavonóides (Ligarda-Samanez et al., 2023; Qiu et al., 2022).

Dessa forma, não apenas o processo de microencapsulação não alterou as características do material de parede, como também o resultado observado está de acordo com análises feitas com amidos de diferentes fontes botânicas.

5.4.3 Difração de raios-X (DRX)

Na Figura 18, tem-se o difratograma de Raio-X para as microesferas. Diferente do que foi observado na amostra AEU (Figura 7), notam-se apenas 2 picos distintos, sendo um menor em $14,46^\circ$ e um pico principal em $23,26^\circ$, com índice de cristalinidade relativa de 34,36%.

Figura 18 - Difratograma de Raio-X para as microesferas.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Song et al. (2021) realizaram estudos utilizando amido de batata como material de parede para encapsulação e, semelhantemente, obtiveram em sua análise um único pico em torno de $20,5^\circ$ e cristalinidade relativa de 34,9%. Os autores destacam que a presença de apenas um pico indica que a estrutura cristalina dos grânulos de amido tenha sido destruída e, em seu lugar, surgido uma estrutura amorfa.

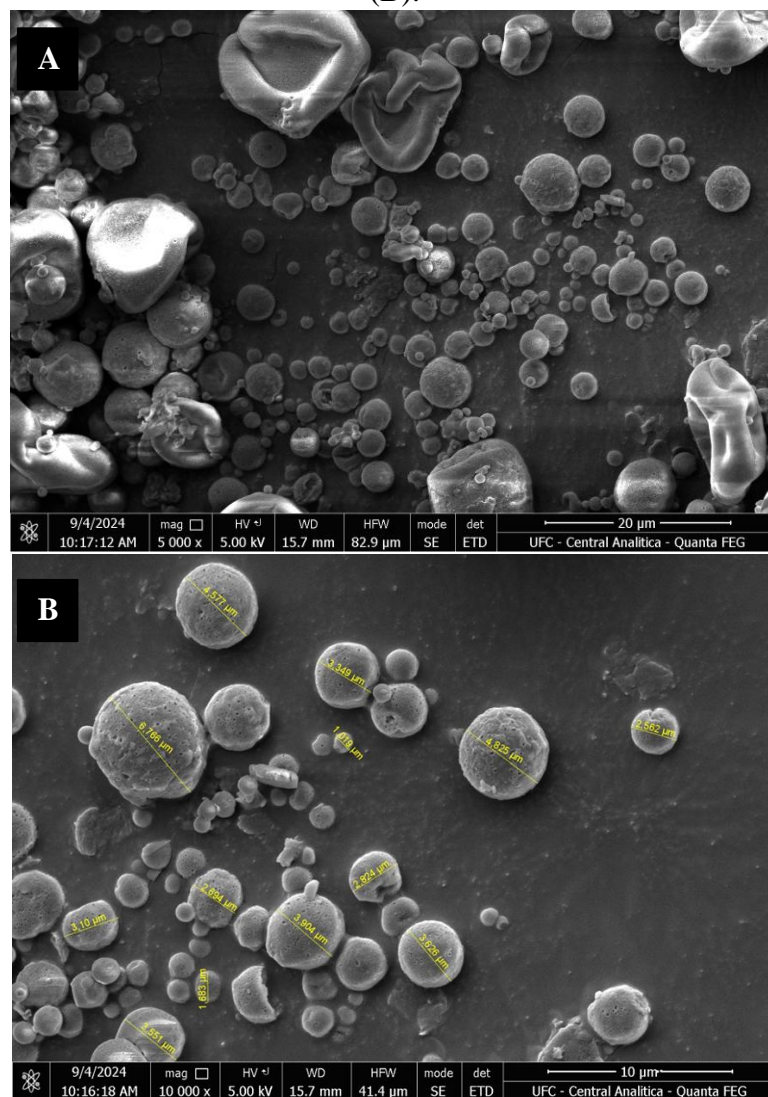
Esse fenômeno também é observado por Xie et al. (2023) em estudo com microesferas contendo amido modificado como material de parede, os autores propõem uma

hipótese de que a cristalinidade das microesferas tenha sido afetada pelo processo de spray drying.

5.4.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As Figuras 19A e 19B representam as micrografias obtidas a partir da análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das microesferas, em escala de 20 μm e 10 μm , respectivamente.

Figura 19 - Micrografias dos grânulos das microesferas com aumentos de 5000x (A) e 10000x (B).



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Ao observar as micrografias, é possível perceber formatos e texturas diferentes das obtidas para a amostra AEU. Ao contrário dos formatos ovais e superfícies lisas do amido, as

microesferas apresentaram morfologias predominantemente redondas, com tamanho médio de $3,421 \pm 1,452 \mu\text{m}$ e superfície porosa.

Além disso, pode-se notar também tamanhos bem variados, e microesferas com formatos irregulares. Guo et al. (2022) observaram morfologias predominantemente irregulares em microesferas sintetizadas com amido de milho solúvel ou amido comercial solúvel. Os autores esclarecem que os formatos irregulares são ocasionados pela rápida desidratação durante o processo de spray drying.

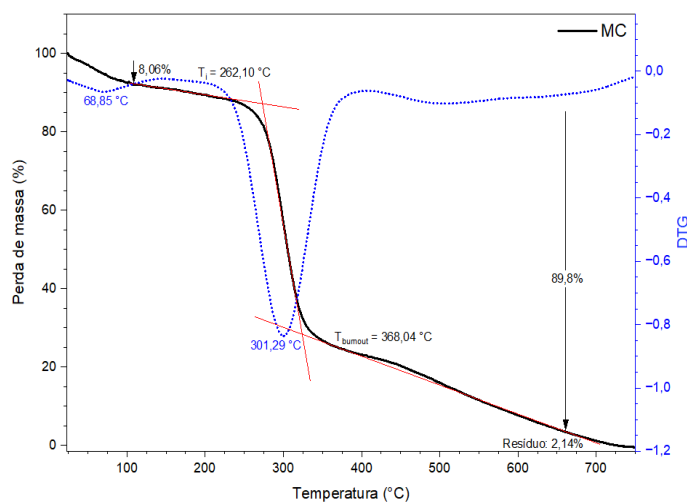
De acordo com Gallotti et al. (2020), a superfície das microesferas é afetada pela capacidade do material de parede de reter o material interno da cápsula, o extrato. Segundo o autor, quanto melhor a capacidade de retenção do material, mais regulares e lisas são as superfícies.

Por fim, é possível perceber que o amido utilizado como material de parede apresentou resultado positivo ao conseguir encapsular o extrato sem aparente acúmulo do mesmo na superfície das microesferas.

5.4.5 Análise termogravimétrica (TGA)

A Figura 20 representa o gráfico obtido na análise termogravimétrica (TGA) das microesferas. É possível observar um comportamento muito semelhante ao observado para a amostra AEU, incluindo os valores de temperatura, perda de massa e DTG.

Figura 20 - Curva de degradação térmica e primeira derivada em função do tempo para as microesferas.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Enquanto a amostra de amido iniciou o seu principal evento de perda de massa em 275 °C, as microesferas iniciaram em 262 °C, representando uma estabilidade térmica um pouco menor. Porém, a temperatura T_{burnout} foi muito semelhante, com 365 °C para o amido e 368 °C para as microesferas e os picos de DTG em 62,50 e 317,37 °C, para o amido e 68,85 e 301,29 °C para as microesferas.

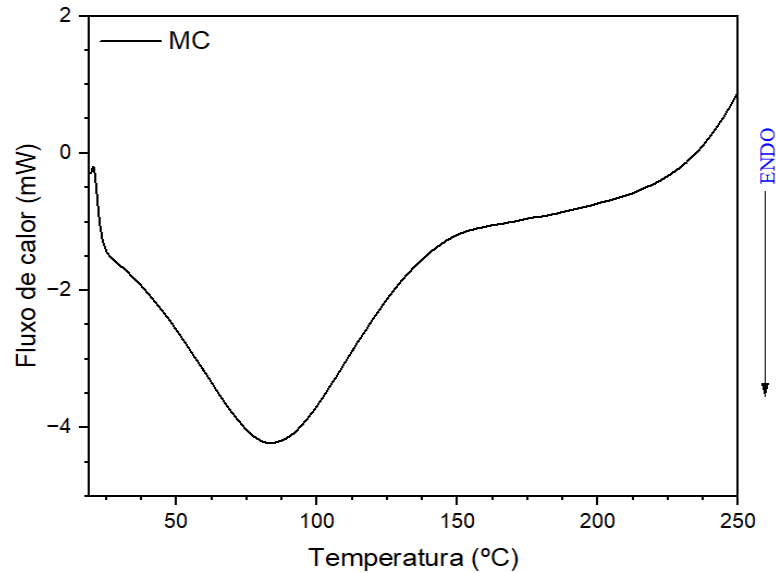
Em estudos utilizando amido nativo de batata e amido modificado de batata como materiais de parede para microencapsulação de extratos, os autores observaram um comportamento muito semelhante ao encontrado na presente amostra, com pequenas diferenças. O primeiro evento de perda de massa iniciando-se em torno de 40 e 50 °C, porém com leve pico de DTG em torno de 47 e 48 °C, enquanto o encontrado na presente amostra foi de 68,85 °C, o segundo e maior evento de perda de massa iniciou-se em torno de 273 e 316 °C, com pico de DTG em torno de 317 °C, valores semelhantes ao observado no presente estudo, demonstrando a alta estabilidade térmica de amidos como material de parede para microencapsulação. Os autores também destacam que a decomposição dos materiais encapsulados ocorre em temperatura maiores que 200 °C devido a suas interações com o material de parede usado no processo de encapsulação (Ligarda-Samanez et al., 2022; Ligarda-Samanez et al., 2023).

