

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ZOOTECNIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

MARIANA ALEJANDRA ECHALAR BARRIENTOS

Obtenção, caracterização, encapsulação e aplicação do extrato de vitex

(*Vitex agnus castus* L.)

Pirassununga

2017

RESUMO

ECHALAR-BARRIENTOS, M. A. **Obtenção, caracterização, encapsulação e aplicação do extrato de vitex (*Vitex agnus castus* L.)** 2017. 127 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2017.

O fruto de vitex (*Vitex agnus castus* L.) é muito aromático, picante e amargo pelo alto teor de compostos fenólicos. É utilizado como pimenta na gastronomia e seu extrato como medicamento fitoterápico para combater os sintomas da tensão pré-menstrual (TPM), síndrome que acomete cerca de 80% das mulheres na idade reprodutiva. Assim, para a aplicação do extrato, com vistas à obtenção de um chocolate funcional para o público feminino, foi proposta sua encapsulação por *spray drying* visando mascarar ou atenuar o seu sabor desagradável e proteger os compostos fenólicos da oxidação. Portanto, o objetivo deste projeto foi à obtenção em condições otimizadas, caracterização, encapsulação por *spray drying* e aplicação em chocolate meio amargo do extrato concentrado dos frutos secos e maduros de vitex. O extrato foi obtido por maceração com solução 60 % etanol, a 60 °C e 12 h. Após a concentração do extrato, este foi encapsulado por *spray dryer* com 4 concentrações de carreador goma arábica e 2 temperaturas de ar de entrada diferentes. Os pós foram caracterizados fisicamente e em relação ao teor dos compostos bioativos. O tratamento com melhores propriedades (T6) foi aplicado em chocolate meio amargo e foi realizada a caracterização do produto. (I) Foi possível obter um extrato rico em compostos fenólicos, com alta atividade antioxidante. (II) A encapsulação foi possível, protegeu os compostos fenólicos da degradação, porém não foi eficiente para mascarar o sabor do extrato. Contudo, (III) a aplicação desse extrato, na forma livre e encapsulada, em chocolate meio amargo foi bem sucedida, pois os produtos obtidos tiveram uma boa aceitação sensorial e a casticina, um dos compostos bioativos responsáveis pela ação terapêutica do extrato, (IV) manteve-se estável durante o período de estocagem. Neste contexto, este trabalho representou uma (V) inovação na área de alimentos funcionais com apelo à manutenção da qualidade de vida de mulheres em período reprodutivo. Ainda, destaca-se a relevância deste trabalho devido à escassez de trabalhos acadêmicos que abordam a encapsulação e aplicação deste extrato em alimentos.

Palavras-chave: *spray drying*, compostos fenólicos, casticina, tensão pré-menstrual, chocolate funcional.

ABSTRACT

ECHALAR-BARRIENTOS, M. A. **Obtention, characterization, encapsulation and application of chasteberry extract (*Vitex agnus castus* L.)** 2017. 127 f. M.Sc. Dissertation – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2017.

Chasteberry (*Vitex agnus castus* L.) is very aromatic, spicy and bitter by the content of phenolic compounds. It is used as pepper in gastronomy and its extract as an herbal medicine to combat the symptoms of premenstrual syndrome (PMS), syndrome that affects 80% of women in reproductive age. Thus, for an application of the extract, with goal to obtain a functional chocolate for the female public, its encapsulation was proposed by spray-drying in order to mask or attenuate its unpleasant taste and to protect the phenolic compounds from oxidation. Therefore, the aim of this project was to obtain an extract of chasteberry in optimized conditions, its characterization, encapsulation by spray drying and application in semisweet chocolate. The extract was obtained by maceration with a 60% ethanol solution, at 60 ° C for 12 h. After the extract concentration, it was encapsulated by spray drier with 4 different concentrations of gum arabic charcoal and 2 different inlet air temperatures. The powder was characterized physically and in relation to the content of the bioactive compounds. The treatment with better properties (T6) was applied to the semisweet chocolate and a characterization of the product was carried out. (I) It was possible to obtain an extract rich in phenolic compounds, with high antioxidant activity. (II) Encapsulation was possible, it protected the phenolic compounds from degradation, but was not efficient to mask the flavor of the extract. However, (III) the application of the extract in the free and encapsulated form in semisweet chocolate was successful, the products obtained had a good sensory acceptance and casticina, one of the bioactive compounds responsible for the therapeutic action of the extract, (IV) remained stable during the storage period. In this context, this work represents an (V) innovation in the area of functional foods with maintenance in the quality of life of women in the reproductive period. Still, a relevance of this work is highlighted due to the lack of academic papers that approach the encapsulation or application of chasteberry extract in foods.

Keywords: spray drying, phenolic compounds, casticin, premenstrual tension, functional chocolate.

