



**JONATHAN NEVES DE CARVALHO ALVES**

**MICROPARTÍCULAS DE BETALAÍNAS EXTRAÍDAS DA CASCA  
DE FRUTOS DE PITAIA (*Hylocereus polyrhizus*) APLICADAS EM  
EXTRATO HIDROSSOLÚVEL DE SOJA**

**LAVRAS – MG  
2021**

**JONATHAN NEVES DE CARVALHO ALVES**

**MICROPARTÍCULAS DE BETALAÍNAS EXTRAÍDAS DA CASCA  
DE FRUTOS DE PITAIA (*Hylocereus polyrhizus*) APLICADAS EM  
EXTRATO HIDROSSOLÚVEL DE SOJA**

Dissertação apresentada à  
Universidade Federal de Lavras,  
como parte dos requisitos do  
Programa de Pós-graduação em  
Ciência dos Alimentos, para a  
obtenção do título de Mestre.

Dr. Jaime Vilela de Resende  
Orientador

**LAVRAS – MG  
2021**

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

Alves, Jonathan Neves de Carvalho.

Micropartículas de betalaínas extraídas da casca de frutos de  
pitaia (*Hylocereus polyrhizus*) aplicadas em extrato hidrossolúvel  
de soja. / Jonathan Neves de Carvalho Alves. - 2021.

74 p.

Orientador(a): Jaime Vilela de Resende.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de  
Lavras, 2021.

Bibliografia.

1. betalaínas. 2. corante natural. 3. carmim de cochonilha. I.  
Resende, Jaime Vilela de. II. Título.

**JONATHAN NEVES DE CARVALHO ALVES**

**MICROPARTÍCULAS DE BETALAÍNAS EXTRAÍDAS DA CASCA  
DE FRUTOS DE PITAIA (*Hylocereus polyrhizus*) APLICADAS EM  
EXTRATO HIDROSSOLÚVEL DE SOJA**

**BETALAIN MICROPARTICLES EXTRACTED FROM PITAIA FRUIT PEEL  
(*Hylocereus polyrhizus*) APPLIED IN HYDROSOLUBLE SOYBEAN  
EXTRACT**

Dissertação apresentada à  
Universidade Federal de Lavras,  
como parte dos requisitos do  
Programa de Pós-graduação em  
Ciência dos Alimentos, para a  
obtenção do título de Mestre.

APROVADO em 20 de dezembro de 2021.  
Dra. Amanda Maria Teixeira Lago - UFLA  
Dr. Victor Maximiliano Reis Tebaldi - UGB

Dr. Jaime Vilela de Resende  
Orientador

**LAVRAS – MG  
2021**

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente dedico a Deus, por ter enviado seu único Filho para nos salvar imerecidamente. Além disso, me deu ânimo e coragem para seguir lutando pelo progresso humano.

À Universidade Federal de Lavras (UFLA), Departamento de Ciência dos Alimentos (DCA), pela estrutura e oportunidade da realização do mestrado.

Ao meu orientador, Dr. Jaime Vilela de Resende, por ter me ajudado, cedendo parte de seu tempo e conhecimento, além de sua compreensão durante todo o trabalho.

Aos colegas do DCA e do Laboratório de Refrigeração dos Alimentos, principalmente aos colegas Sérgio Henrique, Isabelle, Ana Claudia, Natália, Ana Cristina, Larissa, Camilla, Douglas, Adrise e Amanda.

À minha família, em especial à minha mãe, Roseli, meu irmão, Josivane, minha irmã, Thalita, meu padrasto, Luíz, minha avó Almerinda, primos e tios! Absolutamente todos me ajudaram – de certa forma - durante toda a jornada acadêmica.

À minha amada Raquel, que me ajudou em absolutamente tudo! Faltam-me palavras para expressar tal apoio.

À Central de Análises e Prospecção Química da Universidade Federal de Lavras, e à Finep, Fapemig, CNPq e Capes, pelo fornecimento dos equipamentos e suporte técnico para os experimentos que envolvendo análises de infravermelho.

O presente trabalho foi realizado com apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq). Por isso, ficam nossos agradecimentos.

Aos colegas, professores e técnicos dos laboratórios que cederam espaço ou material para a realização de análises; A todos que contribuíram de algum modo para a realização deste trabalho;

À banca examinadora, que se dispôs a participar avaliando e contribuindo para a melhoria do trabalho.

*“Portanto, quer comais quer bebais, ou façais outra qualquer coisa, fazei tudo para glória de Deus. 1 Coríntios 10:31”. Josué 1:9*

*(Bíblia Sagrada)*

## RESUMO GERAL

A cor é um parâmetro importante na aceitação, por parte dos consumidores dos produtos alimentícios. Há uma demanda por corantes naturais de origem vegetal, visto os impactos que os artificiais podem causar na natureza e na saúde humana e até mesmo por questões religiosas ou ideológicas, impedindo que grupos ou tribos específicas ingiram corante natural de origem animal. Diante disso, as betalaínas extraídas da casca de pitaia se tornam uma opção interessante para a produção de corantes. Pelo fato dessa substância ser muito instável, a associação com materiais protetores tende a ser algo interessante. O objetivo desse trabalho foi produzir, caracterizar e aplicar micropartículas de betalaínas. As cascas de pitaia foram obtidas de frutos que seriam descartados a princípio. Após a higienização, foi realizada a extração hidroalcolica para a obtenção de um extrato rico em betalaínas. Diferentes formulações (EPL, M10, M30, M+G e M+P) contendo o extrato rico em betalaínas, que foram produzidas previamente caracterizadas com diferentes agentes carreadores e submetidas a medições reológicas. Após a secagem por liofilização, foram obtidas as micropartículas de betalaínas que foram caracterizadas quanto à umidade, atividade de água, solubilidade, grau de caking, molhabilidade, densidade aparente, rendimento, retenção, teor de betalaínas e cor. Além disso, foram realizados testes de FTIR, TGA e análise morfológica. As micropartículas foram aplicadas em bebida de soja, com o intuito de lhe conferir cor. As micropartículas apresentaram melhores características morfológicas e de reconstituição, embora a formulação controle tenha apresentado os maiores teores de betalaínas. A formulação contendo 30% (m/m) de maltodextrina apresentou melhores resultados, levando em consideração as características de reconstituição, análises térmicas, e a estrutura morfológica. Foi submetida ao teste de estabilidade. Quanto à estabilidade, foi verificado que a refrigeração e, principalmente, o congelamento, foram eficazes para reduzir a perda de betalaínas da bebida.

**Palavras-chave:** Betalaínas. Liofilização. Carmim de Cochonilha. Corante Natural. Extrato de Soja.

## GENERAL ABSTRACT

Color is an important parameter in food products acceptance by consumers. There is a demand for vegetable-originated natural dyes due to the impacts which artificial dyes may have on both nature and human health and even for religious or ideological reasons preventing specific groups or tribes from consuming animal-originated natural dyes. Therefore, betalains extracted from pitaya bark become an effective choice for dyes production. Because such a substance is unstable its association with protective materials tends to be an interesting alternative. This work was carried out with the objective of producing, characterizing and applying betalain microparticles. The pitaya peels were obtained from fruits that would be discarded at first. After cleaning, hydroalcoholic extraction was performed to obtain a betalain-rich extract. Different formulations (EPL, M10, M30, M+G and M+P) containing the betalain-rich extract which had been previously characterized with different drying (maltodextrin, soy protein and xanthan gum) were produced. The apparent viscosity of the solution was performed. After drying by freeze-drying, betalain microparticles were obtained which were characterized for their moisture, water activity, solubility, degree of caking, wettability, bulk density, yield, retention, betalain content, and color. In addition, FTIR, TGA, and morphological analysis tests were performed. After that the microparticles were applied to a soy drink to give it color. It was found that the microparticles obtained from drying materials had better reconstitution and morphological characteristics although the control formulation (EPL) has shown a higher betalain content.