Dessa forma, como observado nas demais análises realizadas, o processo de microencapsulação por spray drying, apesar de resultar em pequenas diferenças nos resultados obtidos, não afetou significativamente a estrutura do amido utilizado como material de parede para a microencapsulação, mantendo suas características após o processo.

5.4.6 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A Figura 21 representa o gráfico da análise de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) para as microesferas. Ao observar o gráfico, nota-se a semelhança com o resultado obtido para a amostra AEU, com um grande pico endotérmico e, semelhantemente, os valores obtidos nos pontos de temperatura foram: $T_0 = 50,94$ °C, $T_p = 86,33$ °C, $T_c = 136,67$ °C e $\Delta H = 58,25$ J/g.

Figura 21 - Termograma de DSC para as microesferas.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Dessa forma, é possível observar um comportamento semelhante à amostra AEU, demonstrando que a estrutura do amido não foi afetada significativamente durante o processo de spray drying para a formação das microesferas.

Resultado semelhante ao obtido por Zhao et al. (2025), que observaram que as microesferas de betacaroteno e quercetina, utilizando amido poroso de arroz como material de parede, obtiveram valores de T_0 , T_p , T_c e ΔH semelhantes ao amido nativo. Além disso, o autor notou que os compostos ativos encapsulados também sofreram alteração em seus valores de temperatura e entalpia, aproximando-se aos valores do amido.

5.4.7 Determinação da atividade antioxidante

Ao analisar o potencial de atividade antioxidante das microesferas contendo o extrato da vagem, foi possível perceber uma grande diminuição do valor obtido para a análise ABTS, apresentando um valor de $0,00283 \pm 0,000479$ $\mu\text{mol trolox/g}$ de amostra.

A redução no valor da atividade antioxidante também foi observada por Nguyen, Tran e Thi Le (2021), onde os autores compararam a capacidade antioxidante do extrato da casca de cacau (*Theobroma cacao* L.) puro e microencapsulado. Em suas análises, foi percebido uma grande diminuição dos valores de capacidade antioxidante das amostras de microesferas em relação ao extrato puro, onde o valor diminuiu de 102,96 mg trolox/g para o extrato, até 25,48 mg Trolox/g para as microesferas.

Em outro estudo, Fuentes et al. (2023), ao analisar o efeito da microencapsulação de extratos de casca e semente de mamão, com diferentes concentrações de maltodextrina,

foram capazes de perceber que, dependendo da concentração do material de parede usada, ocorria uma maior redução da atividade antioxidante. Os extratos da casca e semente apresentaram valores de, respectivamente, 270 e 258 $\mu\text{mol trolox/g}$, enquanto os extratos microencapsulado apresentaram valores inferiores, variando entre 200 e 110 $\mu\text{mol trolox/g}$, dependendo da concentração do material de parede.

Desta forma, pode-se perceber que a atividade antioxidante das amostras de microesfera provavelmente foi afetada devido a formulação utilizada, onde a concentração de extrato da vagem utilizado no processo foi bem inferior em relação ao material de parede utilizado.

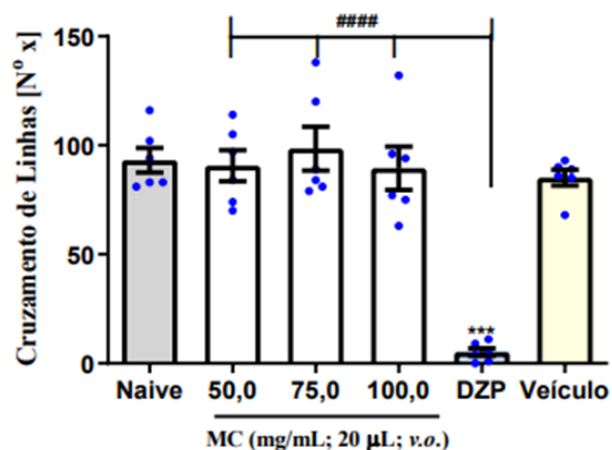
5.4.8 Toxicidade

5.4.8.1 Avaliação da segurança não clínica em Zebrafish (*Danio rerio*) adulto

5.4.8.1.1 Teste de campo aberto

A Figura 22 expressa os resultados obtidos para a análise de atividade locomotora de Zebrafish para a amostra de microesferas, em concentrações distintas. Distintamente ao observado nos testes contendo amostras de extrato da vagem, as amostras de microesferas não influenciaram significativamente a locomoção dos espécimes, demonstrando uma aparente ausência de efeitos sedativos aos peixes.

Figura 22 - Atividade locomotora dos zebrafish após consumo serem expostos a amostra das microesferas.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Um fenômeno diferente foi observado por Silva et al. (2023), ao avaliar o efeito da microencapsulação nas atividades antimicrobianas e propriedades toxicológicas do extrato de chá verde. Os autores observaram que o processo de encapsulação não influenciou o efeito do extrato sobre a atividade locomotora dos espécimes testados, com ambos apresentando efeitos sedativos.

Em concordância, Rosa et al. (2025) estudaram o efeito de microesferas de hialuronato de sódio na seletividade da ação antitumoral de ácido anacárdico. Em seu estudo, os autores realizaram a análise de toxicidade aguda e de atividade locomotora em zebrafish e, tanto as amostras de microesferas controle quanto as microesferas contendo o ácido, não apresentaram efeitos nos peixes durante a análise.

Desta forma, o resultado obtido no presente estudo pode estar associado a diferentes fatores, como o processo de microencapsulação, o material de parede utilizado ou até mesmo as concentrações do material de parede e extrato utilizado na formulação das microesferas.

5.4.8.1.2 Toxicidade aguda 96h

A análise de toxicidade aguda para as amostras de microesferas revelou resultados semelhantes aos do extrato puro da vagem. Novamente, não ocorreram mortes em nenhuma das concentrações testadas, conforme observado na Tabela 9, levando-se à conclusão de que a CL_{50} das amostras de microesferas é superior à maior concentração analisada, ou seja, maior que 100 mg/mL.

Tabela 9 – Determinação da toxicidade aguda 96h das microesferas.

Amostra	Mortalidade Zebrafish				96h
	CN	C1	C2	C3	CL_{50}
MC	0	0	0	0	> 100 mg/mL

CN - Grupo controle negativo: água destilada estéril e amido EU; MC - microesferas; C1 - grupo concentração 50,0 mg/mL; C2 - grupo concentração 75,0 mg/mL; C3 - grupo concentração 100,0 mg/mL; CL_{50} - concentração letal para matar 50% dos Zebrafish.

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Apesar de seguir o mesmo parâmetro para a amostra de extrato puro, pode-se afirmar que, provavelmente, a CL_{50} para as microesferas foi ainda maior do que a do extrato, conforme evidenciado por Faria et al. (2020), onde comparou-se a CL_{50} de extratos de fruto de café verde puro e encapsulado. Os resultados demonstraram que a concentração letal para o

extrato puro foi de 5000 mg/kg em ratos albinos, enquanto a mesma concentração, para a amostra encapsulada, não apresentou mortalidade, apesar de apresentar outros sintomas.

Por sua vez, Zhou et al. (2024) analisou os efeitos da microencapsulação, com amido poroso de milho, de avermectina no controle e redução de riscos ambientais. O teste de toxicidade aguda foi realizado em zebrafish adulto, como no presente estudo, e foi observado que as microesferas apresentaram toxicidade significativamente menores, obtendo valores de CL_{50} superiores.

Nesse contexto, pode-se concluir que a CL_{50} foi superior a CL_{50} do extrato puro da vagem do feijão. Tal característica pode estar atrelada tanto à estabilidade do material de parede, à liberação controlada do extrato quanto à menor concentração de extrato utilizado na atomização das microesferas.

5.4.9 Determinação da atividade antimicrobiana

5.4.9.1 Difusão em ágar

A Tabela 10 demonstra os valores de halo de inibição obtidos para as amostras das microesferas, através da análise de atividade antimicrobiana por difusão em ágar. A análise, semelhantemente a realizada para o extrato da vagem, ocorreu frente a microrganismos Gram-positivos (*S. aureus* e *L. monocytogenes*) e Gram-negativos (*E. coli* e *S. Typhimurium*) e aos antibióticos amicacina e gentamicina, com seus respectivos halos de inibição.

Tabela 10 – Valores de atividade antimicrobiana por difusão em ágar das microesferas, frente a diferentes microrganismos.

Amostra	Microrganismo				
	MC	SA	LM	EC	ST
100,00%	11,633±0,473	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00
75,00%	9,767±0,700	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00
50,00%	8,233±0,603	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00	0 ± 0,00
Amicacina (30µg)	21,50 ± 0,71	ND	ND	ND	24,00 ± 1,41
Gentamicina (10µg)	ND	13,50 ± 0,71	15,50 ± 0,71	ND	ND

Médias seguidas de desvio padrão; Resultados expressos em milímetros (mm); MC - microesferas; SA - *S. aureus*; EC - *E. coli*; ST - *Salmonella Typhimurium*; LM - *L. monocytogenes*; ND - não determinado.