1. Introdução

Vitex (Vitex agnus castus L.) é um arbusto original do mediterrâneo, com flores lilás e frutos pequenos de cor marrom a preto (MAIA; SOARES; JUNIOR, 2001). Estes frutos possuem aroma e sabor semelhantes à pimenta do reino (BARROS et al., 2010) e por essa razão, são utilizados na culinária de alguns países.

Ainda, dos frutos maduros e secos se produz um extrato que é utilizado como fitoterápico. Atualmente, o extrato dos frutos de vitex é comercializado como medicamento fitoterápico para mulheres na forma de cápsulas ou tintura (extrato alcoólico), principalmente na Europa e Estados Unidos, sendo os seus principais propósitos: amenizar os sintomas da menopausa, regular o ciclo menstrual, atenuar os sintomas da tensão pré-menstrual (TPM) e enxaqueca menstrual, sendo que existem diversos estudos comprovando cientificamente a sua eficácia no tratamento dos sintomas da TPM (VAN DIE et al., 2013).

Neste contexto, a elaboração de produtos funcionais contendo o extrato dos frutos de vitex pode ser interessante. “O alimento ou ingrediente que alega propriedade funcional pode além de fornecer nutrientes, quando se tratar de um nutriente, produzir efeitos metabólicos e/ou fisiológicos e/ou efeitos benéficos à saúde” (BRASIL, 1999). Considerando esta definição, o extrato dos frutos de vitex pode ser considerado um ingrediente funcional com apelo para atenuar os sintomas da TPM.

A despeito de suas propriedades benéficas, o desenvolvimento de alimentos funcionais que contenham o extrato dos frutos de vitex representa um enorme desafio, principalmente devido à sensação de ardência e amargor que este fruto causa, além disso, os flavonoides extraídos do fruto ficariam suscetíveis à degradação por oxidação. Para atenuar estes problemas, uma das propostas deste projeto foi a encapsulação do extrato dos frutos de vitex de forma que seus compostos bioativos fiquem protegidos da degradação por oxidação e sejam liberados após a passagem pela boca.

A microencapsulação visa proteger o material das condições adversas do meio, tais como luz, umidade, oxigênio e interações com outros compostos, estabilizando o produto, aumentando a vida útil e promovendo a liberação controlada da cápsula em condições pré-estabelecidas (SHAHIDI & HAN, 1993; GOUIN, 2004). Na indústria de alimentos, também pode ser empregada na encapsulação de ingredientes funcionais, pois é capaz de mascarar sabores indesejáveis, reduzir sua volatilidade, higroscopicidade e reatividade (GOUIN, 2004), possibilitando aplicações inusitadas para os materiais.

Existem várias técnicas de microencapsulação como *spray drying*, *spray chilling*, gelificação iônica e coacervação complexa. Dentre os métodos, preferiu-se o *spray drying*, por ser um método facilmente aplicável, de baixo custo e com uma vasta utilização na indústria de alimentos. De fato, em outro trabalho realizado pelo grupo de pesquisa, a microencapsulação por *spray drying* mostrou-se efetiva para mascarar o amargor de peptídeos de caseína (ROCHA et al., 2009), o que possibilitou a aplicação destes materiais em barras de proteína (ROCHA et al., 2009) com boa aceitação sensorial. Portanto, é um método promissor para mascarar o amargor e a sensação de ardência de vitex.

Neste contexto, este projeto visou obter dos frutos maduros e secos de vitex o extrato rico em compostos fenólicos, encapsula-lo por *spray drying* e aplicá-lo no desenvolvimento de um chocolate funcional, com potencial para combater ou atenuar os sintomas da tensão pré-menstrual, que logo terá como público alvo mulheres no período reprodutivo.

2. Conclusões

Foi possível determinar as condições ótimas para se obter um extrato rico em compostos fenólicos a partir dos frutos de vitex, com alto teor de casticina e alta atividade antioxidante. No extrato obtido confirmou-se a presença dos seguintes compostos: casticina, ácido protocatecuico, ácido p- hidroxibenzoico e agnusideo que apresentam características antioxidante, antimicrobiana e citotóxica. Destacando-se os compostos casticina e agnusideo por serem capazes de regular os sintomas da TPM.

Spray-drying é uma tecnologia interessante para a produção de extrato em pó de vitex, uma vez que este processo pode tornar o extrato mais fácil de embalar, armazenar, comercializar, manipular e usar, além de proteger seus compostos bioativos. Além disso, os pós apresentam baixa atividade de água, o que impede o crescimento de microrganismos e a ocorrência de reações bioquímicas que podem degradar o extrato.