The formulation containing 30% maltodextrin showed better results, with regard to reconstitution characteristics, thermal analysis, and morphological structure, therefore, it was submitted to the stability test. Refrigeration and especially freezing were effective in reducing the loss of betalains from the drink. We concluded that the use of betalain dye produced from pitaya peel, containing 30% of maltodextrin as a drying aid is a good option as a dye in soy beverages. As to stability, storage under refrigeration or freezing was found to be a strategy of interest to preserve such pigments.

**Keywords:** Betalains. Freeze-drying. Cochineal Carmine. Natural Dye. Soy Extract.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 -	Exemplar de frutos de pitaiá.....	18
Figura 2 -	Estrutura química geral da betalaína.....	20
Figura 3 -	Tipos de subprodutos agroindustriais.....	22
Figura 4 -	Estrutura básica de um liofilizador.....	30
Figura 5 -	Acondicionamento das cascas de pitaiás.....	34
Figura 6 -	Produtos obtidos após a liofilização.....	38
Figura 7 -	Extrato da casca de pitaiá.....	46
Figura 8 -	Viscosidade aparente das soluções antes de serem liofilizadas.....	47
Figura 9 -	Formulações contendo extrato com agentes carreadores.....	49
Figura 10-	Espectros de FTIR das formulações.....	55
Figura 11-	Micrografias das formulações contendo extratos ricos em betalaínas.....	57
Figura 12-	Curvas termogravimétricas.....	59
Figura 13-	Exemplares de bebidas de soja com o corante de pitaiá.....	60
Figura 14-	Teor de betalaínas durante 12 dias de armazenamento.....	61

## LISTA DE SIGLAS

ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AT	Acidez titulável
Aw	Atividade de Água
BS	Betanina Superficial
BS	Betanina Superficial
DIC	Delineamento Inteiramente Casualizado
EE	Eficiência da Encapsulação
EPL	Extrato Puro Liofilizado
ME	Microencapsulação
M10	Extrato de pitaia com 10% de maltodextrina
M30	Extrato de pitaia com 30% de maltodextrina
M+G	Maltodextrina com goma xantana
M+P	Maltodextrina com proteína de soja
pH	Potencial Hidrogeniônico
RB	Retenção de Betanina
TD	Taxa de Degradação
UV	Ultravioleta
PPM	Partes por milhão
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
FTIR	Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier
ANOVA	Análise de variância
SST	Sólidos solúveis totais
RPM	Rotações por minuto

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>16</b>
<b>2.1</b>	Família Cactaceae: características botânicas das plantas.....	16
<b>2.1.1</b>	Aspectos geográficos, econômicos e culturais da família Cactaceae....	17
<b>2.1.2</b>	Pitaia: uma cactácea ainda pouco explorada.....	17
<b>2.1.3</b>	Distribuição geográfica e aspectos históricos e econômicos de pitaia.	18
<b>2.2</b>	Betalaínas.....	19
<b>2.2.1</b>	Processo de extração de betalaínas.....	21
<b>2.3</b>	Aproveitamento de subprodutos agroindustriais.....	21
<b>2.4</b>	Corantes vermelhos empregados em alimentos.....	23
<b>2.4.1</b>	Corante natural carmim de cochonilha.....	24
<b>2.4.2</b>	Betalaína como um corante natural.....	26
<b>2.5</b>	Microencapsulação.....	27
<b>2.5.1</b>	Microencapsulação pelo processo de liofilização.....	29
<b>2.6</b>	O mercado nacional de bebida.....	31
<b>2.6.1</b>	Bebidas à base de soja.....	32
<b>3</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>34</b>
<b>3.1</b>	Obtenção do material vegetal.....	34
<b>3.1.1</b>	Caracterização da casca de pitaia quanto à cor e umidade.....	34
<b>3.2</b>	Produção dos extratos ricos em betalaínas.....	34
<b>3.2.1</b>	Análises físico-químicas do extrato rico em betalaínas.....	35
<b>3.2.2</b>	Quantificação de betalaína nos extratos.....	35
<b>3.2.3</b>	Coordenadas de cor.....	36
<b>3.3</b>	Solução de extrato associada aos agentes carreadores.....	36
<b>3.3.1</b>	Viscosidade.....	36
<b>3.4</b>	Preparo das micropartículas por liofilização.....	37
<b>3.4.1</b>	Caracterização das micropartículas.....	38
<b>3.4.2</b>	Umidade.....	38
<b>3.4.3</b>	Atividade de água.....	39
<b>3.4.4</b>	Molhabilidade.....	39
<b>3.4.5</b>	Higroscopicidade.....	39
<b>3.4.6</b>	Densidade aparente.....	39
<b>3.4.7</b>	Solubilidade.....	40
<b>3.4.8</b>	Grau de caking.....	40
<b>3.4.9</b>	Estrutura morfológica.....	40
<b>3.5</b>	Tamanho da partícula.....	40
<b>3.5.1</b>	Rendimento da encapsulação.....	41
<b>3.5.2</b>	Retenção de betalaínas.....	41
<b>3.5.3</b>	FTIR.....	41
<b>3.5.4</b>	Análise termogravimétrica (TGA/DTG).....	42
<b>3.6</b>	Aplicação das micropartículas contendo corantes em bebida de soja...	42
<b>3.6.1</b>	Teste de estabilidade.....	42
<b>3.7</b>	Delineamento experimental.....	42
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>44</b>
<b>4.1</b>	Umidade e cor da casca de pitaia vermelha.....	44
<b>4.2</b>	Caracterização dos extratos ricos em betalaínas.....	45
<b>4.3</b>	Viscosidade das formulações antes da secagem.....	47
<b>4.4</b>	Caracterização das micropartículas.....	50

<b>4.5</b>	<b>FTIR.....</b>	<b>56</b>
<b>4.6</b>	<b>Análise termogravimétrica (TGA/DTG).....</b>	<b>58</b>
<b>4.7</b>	<b>Estrutura morfológica.....</b>	<b>60</b>
<b>4.8</b>	<b>Teste de estabilidade .....</b>	<b>62</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>65</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>66</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Nos tempos atuais, os pigmentos naturais têm ganhado a atenção de pesquisadores e consumidores. Isso se deve ao fato de apresentarem, muitas vezes, mais segurança, quando comparados com os corantes químicos. Grande parte desses pigmentos naturais são compostos funcionais que podem exercer atividades biológicas benéficas na saúde, podendo, inclusive, auxiliar na prevenção de diversos quadros patológicos, como aterosclerose, câncer, artrite, doenças neurodegenerativas, cardiopatias e nas demais doenças crônicas não transmissíveis (CAROCHO; MORALES; FERREIRA, 2018).

Betalaínas são um desses pigmentos naturais utilizados como corantes atualmente. Trata-se de compostos nitrogenados e hidrossolúveis sintetizados a partir do aminoácido tirosina. Esses pigmentos são característicos de plantas da ordem Caryophyllales. As betalaínas são classificadas em dois grupos; as betacianinas (de coloração vermelho-violeta) e as betaxantinas (de coloração amarelo-alaranjada); ambas apresentam como precursor comum o ácido betalâmico (ESCRIBANO et al., 2017).

O fruto do gênero *Hylocereus*, conhecido popularmente como pitaia ou fruta-dragão é um cacto possivelmente oriundo da América Central e cultivado em quase todo o mundo atualmente. Esse fruto é extremamente atraente para os consumidores pelo fato de exibir uma coloração atrativa, que pode variar de acordo com a espécie de pitaia. Os frutos de pitaias mais comumente encontrados são os de casca avermelhada e polpa branca (*Hylocereus undatus*) e casca e polpa avermelhada (*Hylocereus costaricensis*), sendo as betalaínas o composto responsável pela pigmentação que confere cor avermelhada ao fruto. Há ainda a pitaia de casca amarela e polpa branca (*Hylocereus megalanthus*) (ALVES et al., 2018).