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Ao analisar os resultados, pode-se notar que os tamanhos dos halos de inibição das microesferas foram bem próximos aos halos observados somente para o extrato, em todas as concentrações, um resultado diferente do observado por Yoplac et al. (2021), onde os autores analisaram a atividade antimicrobiana de diferentes misturas de citral e de microesferas contendo estas misturas frente a diferentes microrganismos. Os autores encontraram halos de inibição maiores para as misturas puras de citral (6,73 mm a 15,03 mm) quando comparados aos encontrados para as microesferas (em torno de 7,38 mm).

Porém, através de microesferas, a interação do extrato ocorre de forma diferente. Uma maior área de contato superficial irá melhorar o processo de difusão do extrato pela membrana celular do microrganismo e, por sua vez, a liberação controlada do extrato pela microesfera promoverá um maior tempo de ação da atividade antimicrobiana (Lu et al., 2018; Majeed et al., 2016).

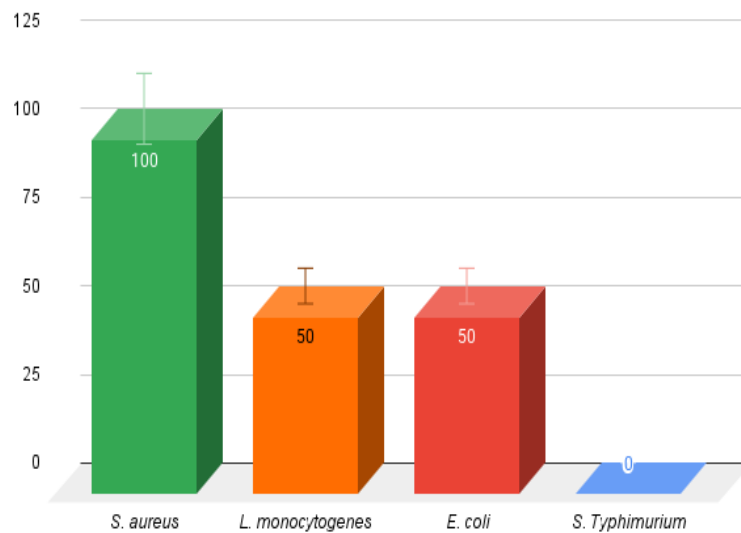
Neste contexto, pode-se afirmar que o resultado obtido na análise das microesferas foi muito promissor tendo em vista que, no processo de formulação das microesferas, foi utilizada uma concentração muito menor de extrato e, ainda assim, foi possível observar atividade antimicrobiana.

5.4.9.2 Microdiluição em placas

5.4.9.2.1 Determinação da concentração inibitória mínima (CIM)

A Figura 23 mostra o gráfico com os resultados obtidos para a análise de concentração inibitória mínima (CIM) para as microesferas frente aos mesmos microrganismos utilizados para a análise do extrato, sendo 2 Gram-positivos (*S. aureus* e *L. monocytogenes*) e 2 Gram-negativos (*E. coli* e *S. Typhimurium*).

Figura 23 - Valores da atividade inibitória das microesferas, frente a diferentes microrganismos.



Fonte: Elaborado pela autora (2026).

Ao analisar os resultados obtidos, é possível perceber que a amostra não apresentou atividade inibitória frente a *S. Typhimurium*, enquanto os valores de CIM apresentaram aumentos em relação à amostra pura de extrato da vagem, tal fenômeno pode estar associado à menor concentração de extrato utilizado na formação das microesferas.

Os dados e resultados obtidos também estão de acordo com o estudo realizado por Kuley et al. (2021), onde os autores compararam o potencial antimicrobiano de amostras puras de extratos etanólico e aquoso de própolis com sobrenadante de *L. plantarum* e amostras microencapsuladas contendo tais extratos, frente a diferentes microrganismos. Em seus resultados, foi possível perceber que as amostras puras, em geral, apresentaram valores menores, com concentrações a partir de 3,12 mg/mL até 50 mg/mL, enquanto as microesferas apresentaram valores maiores, a partir de 25 mg/mL até 50 mg/mL.

Sharayei, Azarpazhooh e Ramaswamy (2020) destacam que diversos fatores podem influenciar nas características finais da amostra microencapsulada, como o tipo de processo realizado na microencapsulação, a concentração do material de parede da microesfera, bem como as condições ambiente em que a amostra é armazenada. Dessa forma, as características como propriedade de parede da microesfera, a liberação e difusão do extrato encapsulado e a concentração do extrato utilizado irão influenciar os resultados das análises das propriedades antimicrobianas da amostra final.

5.4.9.2.2 Determinação da concentração bactericida mínima (CBM)

Diferentemente dos valores encontrados para o extrato puro da vagem, os valores obtidos, como descrito na Tabela 11, foram superiores a 50 mg/mL para todos os microrganismos. Desta forma, nota-se um resultado positivo em relação ao mesmo, tendo em vista que a ação antimicrobiana foi mantida, apesar da menor concentração de extrato presente nas microesferas.

Tabela 11 - Valores da concentração bactericida das microesferas, frente a diferentes microrganismos.

Amostra	Microrganismo			
	SA	LM	EC	ST
MC	> 50 mg/mL	> 50 mg/mL	> 50 mg/mL	> 50 mg/mL

MC - microesferas; SA - *S. aureus*; EC - *E. coli*; ST - *Salmonella Typhimurium*; LM - *L. monocytogenes*;

Fonte: Elaborado pela autora (2026).

O resultado também está de acordo com o apresentado por Kuley et al. (2021), onde os valores obtidos de CBM por suas amostras de microesferas contendo extratos etanólicos e aquosos de própolis com sobrenadante de *L. plantarum* foram todas iguais ou superiores a 50 mg/mL, demonstrando comportamento similar às amostras de microesferas do presente estudo.

Tu et al. (2020) realizou um estudo comparativo da atividade antimicrobiana de óleo essencial de canela frente a 5 espécies diferentes da bactéria *Ralstonia solanacearum*. Em sua pesquisa, realizou-se, entre outros aspectos, a análise da concentração bactericida mínima (CBM) do óleo essencial de canela puro e microencapsulado, obtendo valores de CBM superiores para as microesferas. O extrato puro obteve valores entre 0,09 e 0,23 mg/mL, e as microesferas obtiveram entre 0,17 e 0,44 mg/mL, valores próximos ao dobro dos valores do extrato puro.

Desta forma, pode-se perceber um comportamento semelhante entre os potenciais antimicrobianos de amostras puras e microencapsuladas. Esta diferença, como dito anteriormente, está atrelada às características de barreira, de liberação controlada, a estabilidade e a concentração de extrato presente nas microesferas (Tu et al., 2020; Sharayei, Azarpazhooh e Ramaswamy, 2020).

6 CONCLUSÃO

Através do presente trabalho pode-se concluir que o feijão-caupi verde representa uma ótima alternativa para obtenção de amido. A extração assistida por ultrassom proveu um amido com características físico-químicas típicas de carboidratos, com elevada pureza, morfologia preservada, padrão cristalino típico de amidos convencionais e estabilidade térmica propícia para aplicações industriais.

O extrato, por sua vez, apresentou atividade antioxidante e teor de compostos fenólicos menor do que o esperado, além de causar a redução da atividade locomotora dos zebrafish. Entretanto, demonstrou considerável atividade antimicrobiana frente ao microrganismo *S. aureus*. Tais achados sugerem que o método extrativo empregado pode não ter sido o mais eficiente para a recuperação de compostos fenólicos ou de metabólitos com potencial antioxidante. Dessa forma torna-se extremamente importante a realização de estudos complementares utilizando solventes de diferentes polaridades, bem como a aplicação de técnicas extrativas alternativas, visando maximizar o rendimento e ampliar a caracterização fitoquímica e biológica do extrato.

Ademais, as microesferas utilizando a mistura amido+extrato também apresentaram considerável atividade antimicrobiana frente ao microrganismo *S. aureus*, demonstrando que o complexo formado foi capaz de auxiliar na manutenção das propriedades do extrato, bem como na preservação das características morfológicas e físico-químicas do amido.

Diante do exposto, os resultados validam que os resíduos (vagem) e subprodutos (feijões com defeitos leves) gerados pelo beneficiamento do feijão-caupi verde têm potencial para serem convertidos em produtos de maior valor agregado, cooperando tanto para o desenvolvimento de novos produtos quanto para práticas industriais mais sustentáveis. Por fim, a ausência de estudos sobre a obtenção de microesferas utilizando o extrato da vagem de feijão-caupi verde e o amido extraído do próprio grão salienta o caráter inovador do presente trabalho, possibilitando a realização de novas pesquisas seguindo a mesma vertente.