Em geral os pós produzidos apresentaram bons resultados em relação ao rendimento de processo, retenção e estabilidade durante a estocagem dos compostos bioativos, no entanto, apresentaram baixa estabilidade no armazenamento em diferentes umidades relativas, sendo considerados pós muito higroscópicos. A microencapsulação nas condições testadas não foi suficiente para mascarar ou atenuar a sensação de ardência e o amargor. Portanto, recomendam-se futuros estudos da atomização do extrato dos

frutos de vitex com maior teor de carreador, para avaliar melhor o efeito da concentração do carreador na estabilidade durante o armazenamento em diferentes umidades relativas e no potencial em mascarar ou atenuar a sensação de ardência e o amargor.

Os chocolates meio amargos produzidos apresentaram boas características físico-químicas e muito boa aceitação sensorial. Ressalta-se que mesmo que a encapsulação por *spray dryer* nas condições estudadas não mascarou o sabor do extrato de vitex, os chocolates foram bem aceitos, pois como se tratava de um chocolate meio amargo, o amargor proveniente do extrato dos frutos de vitex combinou com o amargor do chocolate.

Portanto, foi possível produzir um extrato dos frutos de vitex concentrado, encapsulá-lo e aplica-lo como ingrediente com potencial funcional para minimizar sintomas da TPM em chocolate meio amargo. Assim, foi possível desenvolver um produto funcional para combater os sintomas da TPM bem aceito.

3. Referências Bibliográficas

AALTO, T.R.; FIRMAN, M.C.; RIGLER, N.E. p-hydroxybenzoic acid esters as preservatives. I. Uses, antibacterial and antifungal studies, properties and determination. **Journal of Pharmaceutical Science**, v. 42, n. 8, p. 449–457, 1953.

ABAD, M. J.; BEDOYA, L. M.; BERMEJO, P. An update on drug interactions with the herbal medicine Ginkgo biloba. **Current drug metabolism**, v. 11, n. 2, p. 171–181, 2010.

ADAMSON, G.E. et al. HPLC method for the quantification of procyanidins in cocoa and chocolate samples and correlation to total antioxidant capacity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.47, p. 4184-4188, 1999.

AFOAKWA, E.O. et al. Particle size distribution and compositional effects on textural properties and appearance of dark chocolates. **Journal of Food Engineering**, v. 87, n. 2, p. 181–190, 2008.

AGUILERA, J.M.; DEL VALLE, J.M.; KAREL, M. Caking phenomena in amorphous food powder. **Trends in Food Science and Technology**, v.6, n.5, p.149-155, 1995.

AGUILERA, J. M. **Solid-Liquid extraction**. In: Liadakis, G., Tzia, C. (Eds.), *Extraction optimization in food engineering*. CRC Press. 2003

AL-MUHTASEB, A.H.; McMINN, W.A.M.; MAGEE, T.R.A. Moisture sorption isotherm characteristics of food products: a review. **Trans IChemE**, v.80, Part C, p. 118-128, 2002.

ALANÓN, M. E. et al. Assessment of flavanol stereoisomers and caffeine and the obromine content in commercial chocolates. **Food Chemistry**, v. 208, p. 177-184, 2006.

ALLEN, T. **Powder Sampling and Particle Size Determination**. 1a edição, Elsevier, 2003.

ALVIM, I.D. **Produção e caracterização de micropartículas obtidas por spray drying e coacervação complexa e seu uso para alimentação de larvas de peixes.** Tese (Doutorado). Universidade estadual de Campinas, 2005.

AGÊNCIA NACIONAL DA VIGILÂNCIA SANITÁRIA - ANVISA. Portaria nº. 264, de 22 de

setembro de 2005. **Regulamento Técnico para Chocolate e Produtos de Cacau.**

Disponível em:

<http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/5e63cd804745929d9afede3fbc4c6735/RDC_264_2005.pdf?MOD=AJPERES>. Acesso em 17 de ago. 2016.

AROKIYARAJ, S. Free Radical Scavenging And In Vitro Cytotoxicity Activity of Agnuside from *Vitex agnus castus* (Verbenaceae). **Journal of Pharmacy Research**, v. 5, n. 6, p. 2548–2552, 2012.

ASLANTÜRK, O.S.; ÇELİK, T.A. Antioxidant activity and anticancer effect of *Vitex agnus-castus* L. (Verbenaceae) seed extracts on MCF-7 breast cancer cells. **International Journal of Cytology, Cytosystematics and Cytogenetics**, v. 66, n.3, p.257-267, 2013.

AZIZUDDIN; CHOUDHARY, M. I. Antibacterial, phytotoxic, insecticidal and cytotoxic potential of *Vitex agnus-castus*. **Journal of Medicine Plants Research**, v.5, n.23, p. 5642-5645, 2011.

AZIZUDDIN; MAKHMOOR, T.; CHOUDHARY, M. I. Radical scavenging potential of compounds isolated from - *Vitex agnus-castus*. **Turkish Journal of Chemistry**, v. 34, n. 1, p. 119–126, 2010.