Na indústria alimentícia, o fruto de pitaia é utilizado na elaboração de produtos como: bebida, sorvete, geleia e doces. Durante seu processamento, a casca é descartada. Ressalta-se que a casca representa cerca de 20% da massa do fruto. Apesar de ser descartada, a casca da pitaia apresenta um grande potencial para a obtenção de corantes naturais devido aos teores de betalaínas, que são mais elevados dos que os encontrados na polpa de pitaia, além de outros compostos fenólicos que contribuem para seu potencial antioxidante. Frutos e hortaliças exibem as maiores taxas de desperdício de alimento, representando 40 a 50% (520 a 650 milhões de toneladas) das perdas e desperdícios quantitativos globais de alimentos por ano. Apesar disso, esses

subprodutos descartados podem exibir grande valor ao serem utilizados como matéria-prima (ALVES et al., 2018; RAVINDRAN et al., 2018).

Atualmente, um dos fatores limitantes para o uso comercial das betalaínas está relacionado à sua estabilidade. As betalaínas são susceptíveis a diversos fatores intrínsecos e extrínsecos como o pH, atividade de água ( $A_w$ ), oxigênio, íons metálicos, temperatura, exposição à luz e atividades enzimáticas e eles podem culminar em perda de potencial tintorial e perdas nos efeitos funcionais do pigmento. Tal instabilidade restringe a aplicação das betalaínas em muitos alimentos (WICZKOWSKI, 2018; BETANCOURT et al., 2017).

Todavia, de acordo com Cutrim et al. (2019) e Rodrigues et al. (2018), considerando a baixa estabilidade da betalaína, torna-se relevante avaliar métodos alternativos no intuito de reduzir ao máximo sua perda no processamento e armazenamento, de modo que a estabilidade da betalaína possa ser aprimorada por meio do encapsulamento.

A liofilização tem sido amplamente utilizada principalmente devido às baixas temperaturas do processo, visto que muitos alimentos possuem compostos bioativos termolábeis, perdendo sua qualidade nutricional e funcional durante o processamento quando utiliza altas temperaturas. Na microencapsulação por liofilização a umidade da emulsão congelada é retirada por sublimação, sob vácuo e baixa umidade; o resultado é um tipo de esponja seca, que pode facilmente ser reduzida a pó. Estudos confirmaram a eficiência do processo de liofilização para encapsulamento de alimentos (MURALI et al., 2015)

Uma das principais características que influenciam na estabilidade de compostos encapsulados é a natureza agente carreador. A escolha do material a ser utilizado deve levar em conta vários fatores, como as propriedades físicas e químicas do núcleo (porosidade, solubilidade, etc.) e da parede (viscosidade, propriedades mecânicas, transição vítrea, capacidade de formação de filme, etc.), compatibilidade do núcleo com a parede, mecanismo de controle e fatores econômicos. Os encapsulantes devem atender, ainda, aos seguintes requisitos: boas propriedades de formação de filme; baixa higroscopicidade; baixa viscosidade a altas concentrações de sólidos; aroma e sabor suaves; fácil reconstituição; e baixo custo. Em muitos momentos, devido ao fato de um mesmo composto não englobar todas essas propriedades, usam-se misturas. O material de parede deve ser insolúvel e não reativo com o núcleo (AZEREDO, 2009).

Corantes na forma de micropartículas possuem muitas aplicações em alimentos, essa tecnologia pode ser usada para: estabilizar o material do núcleo; controlar a reação de oxidação; proporcionar liberação controlada ou sustentada; mascarar sabores, cores ou odores; prolongar a vida útil; ou preservar compostos ativos contra a perda, como ácidos graxos, pigmentos, compostos fenólicos, entre outros (AZEREDO, 2009).

Dentre os corantes não sintéticos, o mais utilizado atualmente é o corante natural carmim de cochonilha, que é obtido das fêmeas dessecadas do inseto *Dactylopius coccus* e é aplicado em diversos produtos alimentícios por apresentar boa estabilidade e não causar dano ambiental. Contudo, seu uso tem sido criticado atualmente (AZEREDO, 2009).

Sendo assim, o desenvolvimento de corantes à base de betalaínas e sua aplicação em bebidas de soja com sabor de morango se torna interessante do ponto de vista de mercado, haja vista que atualmente essas bebidas têm sido produzidas em sua maioria utilizando o corante natural carmim de cochonilha. Dessa forma, o corante de betalaína, como sendo inteiramente de origem vegetal, atenderia às demandas de indivíduos que por alguma circunstância possuem restrições a ingredientes de origem animal, seja por motivos ideológicos, culturais ou religiosos.

Diante disso, o presente trabalho teve o objetivo de se obter micropartículas ricas em betalaínas da casca do fruto de pitaiá pelo método de liofilização, caracterizá-las e aplicá-las em bebida de soja, a fim de acompanhar sua estabilidade.

## **2. REFERENCIAL TEÓRICO**

### **2.1 Família Cactaceae: características botânicas das plantas**

As plantas da família Cactaceae exibem uma notável variação em suas formas de crescimento, incluindo grandes formas arbóreas ou colunares, hábitos globulares, globulares agrupados, e até mesmo epífitos e alpinistas. Caracterizam-se os cactos por seus caules e galhos carnudos, apresentando folhas ou folhas reduzidas ou altamente modificadas, normalmente substituídos por espinhos, cerdas ou escamas especializadas, mantidas em uma estrutura carnosa e inchada no centro, conhecida como aeróis, que por sua vez é entendida, de acordo com os botânicos, como uma forma reduzida de um ramo. Grande parte das plantas dessa família apresenta aréola, a qual se caracteriza por ser um importante caráter diagnóstico das cactáceas. Entre outros vários importantes caracteres diagnósticos reprodutivos dos cactos, há a presença de compostos estruturais florais tubular, pericarpos e tépalas. Os cactos são extremamente adaptáveis a ambientes hostis e são um ótimo modelo de entendimento da biologia evolutiva das plantas (NUZHYNA et al., 2018).

Ainda segundo os autores supracitados, folhas verdadeiras dos cactos normalmente apresentam hastes finas, achatadas ou arredondadas, para a absorção eficiente da umidade disponível em habitats secos e áridos e com pouca umidade. A maior parte dos cactos terrestres possui pequenos ou grandes espinhos como uma forma de proteção contra herbívoros, assim como para evitar perda de umidade. Membros epífitos e alpinistas da família normalmente apresentam pelos ou cerdas, conferindo função semelhante. Esse aparato composto por espinhos, cerdas ou escamas mostra grande diversidade entre os vários membros da família, exibindo adaptações morfológicas.

Os cactos possuem estratégias de sobrevivência em ambientes agressivos, pela beleza. Eles são atraídos pela beleza de suas estruturas, flores e habitats. O excesso de coleta e manejo inadequado dos recursos naturais podem ser algumas das razões do desaparecimento acelerado de algumas espécies (NOVOA et al., 2016).

As cactáceas exibem diversas características de interesse, haja vista que possuem alta resistência ao calor e à seca. Representantes de diferentes gêneros variam em temperatura crítica e podem sobreviver usando diferentes estratégias de adaptação a efeitos de alta temperatura. Por outro lado, durante os estágios iniciais de desenvolvimento, as plantas da subfamília Cactoideae são especialmente sensíveis a condições áridas (NUZHYNA et al., 2018).