REFERÊNCIAS

- ABDULLAH, Abdullah H. Dawam *et al.* Physical and chemical properties of corn, cassava, and potato starches. **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**, Bristol, v. 160, n. 1, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1088/1755-1315/160/1/012003>
- ABEBE, Belete Kuraz; ALEMAYEHU, Mulugeta Tesfaye. A review of the nutritional use of cowpea (*Vigna unguiculata* L. Walp) for human and animal diets. **Journal of Agriculture and Food Research**, Amsterdam, v. 10, p. 100383, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2022.100383>
- ABREU, Hadassa Kathyuci Antunes de. **Adaptabilidade e estabilidade de genótipos de feijão-caupi via REML/BLUP e GGE-BIPLLOT**. 2018. Dissertação (Mestrado em Agronomia), Universidade Federal da Grande Dourados, Faculdade de Ciências Agrárias, Dourados, 2018.
- AGAMA-ACEVEDO, Edith; FLORES-SILVA, Patricia C.; BELLO-PÉREZ, Luis Arturo. Cereal starch production for food applications. *In*: CLERICI, Maria Tereza Pedrosa Silva; SCHMIELE, Marcio (eds.). **Starches for food application**. London: Academic Press, 2019. p. 71–102.
- AI, Yongfeng; JANE, Jay-Lin. Understanding starch structure and functionality. *In*: SJÖÖ, Malin; NILSSON, Lars (eds.). **Starch in food: structure, function and applications**. 2. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2018. p. 151–178.
- AKINWUMI, Folasade E *et al.* Physicochemical properties of runner bean and their starch, with a comparison to corn starch. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 90, n. 7, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1111/1750-3841.70440>
- ALVAREZ-RAMÍREZ, José *et al.* Impact of soaking time at room temperature on the physicochemical properties of maize and potato starch granules. **Starch/Stärke**, Weinheim, v. 71, 2019.
- AMARAWEEERA, Sumedha Madhavi *et al.* Development of starch-based materials using current modification techniques and their applications: a review. **Molecules**, Basel, v. 26, n. 6880, p. 1–30, 2021.
- ANSILIERO, Rafaela; CANDIAGO, Nathalia Turkot; COMUNELLO, Henrique Heckler; MORAES, Juliana Donadel; SIMON, Géssica; SOUZA, Edson Luiz de. Alternativas para aproveitamento de resíduos de frutas: uma revisão. **Anuário Pesquisa e Extensão Unoesc Videira, [S. l.]**, v. 5, p. e24976, 2020. Disponível em: <https://periodicos.unoesc.edu.br/apeuv/article/view/24976>. Acesso em: 3 dez. 2025.
- AOAC INTERNATIONAL. **Official methods of analysis of AOAC International**. 20. ed. Rockville: AOAC International, 2016.
- ARELLANO-AGUIAR, Omar; SOLÍS-ÁNGELES, Soledad; SERRANO, Luis; *et al.* Use of the zebrafish embryo toxicity test for risk assessment purpose: case study. **Journal of FisheriesSciences.com**, Istanbul, v. 9, n. 4, p. 52–62, 2015.

ASSEF, Júlia. **A versatilidade do feijão-guandu na permacultura**. São Paulo, 2022. Disponível em: <https://www.ecycle.com.br/feijao-guandu/>. Acesso em: 2 fev. 2026.

AVANZA, María Victoria *et al.* Phytochemical and functional characterization of phenolic compounds from cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.) obtained by green extraction technologies. **Agronomy**, Basel, v. 11, n. 1, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/agronomy11010162>

AWAD, Alzaidi Mohammed; KUMAR, Pavan; ISMAIL-FITRY, Mohammad Rashedi; *et al.* Green extraction of bioactive compounds from plant biomass and their application in meat as natural antioxidant. **Antioxidants**, Basel, v. 10, n. 9, p. 1465, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/antiox10091465>

BAJAJ, Ravinder *et al.* Structural, morphological, functional and digestibility properties of starches from cereals, tubers and legumes: a comparative study. **Journal of Food Science and Technology**, New Delhi, v. 55, p. 3799–3808, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3342-4>

BARROS, Domingos Rodrigues *et al.* Ariá (*Goeppertia allouia*) Brazilian Amazon tuber as a nonconventional starch source for foods. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 168, p. 187–194, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.11.050>

BARROS, Elynne Kryslen do Carmo. **Caracterização e divergência genética entre genótipos de feijão-caupi com base nos teores de proteínas, ferro e zinco e na qualidade de cocção**. 2019. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição), Universidade Federal do Piauí, Teresina, 2019.

BASHIR, Khalid; AGGARWAL, Manjeet. Physicochemical, structural and functional properties of native and irradiated starch: a review. **Journal of Food Science and Technology**, New Delhi, v. 56, p. 513–523, 2019.

BELLO-PÉREZ, Luis Arturo *et al.* Molecular characterization of corn starches by HPSEC-MALS-RI: a comparison with AF4-MALS-RI system. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 96, p. 373–376, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.04.067>

BEMILLER, James N. Starches: molecular and granular structures and properties. *In*: BEMILLER, James N. **Carbohydrate chemistry for food scientists**. London: Woodhead Publishing, 2019a.

BEMILLER, James N. Starches: molecular and granular structures and properties. *In*: BEMILLER, James N. **Carbohydrate chemistry for food scientists**. London: Woodhead Publishing, 2019b. p. 159–189.

BERNARDINO-NICANOR, Aurea *et al.* Fourier transform infrared and Raman spectroscopic study of the effect of the thermal treatment and extraction methods on the characteristics of ayocote bean starches. **Journal of Food Science and Technology**, New Delhi, v. 54, n. 4, p. 933–943, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1007/s13197-016-2370-1>

BONTO, Aldrin Porcioncula *et al.* Impact of ultrasonic treatment on rice starch and grain functional properties: a review. **Ultrasonics Sonochemistry**, Amsterdam, v. 71, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105383>

BORBA, Verônica Simões de; SILVEIRA, Cinthia Ortiz; ALVES, Janaína Barreto; GROPELLI, Victória Marques; BADIALE-FURLONG, Eliana. Modificações do amido e suas implicações tecnológicas e nutricionais. *In: CORDEIRO, Carla Adriana Mendes et al.* (org.). **Ciência e tecnologia de alimentos: pesquisa e práticas contemporâneas**. Ponta Grossa: Atena Editora, 2021. p. 428–457. DOI: <https://doi.org/10.37885/210504724>

BRAGA, Catiane dos Santos. **Caracterização morfoagronômica, fenológica e viabilidade polínica de genótipos de feijão**. 2020. Dissertação (Mestrado em Genética e Melhoramento de Plantas), Universidade do Estado de Mato Grosso, Cáceres, 2020.

BRANEN, Jill Katherine; DAVIDSON, Paul Michael. Enhancement of nisin, lysozyme, and monolaurin antimicrobial activities by ethylenediaminetetraacetic acid and lactoferrin. **International Journal of Food Microbiology**, Amsterdam, v. 90, p. 63–74, 2004. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0168-1605\(03\)00172-7](https://doi.org/10.1016/s0168-1605(03)00172-7)

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 711, de 1º de julho de 2022: Dispõe sobre os requisitos sanitários dos amidos, biscoitos, cereais integrais, cereais processados, farelos, farinhas, farinhas integrais, massas alimentícias e pães**. Diário Oficial da União, Brasília, 2022.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopeia Brasileira**. 6. ed. Brasília: ANVISA, 2019.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 12, de 28 de março de 2008: Estabelece critérios e procedimentos para classificação do feijão**. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, 31 mar. 2008. p. 45.

BRCST; EUCAST. **Antibiograma: interpretação das zonas de inibição e concentração inibitória mínima**. Brasília, 2022. Disponível em: <http://brcast.org.br/>. Acesso em: 09 jan. 2025.

BRCST; EUCAST. **Teste de sensibilidade aos antimicrobianos: método de disco-difusão**. Brasília, 2021. Disponível em: <http://brcast.org.br/>. Acesso em: 09 jan. 2025.

BRITO, Jéssica Hoffmann. **Produção e caracterização estrutural, morfológica e térmica de filmes biodegradáveis utilizando amido de caroço de abacate (*Persea americana* Mill) e bagaço de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz)**. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa, Paraná, 2019.

BRITO, Ananda Emilly de Oliveira; SILVA, Carlena Sinara Martins da. Antimicrobial activity of plant extracts of spices from northern Brazil. **Research, Society and Development**, Vargem Grande Paulista, v. 11, n. 2, e52011226047, 2022. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v11i2.26047>

CALDERÓN-OLIVER, Mariel; PONCE-ALQUICIRA, Edith. The role of microencapsulation in food application. **Molecules**, Basel, v. 27, n. 5, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27051499>

CARVALHO, Ricardo da Silva *et al.* Plant extracts in agriculture and their applications in the treatment of seeds. **Cienc. Rural**, Juiz de Fora, v. 52, n. 5, e20210245, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20210245>

CASTRO, Deise Souza de. **Extração e utilização do amido do endocarpo da pitomba na elaboração de catchup e no desenvolvimento de revestimentos comestíveis**. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola), Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2019.

CESAR, Ana Luiza Trovo Marques de Souza *et al.* Physical chemicals and rheologicals characterization of corn starch (*Zea mays* L.) landraces popcorn. **Research, Society and Development**. São Paulo, v. 10, n. 13, e402101321394, 2021. ISSN 2525-3409. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v10i13.21394>

CHEN, Yu-Fang; KAUR, Lovedeep; SINGH, Jaspreet. Chemical Modification of Starch. *In: SJÖÖ, Malin; NILSSON, Lars (eds.). Starch in Food: Structure, Function and Applications*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2. ed., 2018, p. 283–321.

CHOUDHURY, Nitamani; MEGHWAL, Murlidhar; DAS, Kalyan. Microencapsulation: an overview on concepts, methods, properties and applications in foods. **Food Frontiers**. Hoboken, v. 2, p. 426-442, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1002/fft2.94>

CHUNG, Hyun-Jung *et al.* In vitro starch digestibility, expected glycemic index and some physicochemical properties of starch and flour from common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) varieties grown in Canada. **Food Research International**. Oxford, v. 41, n. 9, p. 869–875, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2008.03.013>

COLLYMORE, Chereen; RASMUSSEN, Skye; TOLWANI, Ravi J. Gavaging adult zebrafish. **J Vis Exp**. Cambridge, v. 78, e50691, p. 1–5, 2013. DOI: <https://doi.org/10.3791/50691>

COMBRZYNSKI, Maciej *et al.* Physical Properties, Spectroscopic, Microscopic, X-ray, and Chemometric Analysis of Starch Films Enriched with Selected Functional Additives. **Materials**, Basel, v. 14, n. 10, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma14102673>

CONAB. **Acompanhamento da Safra Brasileira de grãos**, safra 2022/23. Brasília, CONAB, 2022.