AZMIR, J. et al. Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 426–436, 2013.

BAE, E. K.; Lee, S. J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. **Journal of Microencapsulation: Micro and Nano Carriers**, v. 25, p. 549–560, 2008.

BARBOSA, M. I. M. J.; BORSARELLI, C. D.; MERCADANTE, A. Z. Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations. **Food Research International**, v. 38, p. 989–994, 2005.

BARROS, J. D. et al. Estudo toxicológico pré-clínico agudo e determinação da cl 50 do extrato bruto seco das folhas da *Vitex Agnus Castus* Linn. **Revista Eletrônica de Farmácia**, v. 7, n. 3, p. 62–71, 2010.

BELŠČAK-CVITANOVIĆ, A. et al. Nettle (*Urtica dioica* L.) extracts as functional ingredients for production of chocolates with improved bioactive composition and sensory properties. **Journal of Food Science and Technology**, v. 52, n. 12, p. 7723–7734, 2015.

BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of antioxidant power: The FRAP assay. **Analytical Biochemistry**, v. 239, p. 70–76, 1996.

BERGER, D. et al. Efficacy of *Vitex agnus castus* L. extract Ze 440 in patients with premenstrual syndrome (PMS). **Archives of gynecology and obstetrics**, v. 264, n. 3, p. 150–153, 2000.

BERNARDI, S. et al. Italian-type salami with propolis as antioxidant. **italian Journal Food Science**, v. 25, p. 433–441, 2013.

BERNSTEIN, A.; NOREÑA, C. P. Z. Encapsulation of red cabbage (*Brassica oleracea* l. Var. capitata l. f. rubra) anthocyanins by spray drying using different encapsulating agents. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 58, n. 6, p. 944–952, 2015.

BHUSARI, S. N.; MUZAFFAR, K.; KUMAR, P. Effect of carrier agents on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. **Powder Technology**, v. 266, n. January 2016, p. 354–364, 2014.

- BLOIS, M.S. Antioxidant Determinations by the Use of a Stable Free Radical. **Nature**, v. 181, p. 1199–1200, 1958.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M.E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v.28, n.1, p.25-31, 1995.
- BRASIL, Portaria n° 398, de 30 de abril de 1999. Regulamento Técnico que Estabelece as Diretrizes Básicas para Análise e Comprovação de Propriedades Funcionais e ou de Saúde Alegadas em Rotulagem de Alimentos. Diário Oficial da República Federativa do Brasil. Brasília, 03 maio. 1999. Disponível em: <http://e-legis.bvs.br/leisref/public/showAct.php?id=11297&mode=PRINT_VERSION>. Acesso em: 19 maio 2015.
- BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemists' Society**, v.60, p.309-319, 1938.
- BUDEIRI, D. J.; PO, A. L. W.; DORNAN, J. C. Is Evening Primrose Oil of Value in the Treatment of Premenstrual Syndrome? **Elsevier**, v. 2456, p. 60–68, 1996.
- CACACE, J. E.; MAZZA, G. Mass transfer process during extraction of phenolic compounds from milled berries. **Journal of Food Engineering**, v. 59, p. 379–389, 2003.
- CAI, Y.Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus* betacyanin pigments. **Journal of Food Science**, v.65, n.6, p.1248-1252, 2000.
- CAN KARACA, A.; GUZEL, O.; AK, M. M. Effects of processing conditions and formulation on spray drying of sour cherry juice concentrate. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 96, n. 2, p. 449–455, 2016.
- CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v.5, n.4, p.420-428, 2005.
- CHEN, S. N. et al. Phytoconstituents from *Vitex agnus-castus* fruits. **Fitoterapia**, v. 82, n. 4, p. 528–533, 2011.
- CHEN, Y. T.; KAO, W. T.; LIN, K. W. Effects of pH on the total phenolic compound, antioxidative ability and the stability of dioscorin of various yam cultivars. **Food Chemistry**, v. 107, n. 1, p. 250–257, 2008.
- COSSUTA, D. et al. Supercritical fluid extraction of *Vitex agnus castus* fruit. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 47, p. 188–194, 2008.
- CUJIC, N. et al. Optimization of polyphenols extraction from dried chokeberry using maceration as traditional technique. **Food chemistry**, v. 194, p.135-142, 2016.
- CUVELIER, M.E.; RICHARD, H.; BERSET, C. Comparison of the Antioxidative Activity of Some Acid-phenols: Structure-Activity Relationship. **Bioscience, Biotechnology and Biochemistry**, v. 56, n. 2, p. 324–325, 1992.
- DESAI, K.G.H.; PARK, H.J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying Technology**, v.23, n.7, p.1361-1394, 2005.
- DESOBRY, S. A.; NETTO, F. M.; LABUZA, T. P. Comparison of spray-drying, drum-drying and freeze-drying for β -carotene encapsulation and preservation. **Journal of Food Science**, v. 62, p. 1158–1162, 1997.
- DIMICK, P.S.; HOSKIN, J. M. Chemico-physical Aspects of Chocolate Processing – A Review. **Canadian Institute of Food Science and Technology Journal**, v. 14, n. 4, p. 269–282, 1981.
- DONG, Z. et al. Morphology and release profile of microcapsules encapsulating peppermint oil by complex coacervation. **Journal of Food Engineering**, v. 104, n.3, p. 455–460, 2011.