### **2.1.1 Família Cactaceae: aspectos geográficos, econômicos e culturais**

Cactaceae é uma família de plantas claramente definida, com uma estimativa de 1917 espécies e cerca de 200 gêneros. A grande variedade de cactos nativos se estende do sul da Patagônia na Argentina a Alberta e Colúmbia Britânica no Canadá. A Cactaceae constitui um grupo importante em termos de posição entre plantas invasoras em todo o mundo. Cerca de 60 espécies já se tornaram invasoras em vários países, exercendo uma série de impactos ecológicos, sociais e econômicos. Os cactos exibem uma importância econômica e as espécies foram introduzidas em várias localidades do mundo para consumo humano, forragem animal e para fins medicinais e ornamentais (NOVOA et al., 2016).

A Cactaceae está entre os grupos mais difundidos e dominantes de plantas invasoras na África do Sul, sendo importante para uma série de atividades para a região, como a horticultura e agricultura comercial e de subsistência, onde são criados para alimentos, frutas e forragens para animais. Os cactos apresentam vários benefícios socioeconômicos importantes na África do Sul. Cerca de 300 espécies de cactos são importadas anualmente para fins de horticultura ornamental. O interior árido do país oferece um ambiente de condições favoráveis para o estabelecimento de espécies adaptadas à seca, como cactos. África do Sul, por exemplo, é um *hotspot* global de invasões de cactos, com uma das maiores diversidades de espécies de cactos naturalizadas fora da faixa nativa da família (NUZHYN et al., 2018).

### **2.1.2 Pitaia: uma cactácea ainda pouco explorada**

A pitaia, também chamada de fruta-dragão, é um fruto rústico pertencente à família Cactaceae e ao gênero *Hylocereus*. Acredita-se que seja originária da América Central. Atualmente, seu cultivo se dá em países como Vietnã, Taiwan, Malásia, Tailândia, entre outros. Diversas espécies e variedades de pitaia são encontradas, sendo a *Hylocereus undatus* (casca avermelhada e polpa branca) a que apresenta maior produção e consumo. “Pitaia vermelha” é chamada dessa forma devido à sua coloração avermelhada presente em sua casca. Ainda segundo os autores citados acima, esse fruto é considerado tropical, não climatérico, pouco ácido, com sabor levemente adocicado. Sua deterioração é com relativa facilidade e sua vida pós-colheita é relativamente curta, ocorrendo em torno de 10 dias em condições ambiente. A refrigeração prolonga o seu

tempo de prateleira, contudo, há riscos de danos pelo frio em temperaturas inferiores a 8 °C (ALVES et al., 2018).

O fruto de pitáia gerou um considerável interesse do consumidor devido a sua cor atraente e conteúdo de micronutrientes e compostos fitoquímicos. Sua planta é considerada um cacto de videira tropical e é a espécie mais cultivada na família dos cactos. Originário da América Central é usado como cultivo ornamental e as frutas e receberam o nome das margens onduladas de suas costelas. As hastes são escassas, rastejando ou escalando com muitos galhos, articulações e nervuras e raízes aéreas visíveis. A pitáia produz uma enorme flor semelhante a trombeta e uma grande fruta colorida com escamas semelhantes às de uma alcachofra. A massa sólida de carne branca dentro da fruta vermelha ou rosa é animada por pequenas sementes pretas, e a fruta geralmente é sem espinhos. Esse cacto é facilmente cultivado em áreas quentes e é sensível a temperaturas acima de 40 °C e abaixo de 10 °C. O fruto de pitáia apresenta água em abundância e crescem bem em paredes, árvores ou treliças (HARLEV et al., 2013).

Devido ao desenvolvimento de sistemas de defesas das cactáceas contra condições adversas, como clima desfavorável e escassez de água, locais com alta radiação, pobreza no solo, etc., elas produzem compostos fitoquímicos, como alcaloides, flavonoides, terpenos e taninos, que já demonstram bioatividade notável contra doenças humanas como o câncer e o diabetes, no contexto epidemiológico atual, tratam-se de complicações patológicas de extremo impacto para o ser humano (HARLEV et al., 2013).

Diversos trabalhos *in vitro* têm sido realizados com pitáia. Kim et al. (2012) verificaram o conteúdo total de polifenóis, flavonoides e a atividade antioxidante de extratos de pitaias de polpa e casca avermelhadas e de polpa branca e casca avermelhada, coletadas em uma ilha na Coreia do Sul. Foi investigada sua ação antiproliferativa em cânceres no âmbito celular. Os extratos metanólicos das cascas de ambas as pitaias mostraram atividade antiproliferativa contra células gástricas humanas e câncer de mama.

A casca de pitáia exibe um efeito inibidor do crescimento de células cancerígenas de melanoma B16F10 maior do que a polpa. Em outro estudo, realizado por Harlev et al. (2013), células MCF-7 em proliferação foram tratadas com extratos metanólicos de frutos de cacto. Os extratos exibiram notável inibição da proliferação celular. Os resultados foram atribuídos à eliminação do óxido nítrico indutor da

proliferação celular por fitoquímicos incluídos no extrato de frutas, resultando na inibição da proliferação celular MCF-7.

Kim et al. (2012) divulgaram uma composição farmacêutica anticarcinogênica contendo extrato de pitáia de polpa branca e casca avermelhada capaz de suprimir a proliferação de células cancerígenas, também podendo ser usada para a prevenção e tratamento de câncer.

Embora tenha ocorrido uma grande expansão do cultivo de pitáia tanto no Brasil como em outros países, a cultura necessita de informações científicas que subsidiem a definição de sistemas de produção mais adequados às condições edafoclimáticas brasileiras (HARLEV et al. 2013),

Um exemplar de fruto de pitáia, da espécie *Hylocereus undatus*, pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 - Exemplos de frutos de pitáia



Fonte: Do autor (2021).

### **2.1.3 Distribuição geográfica e aspectos históricos e econômicos dos frutos de pitáia**

A planta pitáia tem sido utilizada há centenas de anos pelos povos indígenas das Américas. Todavia, atualmente o fruto de pitáia é cultivado e comercializado em mais de 20 países como uma nova frutífera. Acredita-se que os frutos de pitáia sejam nativos da América Central (MERCADO-SILVA, 2018).

Os membros da família Cactaceae foram conhecidos na Europa após a descoberta da América. O primeiro registro na literatura acerca de pitaias está na

“História Geral e Natural das Índias”, publicada em 1535 e escrita por Fernández de Oviedo y Valdés, o primeiro relator do Novo Mundo. No capítulo XXVI, a frase a seguir, “Os cardones que nascem da fruta que pitaiaya” (cacto do qual nasce o fruto conhecido como pitaia), poderia se referir ao cacto em forma de coluna chamado pitaia no México (ORTIZ-HERNANDEZ e CARRILLO-SALAZAR, 2012).

Atualmente, além de no Brasil, os frutos de pitaia são comercialmente cultivados nas Bahamas, Bermudas, Indonésia, Colômbia, Israel, Filipinas, Myanmar, Malásia, México, Nicarágua, norte da Austrália, Japão, Sri Lanka, sul da China, Taiwan, Tailândia, Vietnã e Índias Ocidentais (MERCADO-SILVA, 2018).

Nas últimas duas décadas, a área de cultivo de pitaia cresceu no mundo todo devido aos atributos de seus frutos e retornos econômicos. Os caules, frutas e flores da planta são usados tanto em alimentos quanto em medicamentos (BAUTISTA-CRUZ; MARTÍNEZ-GALLEGOS, 2015).