CONAB. **Acompanhamento da Safra Brasileira de Grãos**, safra 2023/24, sétimo levantamento. Brasília, CONAB, 2024.

COSTA, Alexandre Sylvio Vieira da. Resíduos industriais como matéria-prima na produção de fertilizantes e utilização no cultivo de milho e feijão. **Research, Society and Development**, São Paulo, v. 9, n. 8, p. 1–4, 2020.

COULTATE, T. P. *Alimentos: química de seus componentes*. Zaragoza: Acribia, 1984. p. 27.

DAMIANI, Clarissa *et al.* *Aproveitamento de resíduos vegetais: potenciais e limitações*. Palmas: EDUFT, 2020.

DAMODARAN, Srinivasan; PARKIN, Kirk Lindsay. *Química de alimentos de Fennema*. 5. ed. Porto Alegre, Artmed, 2019.

DANTAS, Sílvia Maria *et al.* Análise bromatológica do feijão guandu cultivado em sequeiro no semiárido para produção de forragens. **Revista Brasileira de Engenharia de Biosistemas**, Tupã, v. 15, n. 3, p. 381–390, 2021. DOI: <https://doi.org/10.18011/bioeng2021v15n3p381-390>

DE SÁ, Douglas Leandro Martins *et al.* Métodos de extração de compostos fenólicos da casca melosa do *Coffea arabica* L. **Revista JRG de Estudos Acadêmicos**, Brasília, v. 7, n. 14, p. e141225, 2024.

DEREJE, Belay. Composition, morphology and physicochemical properties of starches derived from indigenous Ethiopian tuber crops: a review. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 187, p. 911–921, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.188>

DI-MEDEIROS, Maria Carolina Bezerra *et al.* Rheological and biochemical properties of *Solanum lycocarpum* starch. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 104, n. 1, p. 66–72, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.01.023>

DINIZ, Patricia Fabian de Araújo *et al.* Doses de fósforo e fungos micorrízicos arbusculares na cultura do feijão-caupi na Paraíba. **Revista Principia – Divulgação Científica e Tecnológica do IFPB**, João Pessoa, v. 61, n. 3, p. 608–623, jul. 2024.

DOMINGOS, Dayane Gonzaga *et al.* Extração e caracterização de amido de diferentes fontes vegetais: uma alternativa para materiais biodegradáveis à base de amido. **Processos Químicos e Biotecnológicos**, Ponta Grossa, v. 6, p. 21, 2020. DOI: <https://doi.org/10.36229/978-65-5866-009-5.CAP.03>

ELBADRAWY, Elsayed; MOSTAFA, Mona Y. Antioxidant, anti-inflammatory, antimicrobial, and anticancer properties of green broad bean pods (*Vicia faba* L.). **Foods and Raw Materials**, Kemerovo, v. 12, n. 2, p. 308–318, 2024. DOI: <https://doi.org/10.21603/2308-4057-2024-2-610>

EMEJE, Martins. **Chemical properties of starch**. London: IntechOpen, 2020. Disponível em: <https://www.intechopen.com/books/chemical-properties-of-starch>.

FAO/OMS. **FAOSTAT**. Roma: FAO, 2021. Disponível em: <http://www.fao.org/faostat/en/#home>. Acesso em: 12 maio 2025.

FAO/OMS. **Codex Alimentarius**. General standard for food additives: Starch specifications. Roma: FAO/OMS, 2020.

FARIA, Wanessa Costa Silva *et al.* Acute and subacute oral toxicity assessment of dry encapsulated and non-encapsulated green coffee fruit extracts. **Journal of Food and Drug Analysis**, Taipei, v. 28, n. 2, 2020. DOI: <https://doi.org/10.38212/2224-6614.1067>

FARIAS, Amanda Vasconcelos. **Caracterização das propriedades do amido da crueira de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) isolado por diferentes métodos de extração**. 2022. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Amazonas, 2022.

FASOGBON, Albert Oluwasoga; ODEWADE, Joseph Oluwaseun; OMOJOYEGBE, Ruth Tomilola. Antibacterial potential of pod extracts of gum arabic tree (*Acacia nilotica*). **Equity Journal of Science and Technology**, Kebbi, v. 8, n. 1, p. 100–104, 2022. DOI: <https://doi.org/10.4314/equijost.v8i1.17>

FENDRI, Lilia Belghith *et al.* Antioxidant and antimicrobial activities of polyphenols extracted from pea and broad bean pods wastes. **Journal of Food Measurement and Characterization**, New York, v. 16, p. 4822–4832, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11694-022-01547-3>

FERNANDES, Luciana. **Cultivares de feijão-caupi produzidas na Embrapa Meio-Norte, em Teresina – Piauí, em novembro de 2015**. Teresina: Embrapa, 2016.

FERREIRA, Carlos Magri; BARRIGOSI, José Alexandre Freitas; FIGUEIREDO, Reginaldo Santana; *et al.* **Arroz e feijão: tradição e segurança alimentar**. Brasília: Embrapa, 2021.

FERREIRA, Laiza Hayanne Gomes *et al.* Potencial de utilização de extratos vegetais como aditivo natural para melhoria da qualidade de ovos – revisão. **Brazilian Journal of Animal and Environmental Research**, Curitiba, v. 7, n. 2, p. 1–16, 2024. DOI: <https://doi.org/10.34188/bjaerv7n2-049>

FERREIRA, Poliana Sander; ALMEIDA, Eveline Lopes. **Amido: uma abordagem acerca da composição, estrutura, propriedades, modificação e aplicação**. *Produção Animal e Vegetal: Inovações e Atualidades*, Curitiba, v. 2, 2022. DOI: <https://doi.org/10.53934/9786585062039>

FERRONATTO, Andressa Neuhaus; ROSSI, Rochele Cassanta; CAPPELLARI, Fernanda. Amido resistente: alternativa de alimento funcional para a homeostase da glicose, redução do perfil lipídico e modulação da microbiota intestinal. **Revista Saúde e Desenvolvimento Humano**, Canoas, v. 8, n. 2, 2020. DOI: <https://doi.org/10.18316/sdh.v8i2.5180>

FITRYA, Fitrya *et al.* Toxicological assessment of *Parkia speciosa* pod ethanol extract: the acute and sub-chronic oral toxicity test on experimental animal. **International Journal of Pharmaceutical Research**, Pune, Índia, v. 13, n. 3, 2021. DOI: <https://doi.org/10.31838/ijpr/2021.13.03.033>

FOOD CHEMICALS CODEX. Starch monograph. 12. ed. Washington, **Pharmacopeia**, 2022.

FREIRE FILHO, Francisco Rodrigues; ROCHA, Maurisrael de Moura. **Feijão-caupi: verdes**. Teresina: Embrapa Meio-Norte, 2021.

FREITAS, Antônio Carlos Reis de. **Feijão-caupi: importância socioeconômica**. São Luís: Embrapa Cocais, 2021.

FUENTES, Catalina *et al.* Characterization of molecular properties of wheat starch from three different types of breads using asymmetric flow field-flow fractionation (AF4). **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 298, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125090>

FUENTES, Yihajara *et al.* Microencapsulation of Chilean papaya waste extract and its impact on physicochemical and bioactive properties. **Antioxidants**, Basel, v. 12, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3390/antiox12101900>

GAETE, Analyse Villanueva; TEODORO, Carlos Eduardo de Souza; MARTINAZO, Ana Paula. Use of agro-industrial waste for cellulase production: a review. **Research, Society and Development**, Vargem Grande Paulista, v. 9, n. 8, p. e567985785, 2020. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v9i8.5785>

GALLOTTI, Francesca; LAVELLI, Vera; TURCHIULI, Christelle. Application of *Pleurotus ostreatus* β -glucans for oil-in-water emulsions encapsulation in powder. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 105, p. 105841, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.105841>

GERMANI, Rogério. **Agroindústria do milho: amido de milho**. Rio de Janeiro: Embrapa Agroindústria de Alimentos, 2021.