- DVORACKOVA, E. et al. Effects of extraction methods on the phenolic compounds contents and antioxidant capacities of cinnamon extracts. **Food Science and Biotechnology**, v.24, n.4, p. 1201-1207, 2015.
- EFRAIM, P.; ALVES, A.B.; JARDIM, D.C.P. Revisão: Polifenóis em cacau e derivados: teores, fatores de variação e efeitos na saúde. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 14, n. 03, p. 181–201, 2011.
- ERSUS, S.; YURDAGEL, U. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. **Journal of Food Engineering**, v. 80, p. 805–812, 2007.
- ESPINOSA-ANDREWS, H. et al. Determination of the gum Arabic-chitosan interactions by Fourier Transform Infrared Spectroscopy and characterization of the microstructure and rheological features of their coacervates. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, n. 3, p. 541–546, 2010.
- EUROPEAN MEDICINES AGENCY - EMA. Community herbal monograph on *Vitex agnus castus* L . fructus. 2010
- FANG, Z.; BHANDARI, B. Encapsulation of polyphenols - A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 21, n. 10, p. 510–523, 2010.
- FÁVARO-TRINDADE, C.S.; PINHO, S.C.; ROCHA, G.A. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technology**. v.11, n.2, p.103-112, 2008.
- FAZAELI, M. et al. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, n. 4, p. 667–675, 2012.
- FERNANDES, R. V. B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties | Influência das condições operacionais da secagem por atomização nas propriedades de óleo de alecrim microencapsulado. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 33, n. 1, p. 171–178, 2013.
- FERRARI, C.C. et al. Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 6, p. 1237–1245, 2012.
- FERREIRA, V.L.P.; ALMEIDA, T.C.A.; PETTINELLI, M.L.C.V. **Análise Sensorial – Testes Discriminativos e Afetivos**. Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 1ªedição, 127 p., 2000.
- FOUST, A.S. et al. **Princípios das operações unitárias**. Editora Guanabara Dois, 1982.
- FRIEDMAN, M.; JÜRGENS, H.L. Effect of pH on the Stability of Plant Phenolic Compounds. **Journal of Agriculture & Food Chemistry**, v.48, n.6, p. 2101–2110, 2000.
- FUGH-BERMAN, A.; KRONENBERG, F. Complementary and alternative medicine (CAM) in reproductive-age women: a review of randomized controlled trials. **Reproductive toxicology**, v. 17, n.2, p. 137–52, 2003.
- FUKAHORI, M. et al. Quality Evaluation of Medicinal Products and Health Foods Containing Chaste Berry (*Vitex agnus-castus*) in Japanese. **European and American Markets**, v. 62, n. April, p. 379–385, 2014.
- GHANNADI, A. et al. Antibacterial activity and composition of essential oils from *Pelargonium graveolens* L'Her and *Vitex agnus-castus* L. **Iranian Journal of Microbiology**, v. 4, n. 4, p. 171–176, 2012.
- GONG, Z. et al. Spray drying and agglomeration of instant bayberry powder. **Drying Technology**, v.26, n.1, p.116-121, 2008.