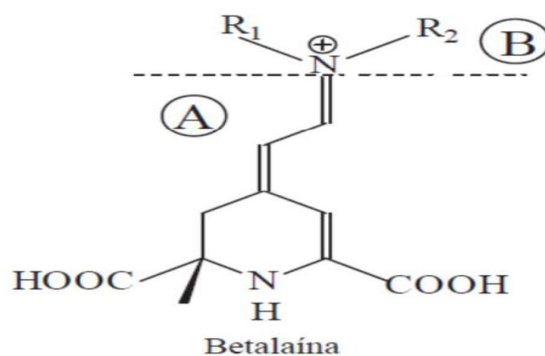
No México e na América Central, várias espécies de *Hylocereus* são cultivadas em pomares familiares utilizando tecnologia básica. Enquanto isso, Malásia, Tailândia, Estados Unidos e, principalmente, Vietnã e Israel, utilizam tecnologia avançada, resultando em altos rendimentos, principalmente em no Vietnã e Israel, onde são colhidos mais 40 t ha<sup>-1</sup> de frutas (ORTIZ-HERNANDEZ e CARRILLO-SALAZAR, 2012).

Acredita-se que o termo “pitaia” faça referência à palavra haitiana que, significa “fruto escamoso”. Há outros que defendem que a palavra “pitaia” seja uma palavra quíchua (Antilhas) introduzida pelos conquistadores espanhóis e se refere a qualquer fruta carnuda, suculenta e comestível de um cacto. Nas Américas Central e do Sul, “pitaia” e “pitahaya” têm o mesmo significado, no entanto, no México, “pitaiaiás” é usado para frutas de cactos epifíticos como *Hylocereus*, enquanto “pitaia” é usado para frutas de cactos semelhantes a colunas (ORTIZ-HERNANDEZ; CARRILLO-SALAZAR, 2012).

## 2.2 Betalaínas

Betalaínas é uma classe de pigmentos hidrossolúveis produzidos por plantas, incluindo beterraba vermelha, amaranto, pera espinhosa e fruto de pitaias vermelhas (ESATBEYOGLU et al., 2015; POLTURAK e AHARONI, 2019). A estrutura química geral da betalaína é exibida na Figura 2.

Figura 2 - Estrutura química geral da betalaína.



Legenda: (A): Ácido betalâmico presente em toda molécula de betalaína. (B): Esta estrutura poderá representar tanto a betacianina quanto a betaxantina, dependendo da identidade dos radicais 1 e 2. Nas betacianinas, R= glicose ou ácido glucurônico. As betaxantinas possuem um anel di-hidropirínico.

Fonte: Souza, (2012).

As betalaínas são pigmentos vacuolares nitrogenados presentes em flores e frutos de muitas cariofilas e exibem propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias e até mesmo anticarcinogênicas. Sreekanth et al. (2007) verificaram que a betanina, composto mais abundante de todas as betalaínas, isolado dos frutos de pera espinhosa, reduz a proliferação dependente da dose e do tempo das células K562 de leucemia mieloide crônica humana. Os resultados também indicaram que a betanina induz apoptose nas células K562 por meio de uma alteração na integridade da membrana mitocondrial, levando ao vazamento de mitocôndrias para o citosol, regulação negativa de Bcl-2 e redução no potencial de membrana.

Nos últimos anos, diversos trabalhos *in vitro* e *in vivo* demonstraram que as betalaínas apresentam atividades antioxidantes, antimicrobianas, anticarcinogênica, hipoglicêmica, aumentam o HDL-colesterol e reduzem o LDL-colesterol (GENGATHARAN et al., 2015).

Em 1957, as betalaínas foram denominadas erroneamente como “antocianinas nitrogenadas”. Em seguida, observaram que antocianinas e betalaínas, além de serem pigmentos diferentes, são mutualmente exclusivos e, portanto, não são encontrados concomitantemente na mesma planta. Nos dias atuais, são conhecidas como “cromo alcaloides”, devido à presença de um átomo de nitrogênio no grupo cromóforo (KHAN; GIRIDHAR, 2015 e AZEREDO, 2009).

Atualmente um dos fatores limitantes para o uso comercial das betalaínas está relacionado à sua estabilidade. Esses pigmentos são sobremaneira susceptíveis a fatores intrínsecos e extrínsecos como o pH, Aw, oxigênio, íons metálicos, temperatura

exposição à luz e atividades enzimáticas e esses interferentes podem acarretar na perda de potencial tintorial e propriedades funcionais do pigmento. A instabilidade das betalaínas restringe seu campo de aplicação em muitos alimentos (BITANCOURT et al., 2017).

### **2.2.1 Processo de extração de betalaínas**

A extração é uma etapa de grande importância para a obtenção de compostos funcionais, interferindo no isolamento, identificação e, por consequência, em sua utilização posteriormente (RADHAKRISHNAN et al., 2013; CISSÉ et al., 2012).

Matrizes alimentares de origem vegetal possuem uma composição com diversos constituintes além de seus corantes, como por exemplo, os macros e micronutrientes e compostos fitoquímicos. Diante disso, não há métodos específicos para a obtenção dos pigmentos. Todavia, é exibida, na literatura científica, a frequente realização da extração sólido-líquido com a utilização de solventes, de modo a se obter os compostos de interesse. Esse tipo de extração trata-se de um dos métodos mais utilizados para se obter extratos de pigmentos naturais (ACHKAR et al., 2013; ANDREO; JORGE, 2014).

A extração sólido-líquido para se isolar compostos fitoquímicos de interesse se dá por meio da imersão de uma matriz alimentar vegetal sólido em um solvente líquido, seja aquoso, seja orgânico, com o intuito de transferir o conteúdo de interesse da matriz sólida para a solução (SANTOS, 2018).

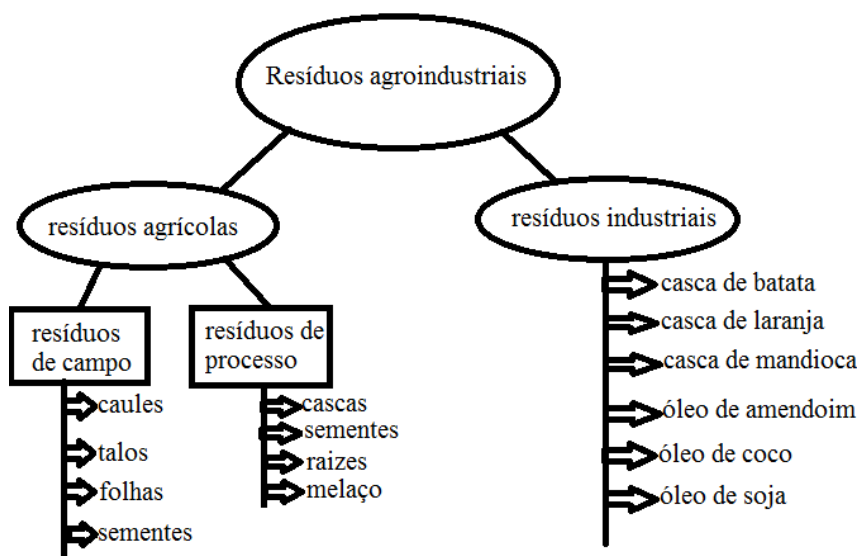
### **2.3 Aproveitamento de subprodutos agroindustriais**

Com o aumento da industrialização do setor agrícola, a geração de subprodutos resultante representa um desafio ambiental significativo. A maioria dos subprodutos gerados pelas indústrias agroalimentares são ricos em nutrientes e podem formar criadouros de microorganismos causadores de doenças se deixados sem tratamento e com tratamento inadequado. Curiosamente, esses subprodutos podem servir como matéria-prima para a produção de produtos de valor agregado ou como fonte de energia renovável. Mais de 30% (aproximadamente 1,3 bilhão de toneladas) produzidos no mundo para consumo humano é perdido ou desperdiçado todos os anos (RAVINDRAN et al., 2018).