GHENO, Alana Maria *et al.* Evaluation of technological attributes of French bread with added vegetable flour. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 25, e2021113, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.11321>

GOMES, Fernanda de Oliveira; SILVA, Izabel Cristina Veras; FREITAS, Thaise Kessiane Teixeira; RODRIGUES, Larissa Lages; SABÓIA, Rocilda Cleide Bonfim de; ROCHA, Maurisrael de Moura. Composição química e valor energético total de grãos imaturos de linhagens e cultivares de feijão-caupi. *In*: CARVALHO, Edilma Pinto Coutinho *et al.* (org.). **Ciência e tecnologia de alimentos: pesquisa e práticas contemporâneas**. Ponta Grossa: Editora científica, 2021. v. 2, cap. 25, p. 373–382. DOI: <https://doi.org/10.37885/210805934>

GU, Yue *et al.* Enhancing the nonlinear rheological property and digestibility of mung bean flour gels using controlled microwave treatments: effect of starch debranching and protein denaturation. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 270, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.132049>

GUEDES, Eduardo Henrique Santos *et al.* Agro-industrial waste as a substrate for the production of microbial lipases: a review. **Research, Society and Development**, Vargem Grande Paulista, v. 10, n. 2, p. e30710212537, 2021. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v10i2.12537>

GUO, Baozhong *et al.* Microcapsules with slow-release characteristics prepared by soluble small molecular starch fractions through the spray drying method. **International Journal of**

Biological Macromolecules, Amsterdam, v. 200, p. 34–41, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.12.137>

GUPTA, Ramesh *et al.* Study on genetic variability in cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.). **Current Journal of Applied Science and Technology**, Hooghly, Índia, v. 33, p. 1–8, 2019. DOI: <https://doi.org/10.9734/CJAST/2019/v33i230057>

HAQ, Fazal *et al.* Advances in chemical modifications of starches and their applications. **Carbohydrate Research**, Amsterdam, v. 476, p. 12–35, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carres.2019.02.007>

HAYAYUMI-VALDIVIA, María; MÁRQUEZ-VILLACORTA, Luis Francisco; PRETELL-VÁSQUEZ, Carla Consuelo. Effect of microencapsulation and mango peel powder on probiotics survival in ice cream. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 24, 2021.

HOLLAND, Héric. **Efeitos da suplementação de amido resistente em parâmetros metabólicos em camundongos alimentados com dieta hiperlipídica e fibras**. 2022. Tese (Doutorado em Medicina), Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto, São Paulo, 2022.

HOOVER, Ratnajothi *et al.* Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: a review. **Food Research International**, Amsterdam, v. 43, n. 2, p. 399–413, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.09.001>

IAL. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4. ed. São Paulo, **IMESP**, 2008.

JANE, Jay-Lin *et al.* Effects of amylopectin branch chain length and amylose content on the gelatinization and pasting properties of starch. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v. 76, n. 5, 1999. DOI: <https://doi.org/10.1094/CCHEM.1999.76.5.629>

JHA, Uday Chand *et al.* Ensuring global food security by improving protein content in major grain legumes using breeding and ‘omics’ tools. **International Journal of Molecular Sciences**, Basel, v. 23, n. 14, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/ijms23147710>

KAYODE, Bukola I *et al.* Morphology and physicochemical properties of starch isolated from frozen cassava root. **Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 147, p. 111546, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111546>

KINGSLEY, Danie; ABRAHAM, Jayanthi. Molecular docking and simulation studies to prove the antimicrobial property of cowpea extract. **Asia-Pacific Journal of Molecular Biology and Biotechnology**, Kuala Lumpur, Malásia, v. 30, n. 2, p. 32–43, 2022. DOI: <https://doi.org/10.35118/apjmbb.2022.030.2.04>

KULEY, Esmeray *et al.* Inhibitory activity of co-microencapsulation of cell free supernatant from *Lactobacillus plantarum* with propolis extracts towards fish spoilage bacteria. **Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 146, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111433>

KYRIAKOUDI, Anastasia *et al.* Innovative delivery systems loaded with plant bioactive ingredients: formulation approaches and applications. **Plants**, Basel, v. 10, n. 6, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/plants10061238>

LARANJEIRA, Ruandra Cayenne da Silva. **Amidos de fontes não convencionais e sua aplicação em filmes biodegradáveis: fundamentos e aplicações**. 2021. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Amazonas, 2021.

LEONEL, Magali; CEREDA, Marney Pascoli. Caracterização físico-química de algumas tuberosas amiláceas. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 22, n. 1, 2002. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612002000100012>

LI, Gang *et al.* Effect of ultrasonic treatment on structure and physicochemical properties of pea starch. **Foods**, Basel, v. 12, n. 13, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods12132620>

LI, Hang *et al.* Adzuki bean (*Vigna angularis*): chemical compositions, physicochemical properties, health benefits, and food applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, Chicago, v. 21, n. 3, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12945>

LI, Hui *et al.* In vitro digestibility of rice starch granules modified by β -amylase, transglucosidase and pullulanase. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 136, p. 1228–1236, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.06.111>

LIGARDA-SAMANEZ, Carlos Alberto *et al.* Microencapsulation of erythrocytes extracted from *Cavia porcellus* blood in matrices of tara gum and native potato starch. **Foods**, Basel, v. 11, n. 14, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods11142107>

LIGARDA-SAMANEZ, Carlos Alberto *et al.* Microencapsulation of propolis and honey using mixtures of maltodextrin/tara gum and modified native potato starch/tara gum. **Foods**, Basel, v. 12, n. 9, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods12091873>

LIU, Yi *et al.* Gelatinization behavior of starch: reflecting beyond the endotherm measured by differential scanning calorimetry. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 284, p. 53–59, 2019.

LOS, Francine Gomes Basso. **Estudo do amido, proteína e compostos fenólicos do feijão carioca**. 2019. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2019.

LOUREIRO, Andria da Costa *et al.* Estudo em alimentos cotidianos: pesquisa de polissacarídeos através da reação com iodo. **Brazilian Journal of Development**, Curitiba, v. 5, n. 11, p. 24243–24253, 2019. DOI: <https://doi.org/10.34117/bjdv5n11-111>

LU, Wen-Chien *et al.* Preparation, characterization, and antimicrobial activity of nanoemulsions incorporating citral essential oil. **Journal of Food and Drug Analysis**, Taipei, Taiwan, v. 26, n. 1, p. 82–87, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2016.12.018>

MAARAN, S *et al.* Composition, structure, morphology and physicochemical properties of lablab bean, navy bean, rice bean, tepary bean and velvet bean starches. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 152, p. 491–499, 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.12.014>

- MAGALHÃES, Francisco Ernani Alves *et al.* Adult zebrafish (*Danio rerio*): an alternative behavioral model of formalin-induced nociception. **Zebrafish**, New Rochelle, v. 14, p. 422–429, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1089/zeb.2017.1436>
- MAJEED, Hamid *et al.* Bactericidal action mechanism of negatively charged food grade clove oil nanoemulsions. **Food Chemistry**, Amsterdam, v. 197, p. 75–83, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.10.015>
- MAKROO, Hilal Ahmad *et al.* Recovery and characteristics of starches from unconventional sources and their potential applications: a review. **Applied Food Research**, Amsterdam, v. 1, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.afres.2021.100001>
- MARQUES, Nívia do Nascimento *et al.* Turning industrial waste into a valuable bioproduct: starch from mango kernel derivative to oil industry. **Journal of Renewable Materials**, Lancaster, v. 7, n. 2, p. 139–152, 2019. DOI: <https://doi.org/10.32604/jrm.2019.00040>
- MARQUEZI, Milene *et al.* Physical and chemical properties of starch and flour from different common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) cultivars. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 19, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.0516>
- MIGUEL, Thais Bezerra Veríssimo. **Desenvolvimento de filmes biodegradáveis a partir do amido da semente de jaca (*Artocarpus heterophyllus* L.) com a incorporação de resíduo de acerola (*Malpighia emarginata*)**. 2023. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2023.
- MIRANDA, Joyce Aparecida Tavares de *et al.* Scanning electron microscopy and crystallinity of starch granules from cowpea, black and carioca beans in raw and cooked forms. **Food Science and Technology**, Campinas, 2019.
- NASCIMENTO, José Eranildo Teles do *et al.* The orofacial antinociceptive effect of kaempferol-3-O-rutinoside, isolated from the plant *Ouratea fieldingiana*, on adult zebrafish (*Danio rerio*). **Biomedicine & Pharmacotherapy**, Amsterdam, v. 107, p. 1030-1036, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biopha.2018.08.089>
- NGUYEN, Van Tang; TRAN, Anh Xuan; THI LE, Van Anh. Microencapsulation of phenolic-enriched extract from cocoa pod husk (*Theobroma cacao* L.). **Powder Technology**, Amsterdam, v. 386, p. 136-143, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.03.033>
- NILSSON, Klara *et al.* Physicochemical and thermal characterisation of faba bean starch. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 16, p. 4470-4485, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11694-022-01543-7>
- NOGUEIRA, Carlos César Pereira *et al.* **Viabilidade econômica do feijão-caupi verde irrigado na microrregião de Teresina**. Piauí: Embrapa Meio-Norte, 2019. ISSN: 0104-7647.
- NOORULLA, K. M. *et al.* Syrupy herbal formulation of green bean pod extract of *Phaseolus vulgaris* L.: formulation optimization by central composite design, and evaluation for anti-urolithiatic activity. **Heliyon**, Glasgow, v. 10, n. 5, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e27330>

OKWUNAKWE, Ada Florence *et al.* Toxicity studies on aqueous-methanol pod extract of *Vigna unguiculata* (cowpea) in Wistar strain albino rats. **Nigerian Journal of Basic and Applied Science**, Sokoto, v. 28, n. 2, p. 1-9, 2021. DOI: <https://doi.org/10.4314/njbas.v28i2.1>

OLIVEIRA, Adolfo Marcito Campos de *et al.* Produção de alimentos na base do feijão-caupi (*Vigna unguiculata*): importância nutricional e benefícios para a saúde. **Research, Society and Development**, São Paulo, v. 10, n. 14, e56101416054, 2021. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v10i14.16054>

OLIVEIRA, Gisele Silva. **Caracterização morfoagronômica de variedades crioulas de feijão-caupi em diferentes sistemas de cultivo**. 2020. Tese (Doutorado em Agronomia), Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2020.