- GOULA, A.M. et al. Water sorption isotherms and glass transition temperature on spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n.1, p. 73-83, 2008.
- GOUIN, S. Microencapsulation: Industrial appraisal of existing technologies and trends. Trends in **Food Science and Technology**, v. 15, n. 7-8, p. 330–347, 2004.
- HANELT, P. **Mansfeld's Encyclopedia of Agricultural and Horticultural Crops** (Except Ornamentals), Springer, Berlin, 2001.
- HERAS-RAMÍREZ, M. et al. Effect of blanching and drying temperature on polyphenolic compound stability and antioxidant capacity of apple pomace. **Food and Bioprocess Technology**, p. 1–10, 2011.
- HOBERG, E.; MEIER, B.; STICHER, O. Quantitative High Performance Liquid Chromatographic Analysis of Casticin in the Fruits of *Vitex agnus-castus*. **Pharmaceutical Biology**, v. 39, p. 57-61, 2001.
- HOBERG, E.; MEIER, B.; STICHER, O. Quantitative high performance liquid chromatographic analysis of diterpenoids in agni-casti fructus. **Planta Medica**, v. 66, n. 4, p. 352–355, 2000.
- HU, Y. et al. Evaluation of the estrogenic activity of the constituents in the fruits of *vitex rotundifolia* L. for the potential treatment of premenstrual syndrome. **Journal of pharmacy and pharmacology**, v. 59, n.9, p. 1307-1312, 2007a.
- HU, Y. et al. Anti-nociceptive and anti-hyperprolactinemia activities of Fructus Viticis and its effective fractions and chemical constituents. *Phytomedicine*, v. 14, n. 10, p. 668–674, 2007b.
- HUANG, M. et al. Identification and quantification of phenolic compounds in *Vitex negundo* L. var. *cannabifolia* (Siebold et Zucc.) Hand.-Mazz. using liquid chromatography combined with quadrupole time-of-flight and triple quadrupole mass spectrometers. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v.108, p. 11–20, 2015.
- JANG, S. H.; KIM, D.I.L; CHOI, M.-S. Effects and treatment methods of acupuncture and herbal medicine for premenstrual syndrome/premenstrual dysphoric disorder: systematic review. **BMC complementary and alternative medicine**, v. 14, n. 1, p. 11, 2014.
- KUSKOSKI, E. M. et al. Aplicación de diversos métodos químicos para determinar actividad antioxidante en pulpa de frutos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 4, p. 726–732, 2005.
- LABUZA, T.P.; SCHMIDL, M.K. Accelerated shelf-life testing of foods. **Food Technology**, v.39, n.9, p.57-62, 1985.
- LAOKULDILOKA, N. et al. Optimisation of microencapsulation of turmeric extract for masking flavor. **Food Chemistry**, v. 194, p. 695–704, 2016.
- LATIF, R. Health benefits of cocoa. **Current opinion in clinical nutrition & metabolic care**, v. 16, p. 669-674, 2013.
- LATOUI, M. et al. Extraction of phenolic compounds from *Vitex agnus-castus* L. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, n. 4, p. 748–754, 2012.
- LAURITZEN, CH. Et al. Treatment of premenstrual tension syndrome with *Vitex agnus castus* Controlled, double-blind study versus pyridoxine. **Phytomedicine**, v. 4, p. 183-189, 1997.
- LOHMAN, M.; HARTEL, R. Effect of milk fat fractions on fat bloom in dark chocolate. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 71, p. 267-276, 1994.
- MADENE, A. et al. Review Flavour encapsulation and controlled release – a review. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 41, p. 1–21, 2006.

- MAIA, A.C.C.M.; SOARES, F.C.C.; JUNIOR, M.H.B. *Vitex agnus castus* L : Um Estudo Etnobotânico e Etnofarmacológico. **Revista Virtual de Iniciação Acadêmica da UFPA**, v. 1, n. 2, p. 1–15, 2001.
- MALTAŞ, E. et al. Evaluation of antioxidant and antimicrobial activity of *vitex agnus castus* L. **Fresenius Environmental Bulletin**, v. 19, n. 12 B, p. 3094–3099, 2010.
- MARI, A. et al. Liquid chromatography tandem mass spectrometry determination of chemical markers and principal component analysis of *Vitex agnus-castus* L. fruits (*Verbenaceae*) and derived food supplements. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 70, p. 224–230, 2012.
- MATHON, C. et al. Multi-targeted screening of botanicals in food supplements by liquid chromatography with tandem mass spectrometry. **Food Chemistry**, v. 138, n. 1, p. 709–717, 2013.
- MEIER, B. et al. Pharmacological activities of *Vitex agnus-castus* extracts in vitro. **Phytomedicine : international journal of phytotherapy and phytopharmacology**, v. 7, n. 5, p. 373–381, 2000.
- MEILGAARD, M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B. T. **Sensory Evaluation Techniques**, 3rd edition, CRC Press, Inc., Boca Raton, FL, p. 387, 1999.
- MICHENER, W. et al. The role of low progesterone and tension as triggers of perimenstrual chocolate and sweets craving: Some negative experimental evidence. **Physiology and Behavior**, v. 67, n. 3, p. 417–420, 1999.
- MILLER, K. B. et al. Antioxidant activity and polyphenol and procyanidin contents of selected commercially available cocoa-containing and chocolate products in the United States. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 11, p. 4062–4068, 2006.
- MINTEL INTERNATIONAL GROUP. Seminário, Global new product trends and their impact on Latin America. São Paulo, mar. 2007
- MINTEL PUBLICATIONS, www.gnpd.com. Conferência de Alimentos e Bebidas funcionais. IQPC. São Paulo, fev. 2007.
- MORAES, A.; IKEDA, A. A.; MESQUITA, G. Considerações Sobre Tendências E Oportunidades Dos Alimentos Funcionais Reflections on Trends and Opportunities of Functional Foods. P&D - **Engenharia de Produção**, v. 08, n. 02, p. 1–17, 2010.
- MORTOLA, J. F. Premenstrual syndrome. **Journal of the Royal Society of Medicine**, v. 87, n. 3, p. 184, 1994.
- NASCIMENTO, L.P.; RAFFIN, R. P.; GUTERRES, S.S. Aspectos atuais sobre a segurança no uso de produtos antiperspirantes contendo derivados de alumínio. **Infarma**, v.16, n. 7-8, p. 66-72, 2004.
- NORI, M. P. et al. Microencapsulation of propolis extract by complex coacervation. **Food Science and Technology**, v. 44, n. 2, p. 429–435, 2011.
- NOVAPRAM. **Alimentos naturais e funcionais conquistam consumidor e indústria**. 22 out. 2015. Disponível em: < <http://www.novaprom.com.br/alimentos-naturais-e-funcionais-conquistam-consumidor-e-industria-no-brasil/>>. Acesso em: 25 fev. 2017.
- OLIVEIRA, M. I. S. et al. Estabilidade da polpa de morango atomizada utilizando diferentes agentes carreadores. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 16, n. 4, p. 310–318, 2013.
- ONEDA, F.; RÉ, M.I. The effect of formulation variables on the dissolution and physical properties of spray-dried microspheres containing organic salts. **Powder Technology**, v. 130, p. 377– 384, 2003.
- PRILEPSKAYA, V. N. et al. *Vitex agnus castus*: Successful treatment of moderate to severe premenstrual syndrome. **Maturitas**, v. 55, n.1, p. 55–63, 2006.