As indústrias agrícolas produzem a grande quantidade de resíduos todos os anos. Se esses subprodutos forem liberados para o meio ambiente sem procedimento de descarte adequado, podem causar poluição ambiental e efeito prejudicial à saúde

humana e animal. A maioria dos resíduos agroindustriais não é tratada e é descartada por queima, ou aterro não planejado. Esses resíduos não tratados podem criar diferentes problemas com as mudanças climáticas, aumentando o número de gases de efeito estufa. Há dois tipos diferentes de resíduos agroindustriais, isto é, subprodutos agrícolas e industriais. Subprodutos de campo são resíduos presentes no campo após o processo de colheita. Esses resíduos de campo consistem em folhas, caules, sementes vagens e caules, enquanto os resíduos do processo são subprodutos presentes mesmo depois que a colheita é processada em recursos alternativos valiosos (SADH et al., 2018). Um esquema do que foi exposto acima pode ser visualizado na Figura 3.

Figura 3 - Tipos de subprodutos agroindustriais.



Fonte: Adaptado de Sadh et al., (2018)

Vários estudos foram realizados nas últimas décadas, examinando a utilização efetiva de resíduos da agroindústria como uma possível matéria-prima para a produção de produtos de valor agregado. A maioria desses estudos foi realizada em países cujas economias dependem fortemente da agricultura (RAVINDRAN et al., 2018).

#### 2.4 Corantes vermelhos empregados em alimentos

A cor é um parâmetro importante na aceitação dos consumidores em relação aos produtos alimentícios. Tais consumidores estão cada vez mais exigentes acerca dos ingredientes do produto, como por exemplo, o tipo de corante que por ventura tenha sido utilizado, haja vista que esses corantes fornecem informações sobre o frescor, segurança e as demais características sensoriais do produto. Muitos consumidores

apresentam uma preferência por corantes naturais em comparação aos sintéticos, por conta das crescentes preocupações com a saúde. Sendo assim, a indústria sempre procura plantas pigmentadas solubilizadas como novas fontes de corantes (AKOGOU et al., 2017).

Os corantes são compostos deliberadamente incrementados a alimentos, bebidas, e até mesmo a produtos fármacos e cosméticos, com o intuito de conferir cor. Os corantes podem estar disponíveis na forma de líquidos, pós, géis e pastas, já que contribuem para o desenvolvimento de produtos esteticamente mais atraentes, influenciando no sabor percebido e simulando uma cor mais natural (MOTTA et al., 2019).

Os corantes sintéticos são adicionados em processos devido à sua alta estabilidade em condições de alta temperatura e presença de luz e oxidantes, além de apresentar baixo custo e uma melhor qualidade de pigmentação aos corantes naturais, todavia, apesar de a produção de novos corantes sintéticos estarem continuamente aumentando, há questões importantes a serem esclarecidas: vários desses corantes sintéticos são resistentes à degradação no meio ambiente. Ao tingir os produtos de interesse, de 15 a 20% dos corantes são perdidos e, por consequência, podem contaminar o meio ambiente com o efluente da indústria. Para a remoção desses corantes sintéticos de águas residuais, várias técnicas de conservação têm sido utilizadas, incluindo processos de tratamento físico, químico e biológico. Contudo, tais métodos não se mostram totalmente eficazes para a degradação desses compostos por conta de suas complexas estruturas (AKOGOU et al., 2017).

Estima-se que 28% de corantes são depositados no meio ambiente sem nenhum tratamento prévio; além disso, várias são as fontes de metais pesados em águas residuais (AHMED et al., 2010).

O único objetivo dos corantes artificiais é conferir cor aos alimentos. Essas substâncias não apresentam bioatividade de interesse para o ser humano. Segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), estudos toxicológicos mostram que corantes não fazem mal à saúde se usados nos limites definidos pela legislação. Por outro lado, ainda existem controvérsias quanto aos seus malefícios. Atualmente, os trabalhos têm mostrado que o uso excessivo desses corantes pode causar outros problemas de segurança alimentar; por exemplo, pode levar crianças a um comportamento hiperativo, pode possuir efeitos cancerígenos, causar dermatite alérgica e irritação da pele. Além disso, podem apresentar efeitos eco toxicológicos negativos e



bioacumulação em animais. Sendo assim, cada vez mais, produtores de alimentos estão se voltando para o uso de corantes de origem natural (ZHANG et al., 2019).

De acordo com a Associação Internacional de Fabricantes de Cores (IACM, 2010), uma associação comercial de fabricantes e usuários de corantes alimentares, os corantes artificiais aprimoram e corrigem as cores naturais, bem como fornecem uma identidade colorida aos alimentos que seriam virtualmente incolores. Em adição, ainda compensam as cores naturais perdidas durante o armazenamento e fornecem uma maneira de identificar rapidamente produtos farmacêuticos e suplementos alimentares.

No mercado, tanto os corantes sintéticos quanto os corantes naturais encontram-se disponíveis. Os sintéticos são estáveis à luz, oxigênio, calor e pH, apresentam baixos custos de produção, alto poder tintorial e são considerados seguros do ponto de vista microbiológico. Sua adição nos alimentos tem por objetivo específico conferir coloração. No entanto, o uso desses corantes é limitado, pela sua toxicidade e seu uso tem diminuído a cada ano. Nesse contexto, há uma grande procura por produtos mais saudáveis e menos artificiais e sem evidências de danos à saúde. Dentre os corantes naturais mais empregados na indústria alimentícia, estão os extratos de urucum, carmim de cochonilha, cúrcuma, betalaínas, clorofilas e antocianinas (SAITO, 2014).

#### **2.4.1 Corante natural carmim de cochonilha**

Dos corantes naturais, o corante natural carmim de cochonilha é um dos mais consumidos no mundo. Ele apresenta as vantagens de ser versátil, possuir boa estabilidade ao calor, à luz e às condições oxidativas. O carmim de cochonilha é um corante de coloração avermelhada obtido das fêmeas dessecadas do inseto *Dactylopius coccus* (Costa) conhecido popularmente como cochonilha. Esse inseto é pertencente à família Dactylopiidae, a qual se apresenta amplamente distribuída e cujos membros vivem em associação. O *Dactylopius coccus* vive como parasita sobre cactos dos gêneros *Opuntia* e *Nopalea* de habitat fundamentalmente na América do Sul e da América Central (FRANSEN et al., 2018).

As fêmeas adultas do inseto apresentam em seu interior um líquido avermelhado com um teor aproximado de 20% de ácido carmínico, que é um composto orgânico derivado da antraquinona. A extração do ácido carmínico é feita a partir das fêmeas secas do inseto e a complexação dele com os íons de alumínio e cálcio forma o pigmento natural carmim conhecido como laca, de larga importância comercial. Existe diferença na nomenclatura entre o material cru oriundo dos corpos secos das fêmeas do

inseto e entre o ingrediente ativo de cor vermelha o qual aparece em produtos comerciais de marcas científicas e entre o complexo metálico coordenado dos íons alumínio e/ou cálcio com ácido carmínico com outros compostos vitais para usos específicos de um determinado produto geralmente produzido a partir da cochonilha que é vendido como pigmento insolúvel precipitado com cálcio ou outros íons metálicos. Sendo esses os termos que devem ser utilizados respectivamente: “cochonilha”, “ácido carmínico” e “carmim” (FRANDSEN et al., 2018).

O corante foi descoberto na América Central e parte da América do Sul por exploradores espanhóis no século XV e XVI. A Espanha manteve o monopólio da exportação por 300 anos, exportando cerca de 50 a 160 toneladas anualmente, sendo somente o ouro e a prata mais importantes. Recentemente, os derivados da cochonilha voltaram a se tornar muito populares na década de 1980, quando os corantes sintéticos começam a ser associados a doenças. Estima-se que cerca de 800 toneladas por ano de corantes da família dos coccídeos sejam utilizados na atual produção industrial (DAPSON, 2007; MAZZEO, 2019; FRANDSEN et al., 2018).