OLIVEIRA, Vanessa Caroline de; OLIVEIRA, Isadora Rebouças Nolasco de; MENDES, Fabrícia Queiroz. Análises físico-químicas e composição nutricional da farinha de casca de abacaxi como aproveitamento de resíduos agroindustriais. *In*: CARVALHO, Edilma Pinto Coutinho *et al.* (org.). **Ciência e tecnologia de alimentos: pesquisa e práticas contemporâneas**. Ponta Grossa: Editora científica, 2021. v. 2, p. 69–81. DOI: <https://doi.org/10.37885/210805814>.

OYEYINKA, Samson A *et al.* A review on the physicochemical properties and potential food applications of cowpea (*Vigna unguiculata*) starch. **International Journal of Food Science & Technology**, London, v. 56, n. 1, p. 52-60, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1111/ijfs.14604>

PIRES, Juliani Buchveitz. **Encapsulação de curcumina em fibras e cápsulas de amido de batata por mecanismos eletrohidrodinâmicos**. 2021. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2021.

PIRES, Marlia Barbosa *et al.* Impact of extraction methods and genotypes on the properties of starch from peach palm (*Bactris gasipaes* Kunth) fruits. **Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 150, 111983, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111983>

PLASKOVA, Anna; MLCEK, Jiri. New insights of the application of water or ethanol-water plant extract rich in active compounds in food. **Frontiers in Nutrition**, Lausanne, v. 10, 1118761, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3389/fnut.2023.1118761>

PRABHA, Vithu *et al.* Optimization of starch isolation process for sweet potato and characterization of the prepared starch. **Journal of Food Measurement and Characterization**, New York, v. 14, p. 1520-1532, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11694-020-00401-8>

PRAZERES, Keila Gabrieli Matos dos *et al.* Extraction and characterization of starch from green-matured cowpea beans (*Vigna unguiculata* L. Walp.). **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, Rio de Janeiro, v. 97, n. 4, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1590/0001-3765202520241171>

PRAZERES, Keila Gabrieli Matos dos *et al.* Physicochemical and functional properties of mangalô bean (*Lablab purpureus* L.) starch. **Colloids and Surfaces A**, Dordrecht, v. 610, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125706>

PUNIA BANGAR, Sneh *et al.* Kidney bean (*Phaseolus vulgaris*) starch: a review. **Legume Science**, Hoboken, v. 2, n. 3, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1002/leg3.52>

QI, Weijie *et al.* Insight into characteristics in rice starch under heat-moisture treatment: focus on the structure of amylose/amylopectin. **Food Chemistry: X**, Amsterdam, v. 24, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2024.101942>

QIU, Liang *et al.* Preparation, characterization, and application of modified starch/chitosan/sweet orange oil microcapsules. **Foods**, Amsterdam, v. 11, n. 15, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods11152306>

RANIERI, Lucas Menezes; DELANI, Tiele Carina de Oliveira. Banana verde (*Musa spp.*): obtenção da biomassa e ações fisiológicas do amido resistente. **Uningá Review**, Maringá, v. 20, n. 3, p. 43-49, 2014.

RAVINDRAN, Balasubramani *et al.* Cleaner production of agriculturally valuable benignant materials from industry generated bio-wastes: a review. **Bioresource Technology**, Amsterdam, v. 320, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.124281>

RE, Roberta *et al.* Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology and Medicine**, Amsterdam, v. 26, p. 1231-1237, 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0891-5849\(98\)00315-3](https://doi.org/10.1016/S0891-5849(98)00315-3)

RUFINO, Maria do Socorro Moura *et al.* **Metodologia científica: determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre ABTS+**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2007.

REHAGRO. **Origem do feijão no Brasil: cultura e histórico de cultivo**. Minas Gerais, 2023. Disponível em: <https://rehagro.com.br/blog/feijoeiro-comum-no-brasil-origem-e-historico-do-cultivo/>. Acesso em: 2 fev. 2026.

RIBEIRO, Jéssica; VELOSO, Cristiane. Microencapsulation of natural dyes with biopolymers for application in food: a review. **Food Hydrocolloids**, Amsterdam, v. 112, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106374>

ROCHA, Maurisrael de Moura. **Feijão-caupi: mercado e comercialização**. Teresina: Embrapa Meio-Norte, 2021.

ROMKO, Stéphanie Schiavo. **Avaliação das propriedades térmicas e estruturais de amido de semente de nêspira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) modificado fisicamente**. 2024. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.

RONKO, Letícia Zander *et al.* Caracterização físico-química de feijão carioca (*Phaseolus vulgaris* L.) e das propriedades tecnológicas de sua fração amido. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, Curitiba, v. 15, n. 1, p. 3534-3555, 2021.

ROSA, Marlon Erick Pereira *et al.* Sodium hyaluronate microcapsules to promote antitumor selectivity of anacardic acid. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 296, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.139616>

SALAMANDANE, Acácio *et al.* Antibacterial and antifungal activity of extracts from five Portuguese cowpea (*Vigna unguiculata*) accessions. **Molecules**, Basel, v. 30, n. 11, 2025. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules30112348>

SALES, Andressa Pereira da Silva *et al.* Avaliação da atividade antimicrobiana do extrato hidroalcoólico das folhas de *Psidium guajava* contra *Enterococcus faecalis*. **Revista Foco**, Curitiba, v. 16, n. 11, p. 1-13, 2023. DOI: <https://doi.org/10.54751/revistafoco.v16n11-188>

SANTANA, Felipe Bachion de *et al.* Experimento didático de quimiometria para classificação de óleos vegetais comestíveis por espectroscopia no infravermelho médio combinado com análise discriminante por mínimos quadrados parciais: um tutorial, parte V. **Química Nova**, São Paulo, v. 43, n. 3, p. 371–381, 2020. DOI: <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170480>

SCHMIELE, Marcio; SAMPAIO, Uliana Marques; CLERICI, Maria Teresa Pedrosa Silva. Basic principles: composition and properties of starch. *In*: CLERICI, Maria Tereza Pedrosa Silva; SCHMIELE, Marcio (eds.). London: **Starches for food application**, 2019. p. 1–22.

SCHRADER, Sarah M.; BOTELLA, Hélène; VAUBOURGEIX, Julien. Reframing antimicrobial resistance as a continuous spectrum of manifestations. **Current Opinion in Microbiology**, London v. 72, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mib.2022.102259>

SENIGALIA, Ritielly Laiany Carvalho *et al.* Toxicity of vegetable extracts from plants in the cerrado for medicine use. **Brazilian Journal of Development**, Paraná, v. 6, n. 8, p. 55308-55317, 2020. DOI: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n8-088>

SHARAYEI, Parvin; AZARPAZHOOH, Elham; RAMASWAMY, Hosahalli S. Effect of microencapsulation on antioxidant and antifungal properties of aqueous extract of pomegranate peel. **Journal of Food Science and Technology**, Mysore, India, v. 57, n. 2, p. 723–733, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1007/s13197-019-04105-w>

SILVA, Abraão Cícero da *et al.* **Diagnóstico da produção de feijão-caupi no nordeste brasileiro**. Revista da Universidade Vale do Rio Verde, Minas Gerais, v. 16, n. 2, 2018.

SILVA, Francisca Mayla Rodrigues *et al.* Microencapsulation of green tea extract (*Camellia sinensis* var. *assamica*) to increase the bioaccessibility of bioactive compounds and gastroprotective effects. **Food Bioscience**, Amsterdam, v. 42, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.101190>

SILVA, Geovana Thais da *et al.* Oat starch extraction process: review study. **Research, Society and Development**, v. 12, n. 5, e9812540361, 2023. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v12i5.40361>

SILVA, Liliane Santana da *et al.* Physical properties of grains of cowpea genotypes. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Paraíba, v. 27, n. 3, p. 216–222, 2023.

SILVA, Ueslei Bias. **Preparação e caracterização de blendas de amido termoplástico**. 2022. Dissertação (Mestrado em Química dos Materiais), Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, 2022.

SILVA, Virgínia Mirtes de Alcântara; ALMEIDA, Raphael Lucas Jacinto; SANTOS, Newton Carlos; RIBEIRO, Victor Herbert de Alcântara; RODRIGUES, Larissa Monique de Sousa; SOUSA, Francisca Moisés de. *In*: SILVA, Virgínia Mirtes de Alcântara *et al.* (org.). **Coleção Grãos & Sementes: Estudos Avançados**, v. 1, cap. 2. Campina Grande: EPTEC, 2021. ISBN: 978-65-00-23186-1.

SILVIO, Vaz Junior. **Aproveitamento de resíduos agroindustriais: uma abordagem sustentável**. Brasília: Embrapa Agroenergia, 2020. 26 p. ISSN 2177-4439.

SINGH, Nidhi; SUDHA, M. L. Natural food flavours: a healthier alternative for bakery industry: A review. **Journal of Food Science and Technology**, Mysore, India, v. 61, p. 642–650, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1007/s13197-023-05782-4>

SINGH, Nisha *et al.* Escalate protein plates from legumes for sustainable human nutrition. **Frontiers in Nutrition**, Lausanne, v. 9, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.977986>

SOBRAL, Ithalo Bruno de Sousa *et al.* Estudo estatístico sobre a correlação entre atividade antioxidante e teor de fenóis totais e flavonoides em cultivares de feijão-caupi e sementes de feijões comerciais. **Revista Virtual de Química**, Rio de Janeiro, v. 17, n. 4, p. 490–501, 2025. DOI: <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20250029>

SOBRINHO, Candido Athayde *et al.* **Tecnologias de produção de feijão-caupi irrigado para consumo de grãos imaturos (verdes) na Baixada Maranhense**. São Luís: Embrapa Cocais, 2022. ISSN 2394-8523.