- QUEK, S. Y.; CHOK, N. K.; SWEDLUND, P. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. **Chemical Engineering and Processing**, v. 46, p. 386–392, 2007.
- ROCHA, G. A. et al. Microcapsules of a Casein Hydrolysate: Production, Characterization, and Application in Protein Bars. **Food Science and Technology International**, v. 15, n. 4, p. 407–413, 2009.
- ROCHA-SELMÍ, G. A. et al. Microencapsulation of aspartame by double emulsion followed by complex coacervation to provide protection and prolong sweetness. **Food Chemistry**, v.139, p. 72–78, 2013.
- SAHIB, H.B.; ALZUBAIDY, A.A.; JASMIN, G. Anti- Angiogenic Activity of *Vitex agnus castus* Methanol Extract in vivo Study. **Iranian Journal of Pharmaceutical Science**, v. 12, n. 1, p. 59-68, 2016.
- SALLES, L.G. **Os alimentos funcionais no brasil: uma análise dos produtos registrados com alegações de propriedade funcional e/ou de saúde entre 1999 e 2013**. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal de Santa Catarina. 2013.
- SARIKURKCU, C. et al. Studies on the antioxidant activity of essential oil and different solvent extracts of *Vitex agnus castus* L. fruits from Turkey. **Food and Chemical Toxicology**, v. 47, n. 10, p. 2479–2483, 2009.
- SHELLENBERG, R. et al. Dose-dependent efficacy of the *Vitex agnus castus* extract Ze 440 in patients suffering from premenstrual syndrome. **Phytomedicine**, v. 19, n. 14, p. 1325–1331, 2012.
- SHELLENBERG, R. Treatment for the premenstrual syndrome with *agnus castus* fruit extract: prospective, randomised, placebo controlled study. **BMJ (Clinical research ed.)**, v. 322, n. 7279, p. 134–137, 2001.
- SCHOLEY, A.; OWEN, L. Effects of chocolate on cognitive function and mood: a systematic review. **Nutrition Reviews**, v. 71, p. 665-681, 2013.
- SCHROETER, H.; HEISS, C.; BALZER, J. (-)-Epicatechin mediates beneficial effects of flavanol-rich cocoa on vascular function in humans. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 103, p. 1024-1029, 2006.
- SHAHIDI, F.; HAN, X.Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.33, n.6, p.501-547, 1993.
- SHAKIR, A. A.; AWAD, Z. J. Phytochemical Study of Flavonoid “Casticin” Present in the Fruits of *Vitex agnus-castus* L. Cultivated in Iraq. **Iraqi Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 22, n. 1, p. 104–109, 2013.
- SILVA, M. P. et al. Semisweet chocolate as a vehicle for the probiotics *Lactobacillus acidophilus* LA3 and *Bifidobacterium animalis* subsp. lactis BLC1: Evaluation of chocolate stability and probiotic survival under invitro simulated gastrointestinal conditions. **LWT - Food Science and Technology**, v. 75, p. 640–647, 2017.
- Silva, M. C. et al. Use of the jaboticaba (*Myrciaria cauliflora*) depulping residue to produce a natural pigment powder with functional properties. **LWT – Food Science and Technology**, 55, 203–209, 2014.
- SILVA, N. K. et al. Influence of shell material on vitamin C content, total phenolic compounds, sorption isotherms and particle size of spray-dried *camu-camu* juice. **Fruits**, v. 68, n. 3, p. 175–183, 2013.
- SIM, S. Y. J. et al. Plant polyphenols to enhance the nutritional and sensory properties of chocolates. **Food Chemistry**, v. 200, p. 46–54, 2016.