O corante carmim é aplicado em uma grande variedade de produtos alimentícios. A lista engloba tanto alimentos doces quanto salgados. Em alimentos salgados, é utilizado em molhos culinários e carnes processadas, por exemplo. Dentre os alimentos doces, estão às bebidas, sorvetes, iogurtes, balas, recheios de biscoitos, geleias, entre outros produtos. A sua única limitação técnica é a baixa solubilidade em  $\text{pH} < 3,0$ , devendo ser aplicado em alimentos com  $\text{pH}$  acima de 3,5 (HAMERSKI et al., 2013).

As indicações mostram que o carmim caminha em uma linha tênue entre sua facilidade de uso, sua origem natural e seu efeito na indução de repúdio, ou seja, um sentimento de nojo em muitas pessoas. Um trabalho transversal realizado por Müller-Maatsch et al. (2019), na Alemanha, teve como objetivo esclarecer as atitudes de consumidores em relação a aceitação de produtos com adição do corante carmim de cochonilha, sabendo que se trata de um inseto. O estudo contou com 625 pessoas e foi realizado por meio de um questionário auto administrável. Como resultado, os pesquisadores viram que 61,6% dos entrevistados não gostaram da aplicação de corantes de origem animal, 24,8% foram neutros e 13,6% viram com positividade o uso de corante de origem animal. Percebeu-se também que a maioria dos entrevistados demonstrou dificuldade na interpretação de rótulos e nas informações acerca do carmim. Os entrevistados demonstraram ainda uma preferência por corantes extraídos de derivados de plantas em vez do corante de carmim. Muitos mostraram associar o

corante de carmim a plantas, pelo fato de muitas vezes estar acompanhado da palavra “natural” no rótulo, causando confusão no entendimento de consumidores. Além disso, os autores mostraram que vegetarianos possuíam atitudes extremamente rígidas contra o consumo de ingredientes utilizando o carmim de cochonilha e se mostraram dispostas a pagarem por um valor mais alto para buscarem alimentos com ingredientes à base de plantas. Pessoas do gênero feminino também mostraram maior aversão ao carmim, porém, elas relatavam o motivo de “nojo” para a não aceitação. Fatores religiosos também influenciaram na aceitação, pelo fato de algumas religiões não realizarem o consumo de alimentos com ingredientes de origem animal. Por fim, os autores concluíram que era recomendável a substituição do corante carmim de cochonilha por corantes de pigmentos derivados de plantas, por exemplo, carotenoides, betalaínas e antocianinas.

Organizações de defesa dos direitos dos animais e pessoas adeptas do veganismo criticam a prática de obtenção do corante a partir do inseto cochonilha. Tais grupos alegam que é antiético cruel e fútil matar milhões de animais para tal finalidade. Veganos frequentemente realizam campanhas para divulgar o processo de fabricação do corante carmim, além de promover o boicote aos produtos que o contêm. Cerca de 155 mil insetos são necessários para a obtenção de 1 kg de corante MAATSCH et al. (2019)

#### **2.4.2 Betalaína como um corante natural**

Uma opção de corante natural que vem sendo utilizado é o corante produzido a partir das betalaínas. A beterraba (*Beta vulgaris*, L.) é um dos principais alimentos utilizados para a extração de betalaínas, com o intuito de comercializá-la como um corante natural. As preparações, no entanto, apresentam algumas desvantagens como, por exemplo, o chamado “sabor de terra” que está associado à presença de derivados da geosmina e pirazina, bem como a presença de altas concentrações de nitrato, associado com a formação de nitrosaminas cancerígenas. Por esse motivo, atualmente há uma demanda por fontes alimentares alternativas de betalaína. Como consequência dessa demanda, frutos de plantas da família Cactaceae têm sido propostos como uma boa fonte de betalaína, oferecendo preparações com um espectro de cores mais amplo e sendo desprovido dos inconvenientes da beterraba mencionados (ESQUIVEL, 2007).

A alteração química nas estruturas dos alimentos está comumente relacionada com mudanças em sua coloração, as quais podem comprometer o apelo comercial, os

efeitos positivos à saúde e sua segurança. Sabe-se que as betalaínas dos alimentos são extremamente sensíveis ao processamento, tal como o tratamento térmico, que pode causar um decréscimo na fração betanina/isobetanina. Diante disso, foram desenvolvidos estudos a fim de se compreender como ocorre o processo dessa degradação. Apesar de isso ainda não estar totalmente elucidado, algumas vias de degradação já foram compreendidas. As reações bioquímicas de degradação das betalaínas mais comuns as quais já se conhecem, são a isomerização, a glicólise e a hidrólise (ESTEVES, 2016).

Diversas condições extremas no processamento, como meios fortemente ácidos, altas temperaturas ou ainda presença de enzimas como a  $\beta$ -glicosidase podem culminar na quebra da ligação da betanina com a glicose, ocasionando uma separação batocrômica. Outra via de degradação é a hidrólise, na qual se pode observar sua ocorrência nas altas temperaturas do tratamento térmico. Nessa situação há a quebra da ligação aldimina dessas betalaínas. Na betanina, betalaína que ocorre principalmente na beterraba vermelha; já que quebra produz ácido betalâmico e ciclodopa-5-O-glicosídeo, reduzindo seu poder colorante e deslocando a cor em direção ao amarelo. Entretanto, a hidrólise da betanina pode ser reversível. Essa recuperação pode ocorrer com a condensação da base de Schiff, que pode ser beneficiada por fatores como o ajuste ao pH 6, o resfriamento imediato após o tratamento térmico e a abstenção de oxigênio. Em função disso tudo, o conhecimento dos fatores endógenos, do ambiente e os mecanismos envolvidos na estabilidade das betalaínas são de muita relevância para a produção de um corante natural aplicável em alimentos (SANTOS, 2017).

## **2.5 Microencapsulação**

A técnica de microencapsulação (ME) é um processo no qual ocorre a formação de micropartículas, em que um ingrediente ativo é recoberto por uma fina camada de outro material; essa técnica permite o isolamento e a manutenção de substâncias ativas no interior da microestrutura, favorecendo a proteção do composto ativo contra diversas adversidades do meio, permitindo estabilidade do produto, aumentando a vida útil e promovendo a liberação controlada do ingrediente encapsulado em condições pré-determinadas. A ME é uma técnica baseada na formação de uma estrutura de proteção chamada, entre outros nomes, de material de parede, recobrimo uma substância de interesse, chamada de substância ativa, para sua proteção e liberação controlada. A ME também pode ser definida como a tecnologia de proteção de materiais ativos na forma

de sólidos, líquidos ou até mesmo gasosos. Esses materiais são protegidos em camadas poliméricas que podem vir a liberar o material sob condições específicas e, ainda, em taxas controladas de velocidade e quantidade (ALVIM et al. 2016; MATTÉ, 2013; MAHAM; ESCOTT-STUMP, 2012; PEREIRA et al., 2018; SANTOS et al., 2020; COSTA et al., 2015).

Pereira et al., 2018 definem a ME como uma técnica em que pequenas partículas ou gotículas são protegidas por um revestimento ou são incorporados a uma matriz homogênea ou heterogênea, de modo a se obter micropartículas com várias propriedades úteis.

A indústria de alimentos espera propriedades cada vez mais complexas dos ingredientes alimentares e elas muitas vezes só podem ser fornecidas por meio da técnica de ME. Essa técnica foi usada no passado para disfarçar o sabor desagradável de certos ingredientes e também para simplesmente converter líquidos em sólidos. Todavia, recentemente, o conceito de liberação controlada do ingrediente ativo encapsulado no lugar certo e na hora certa se tornou mais interessante. Essa liberação controlada dos ingredientes pode melhorar a eficácia dos aditivos alimentares, aumentar a faixa de aplicação dos ingredientes alimentares e garantir a dosagem ideal. Com propriedades de liberação controlada cuidadosamente ajustadas, a técnica de ME não é apenas um valor agregado, mas também é a fonte de ingredientes totalmente novos com propriedades incomparáveis (GOUIN, 2004).