SONG, Fuchen *et al.* Preparation of self-reinforced starch films for use as hard capsule material. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 189, p. 715–721, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.08.181>

SOUSA, Guiomar Almeida *et al.* Qualidade nutricional e armazenamento de variedades de feijão-caupi (*Vigna unguiculata*) cultivados no Acre. **Revista Delos**, Paraná, v. 16, n. 43, p. 752–773, 2023. DOI: <https://doi.org/10.55905/rdelosv16.n43-017>

SOUSA, Vânia Isabel *et al.* Microencapsulation of essential oils: a review. **Polymers**, Basel, v. 14, n. 9, 1730, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym14091730>

SOUZA, Felipe Ravelly Alves de; OLIVEIRA, José Sebastião Thiego de; SILVA, Daniella Pereira da; OLIVEIRA, Michelle Galindo de; NEVES, Danielle Dias; SILVA, Wagner Eduardo da; STAMFORD, Thayza Christina Montenegro. Biopolímeros na indústria de alimentos: do aproveitamento de resíduos agroindustriais à produção de biopolímeros. *In*: VERRUCK, Silvani (org.). **Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Ponta Grossa: Editora científica, v. 4, cap. 24, p. 370–388, 2021. DOI: <https://doi.org/10.37885/210303531>

SOUZA, Joiciana Cardoso Arruda de. **Extração e caracterização reológica e tecnológica do amido da amêndoa da semente da manga (*Mangifera indica* L.) variedade Tommy**

Atkins. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciências de Alimentos), Universidade Federal da Bahia, Bahia, 2019.

SUÁREZ-DIÉGUEZ, Teodoro *et al.* Obtention and characterization of resistant starch from creole faba bean (*Vicia faba* L.) as a promising functional ingredient. **Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 145, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111247>

TAGLIAPIETRA, Bruna Lago *et al.* Non-conventional starch sources. **Current Opinion in Food Science**, Amsterdam, v. 39, p. 93–102, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2020.11.011>

TAKEITI, Cristina Yoshie *et al.* **Propriedades tecnológicas de amidos isolados de plátanos e bananas da coleção de germoplasma da Embrapa**. Rio de Janeiro: Embrapa Agroindústria de Alimentos, 2020. 26 p. ISSN 0101-630X.

TEIXEIRA, Bruna Saporito. Incorporação e nanoencapsulação de agentes antioxidantes em filmes de amido e ação da irradiação por feixes de elétrons. 2022. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear), **Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares**, São Paulo, 2022.

TIOZON JR., Rhowell N *et al.* Investigating the effect of ultrasonication on the molecular structure of potato starch using synchrotron-based infrared spectroscopy. **Biointerface Research in Applied Chemistry**, Bucareste, Romênia, v. 12, n. 5, p. 6686–6698, 2022. DOI: <https://doi.org/10.33263/BRIAC125.66866698>

TIZZOTTI, Morgan J *et al.* New ¹H NMR procedure for the characterization of native and modified food-grade starches. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 59, n. 13, p. 6913–6919, 2011. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf201209z>

TRAFFANO-SCHIFFO, María Victoria *et al.* Bioactive profiling of cowpea pods via optimized extraction and experimental–computational approaches. **Agronomy**, Basel, v. 15, n. 7, 2025. DOI: <https://doi.org/10.3390/agronomy15071681>

TU, Qing-Bo *et al.* Microencapsulation and antimicrobial activity of plant essential oil against *Ralstonia solanacearum*. **Waste and Biomass Valorization**, Dordrecht, v. 11, p. 5273–5282, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12649-020-00987-6>

TUNGMUNNITHUM, Duangjai *et al.* Characterization of bioactive phenolics and antioxidant capacity of edible bean extracts of 50 Fabaceae populations grown in Thailand. **Foods**, Basel, v. 10, n. 12, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods10123118>

VARGHESE, Sharon; AWANA, Monika; MONDAL, Debarati; RUBIYA, M. H.; MELETHIL, Krishnakumar; SINGH, Archana; KRISHNAN, Veda; THOMAS, Bejoy. Amylose–amylopectin ratio: comprehensive understanding of structure, physicochemical attributes, and applications of starch. In: THOMAS, Sabu *et al.* (eds.). **Handbook of Biopolymers**. Singapore: Springer, 2022. p. 1305–1334. DOI: https://doi.org/10.1007/978-981-16-6603-2_48-1.

VERWIMP, Tiny *et al.* Isolation and characterisation of rye starch. **Journal of Cereal Science**, Amsterdam, v. 39, p. 85–90, 2004. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0733-5210\(03\)00068-7](https://doi.org/10.1016/S0733-5210(03)00068-7)

VIANA, Carolina Carvalho Ramos *et al.* Microencapsulamento de bactérias probióticas: uma breve revisão. **Research, Society and Development**, Vargem Grande Paulista, v. 10, n. 13, p. e242101320814, 2021. DOI: <https://doi.org/10.33448/rsd-v10i13.20814>

VIANA, Raiane Duarte. **Caracterização da farinha do feijão guandu (*Cajanus cajan L.*) e sua aplicação tecnológica na elaboração de produto tipo hambúrguer**. Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2021.

WANG, Yingying *et al.* Effects of konjac glucomannan and freezing on thermal properties, rheology, digestibility and microstructure of starch isolated from wheat dough. **Food Science and Technology**, Cambridge, v. 177, p. 114588, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2023.114588>

WANG, Yue *et al.* Insights into the gelatinization of potato starch by in situ 1H NMR. **RSC Advances**, Cambridge, v. 12, n. 6, p. 3335–3342, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1039/D1RA08181K>

WEN, Le *et al.* Combination of emerging technologies for the extraction of bioactive compounds. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, New York, p. 1–16, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1080/10408398.2019.1602823>

WOICIECHOWSKI, Adenice Lorenci *et al.* Lignocellulosic biomass: acid and alkaline pretreatments and their effects on biomass recalcitrance: conventional processing and recent advances. **Bioresource Technology**, London, v. 304, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.122848>

WU, Xiuli *et al.* Preparation of adzuki bean starch-lipid complexes and their anti-digestion mechanism. **Journal of Food Measurement and Characterization**, New York, v. 16, p. 945–956, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11694-021-01222-z>

WUTTISELA, Karntarat *et al.* Amylose/amylopectin simple determination in acid hydrolyzed tapioca starch. **Journal of the Chilean Chemical Society**, Santiago, Chile, v. 53, n. 3, 2008.

XIE, Xiaodong *et al.* High resveratrol-loaded microcapsules with trehalose and OSA starch as the wall materials: fabrication, characterization, and evaluation. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 242, n. 2, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124825>

YOPLAC, Ives *et al.* Characterization and antimicrobial activity of microencapsulated citral with dextrin by spray drying. **Heliyon**, London, v. 7, n. 4, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06737>

YUE, Hao *et al.* Development and optimization of spray-dried functional oil microcapsules: oxidation stability and release kinetics. **Food Science & Nutrition**, Hoboken, v. 8, n. 9, p. 4730–4738, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1002/fsn3.1684>

YUSOFF, Ida Madiha *et al.* A review of ultrasound-assisted extraction for plant bioactive compounds: phenolics, flavonoids, thymols, saponins and proteins. **Food Research International**, Oxford, v. 157, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111268>

ZARSKI, Arkadiusz *et al.* Esterification of potato starch by a biocatalysed reaction in an ionic liquid. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 137, p. 657–663, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.11.029>

ZHANG, Xiaojun *et al.* Multi-scale comparison of physicochemical properties, refined structures, and gel characteristics of a novel native wild pea starch with commercial pea and mung bean starch. **Foods**, Basel, v. 12, n. 13, p. 2513, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods12132513>

ZHANG, Xiuyun *et al.* Fabrication and characterization of whey protein–citrate mung bean starch–capsaicin microcapsules by spray drying with improved stability and solubility. **Foods**, Basel, v. 11, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/foods11071049>

ZHANG, Zhitian *et al.* Sonication enhanced cornstarch separation. **Starch/Stärke**, Berlin, Germany, v. 57, n. 6, p. 240–245, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1002/star.200400285>

ZHANG, Zuosheng *et al.* Compositional, morphological, and physicochemical properties of starches from red adzuki bean, chickpea, faba bean, and baiyue bean grown in China. **Food Science & Nutrition**, Hoboken, v. 7, p. 2485–2494, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1002/fsn3.865>

ZHAO, Dan *et al.* Study on the application of quercetin and β -carotene embedded by broken rice porous starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 322, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.146604>

ZHOU, Zhiyuan *et al.* Fabrication of dual responsive microcapsules based on starch with enhanced foliar adhesion and photostability for improving control efficacy and reducing environmental risks. **Chemical Engineering Journal**, Amsterdam, v. 494, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.153290>

ZHU, Fan. Underutilized and unconventional starches: why should we care? **Trends in Food Science & Technology**, Oxford, v. 100, p. 363–373, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.04.018>

ZHU, Xiaolan *et al.* A comparative study of structure, thermal degradation, and combustion behavior of starch from different plant sources. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, London, v. 132, p. 927–935, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10973-018-7030-4>

ZUO, Zhaohang *et al.* Beneficial effect of kidney bean resistant starch on hyperlipidemia-induced acute pancreatitis and related intestinal barrier damage in rats. **Molecules**, Basel, v. 27, n. 9, p. 2783, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules27092783>