- SINGLETON, V.L.; ORTHOFER, R.; LAMUELA-RAVENTOS, R. M. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-ciocalteu reagent. **Methods of Enzymology**, v. 299, p. 152-178, 1999.
- SONI, M. G.; CARABIN, I. G.; BURDOCK, G. A. Safety assessment of esters of p-hydroxybenzoic acid (parabens). **Food and Chemical Toxicology**, v. 43, n. 7, p. 985-1015, 2005.
- SOUZA, V.B. et al. Functional properties and stability of spray-dried pigments from Bordo grape (*Vitis labrusca*) winemaking pomace. **Food Chemistry**, v.164, p. 380-386, 2014.
- STOJKOVIC, D. et al. Chemical composition and antimicrobial activity of *Vitex agnus-castus* L. fruits and leaves essential oils. **Food Chemistry**, v. 128, n. 4, p. 1017-1022, 2011.
- TAN, L. H.; CHAN, L. W.; HENG, P. W. S. Alginate/starch composites as wall material to achieve microencapsulation with high oil loading. **Journal of Microencapsulation: Micro and Nano Carriers**, v. 26, p. 263-271, 2009.
- TAN, S. P. et al. Effects of the spray-drying temperatures on the physicochemical properties of an encapsulated bitter melon aqueous extract powder. **Powder Technology**, v. 281, p. 65-75, 2015.
- TANAKA, D. L. **Influência da desidratação por spray drying sobre o teor ácido ascórbico no suco de acerola (*Malpighia* spp.)**. 2007. 73f. Tese (Mestrado em Alimentos e Nutrição). Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Universidade Estadual de São Paulo, Araraquara, 2007.
- TIR, R., DUTTA, P.C., BADJAH-HADJ-AHMED, A.Y. Effect of the extraction solvent polarity on the sesame seeds oil composition. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 114, p. 1427-1438, 2012.
- TONON, R. V. **Secagem por atomização do suco de açaí: Influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto**. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2009.
- TONON, R. V. et al. Physicochemical and morphological characterisation of açaí (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced with different carrier agents. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 44, n. 10, p. 1950-1958, 2009.
- TSENG, T.H. et al. *Hibiscus* protocatechuic acid protects against oxidative damage induced by tert-butylhydroperoxide in rat primary hepatocytes. **Chemico-Biological Interactions**, v. 101, n. 2, p. 137-148, 1996.
- UTEUSH, Y. U. A.; BOBROVA, A. D.; ROMANENKO, L. R. Fruit and vegetable preservation compsn. - contg. specified domestic herbs as low cost substitutes for imported spices. **Patent SU614785-A**, 1978.
- VAN DIE, M. D. et al. *Vitex agnus-castus* extracts for female reproductive disorders: a systematic review of clinical trials. **Planta Medica**, v. 79, p. 562-575, 2013.
- VIEIRA, A.H.; FIGUEIRÊDO, R.M.F.; QUEIROZ, A.J.M. Isotermas de adsorção de umidade da pitanga em pó. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v.7, n.1, p. 11-20, 2007.
- WEATHERS, P.J.; TOWLER, M.J. The flavonoids casticin and artemetin are poorly extracted and are unstable in an *Artemisia annua* tea infusion. **Planta Med**, v.78, n.10, p. 1024-1026, 2013.
- WEBSTER, D. E. et al. Activation of the δ -opiate receptor by *Vitex agnus-castus* methanol extracts: Implication for its use in PMS. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 106, n. 2, p. 216-221, 2006.

WOHLFARTH, C. In: HAYNES, W.M. **Handbook of Chemistry and Physics**. CRC Press, Boca Raton, FL, 2014. p. 187–191

WUTTKE, W. et al. Chaste tree (*Vitex agnus-castus*)--pharmacology and clinical indications. **Phytomedicine** : international journal of phytotherapy and phytopharmacology, v. 10, n. 4, p. 348–357, 2003.

XIAO, Z.; LI, W.; ZHU, G. Effect of wall materials and core oil on the formation and properties of styralyl acetate microcapsules prepared by complex coacervation. **Colloid Polymer Science**, v. 293, p.1339–1348, 2015.

ZELLNER, D. A. et al. Chocolate craving and the menstrual cycle. **Appetite**, v. 42, n. 1, p. 119–121, 2004.