Nos estudos de ME, os encapsulantes geralmente empregados são hidrocolóides de gomas vegetais, gelatina, amido modificado, dextrinas, lipídeos, emulsificantes, quitosana, entre outros. Quanto à morfologia, classifica-se o produto como microcápsulas ou micropartículas. As micropartículas são classificadas segundo a sua estrutura, podendo ser microcápsula quando ela possuir um núcleo com o material ativo, envolto por uma membrana que foi composta pelo agente de parede, ou ainda, pode ser classificado como microesfera quando o material ativo está disperso por toda a matriz polimérica composta por uma matriz homogênea e, nesse caso, o material encapsulado pode ser incorporado à matriz polimérica por meio da adsorção ou ligação covalente (MATTÉ, 2013).

O uso de ingredientes funcionais que podem agregar valor ao produto final, com foco na promoção da saúde e bem-estar da população, aumentou o mercado de alimentos. Nesse sentido, os vegetais têm sido uma matéria-prima altamente exigida para criar ingredientes para uma utilização nova. O incremento de ingredientes

funcionais nos alimentos é muitas vezes limitado devido ao sabor residual e instabilidade durante o processamento e armazenamento. Técnicas de encapsulamento são comumente usadas para superar essas limitações e desenvolver produtos de maior valor agregado (GOUIN, 2004).

Atualmente, quase todo material que necessite ser protegido, isolado de outros compostos, ou até mesmo ter sua liberação controlada, pode ser encapsulado. Tendo em vista a importância dessa técnica. Deve-se ter atenção dedicada à escolha do método a ser utilizado para a encapsulação, que deve estar de acordo com a aplicação que foi dada à micropartícula, tamanho desejado da cápsula, mecanismo de liberação do núcleo e às propriedades físico-químicas tanto do agente ativo quanto do material encapsulante. Os métodos de preparação de micropartículas classificam-se: a) Métodos Físicos: *Spray drying* (secagem em atomização); *Spray chilling* (nebulização em corrente de ar frio); *Spray cooling*, cocristalização e liofilização. b) Métodos Químicos: Inclusão molecular e polimerização interfacial; c) Métodos Físico-químicos: coacervação, separação de fase orgânica em formação de lipossomas e a gelificação iônica (MATTÉ, 2013).

### **2.5.1 Microencapsulação pelo processo de liofilização**

A liofilização, ou *freeze-drying*, trata-se de um processo delicado de conservação de produtos devido às baixas temperaturas em que a secagem ocorre. Consiste na secagem de um produto antecipadamente congelado no qual a maior parte do solvente é removida pelo processo de sublimação. O método resulta em produtos de ótima qualidade, haja vista que minimiza as modificações relacionadas às altas temperaturas; dessa forma, é utilizada com o intuito de reduzir as perdas dos componentes voláteis ou termossensíveis. O processo tem por objetivo estabilizar produtos (diminuição da atividade de água), por meio de uma série de operações em que o material é submetido durante o processamento: congelamento, sublimação, secagem a vácuo e armazenagem do produto. É um processo de não equilíbrio, está sob controle cinético e envolve estados vítreos metaestáveis em vez de equilíbrio termodinâmico de fases. Sendo assim, o entendimento da liofilização está relacionado às questões estruturais, como as transições vítreas e os fenômenos reológicos (RENARD et al., 2016).

Um sistema de liofilização é constituído basicamente de uma câmara a vácuo, um condensador, um compressor e a bomba de vácuo, como são apresentados na Figura 4. O condensador, em forma de serpentinas, condensa o vapor liberado pelo alimento,

transformando-o em gelo e a bomba de vácuo remove vapores não condensáveis. O congelamento inicial do material geralmente é conduzido de forma independente do liofilizador propriamente dito, sendo o material já congelado introduzido diretamente na câmara de vácuo. Três estágios distintos caracterizam o processo de liofilização: o estágio de congelamento, o estágio de secagem primária e o estágio de secagem secundária. A liofilização é o mais nobre processo conhecido de conservação de produtos biológicos, porque reúne os dois métodos mais fiáveis de conservação, a congelação e a desidratação (RENARD et al., 2016).



Fonte: Vital; Luz; Lima, 2003.

No processo de liofilização, a água congelada sólida passa diretamente para o estado gasoso (sublimação). Os liofilizadores em geral congelam os alimentos a uma temperatura de até  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , e em seguida, com o aumento gradativo da temperatura, a água congelada é retirada na forma de vapor. Devido ao alto custo da operação, só é aplicada em produtos especiais, tais como: café solúvel, produtos dietéticos, alguns alimentos infantis, camarão, sopas, peixes, medicamentos ou outro produto de interesse. A operação de congelamento e secagem (liofilização) dos produtos alimentícios adequadamente embalados pode ser armazenada por tempo ilimitado, mantendo suas características físicas, químicas, biológicas e propriedades sensoriais do produto “*in natura*”. Alterações de qualidade devidas às ações das enzimas e microbiológica são também reduzidas; contudo, a oxidação de lipídeos pode ocorrer mesmo em níveis muito baixos de umidade durante o processo de secagem dos alimentos. A utilização de embalagens com barreiras ao oxigênio pode controlar essa oxidação (JUN e IRUDAYARAJ, 2009).

Além de utilizada no processo de secagem, a liofilização também pode ser utilizada como método de encapsulação de um material ativo. O processo é relativamente simples, visto que é realizada apenas a secagem de uma emulsão do núcleo no material de parede. A liofilização é uma técnica de microencapsulação adequada para compostos bioativos sensíveis presentes em soluções aquosas, haja vista que as substâncias não são expostas a altas temperaturas como na técnica de secagem por *spray*. A liofilização pode ser mais simples comparada a outras técnicas de microencapsulação, como, por exemplo, a coacervação, extração com solvente, precipitação de fluido supercrítico em que se empregam várias etapas durante o processo (POLAK e PITOMBO, 2011).

Os materiais de revestimento ou carreador têm um papel importante no processo de encapsulação, pois podem influenciar a eficiência de encapsulação e nas propriedades físico-químicas, que impactam na estabilidade dos pós liofilizados. Materiais de parede ou encapsulantes circundam os materiais do núcleo ativo durante o processo de microencapsulação. Os agentes encapsulantes podem ser selecionados a partir de vários tipos de materiais naturais ou sintéticos, como maltodextrinas, amidos modificados, proteínas, dextrinas e outros. Esses materiais são adequados para microencapsulação, devido à capacidade de formação de filmes, viscosidade e resistência ao trato gastrointestinal, conteúdo sólido, biodegradabilidade, segurança e baixo preço. Os materiais de revestimento mais comuns para encapsulamento por liofilização são as maltodextrinas (PUDZIUVELYTE et al., 2020).

## **2.6 O mercado nacional de bebidas**

O consumo de bebida é conveniente e amplamente aceito pela saciedade. Algumas também têm a capacidade de fornecer aos consumidores energia e nutrientes. As bebidas são comumente produzidas por meio de uma vasta variedade de matérias-primas de origem vegetal e animal, incluindo frutas, vegetais e cereais (BOLARINWA, 2018).

Várias bebidas vegetais fabricadas a partir de sucos e vegetais de frutas, e outros ingredientes naturais são populares, vendido e consumido em todo o mundo. A demanda por essas bebidas é amplamente baseada em sua nutrição valor, sabor, aroma e cor. Bebidas alcólicas fermentadas e bebidas não alcólicas produzidas a partir de cereais grãos ou frutas também são consumidas globalmente. Bebidas não alcólicas



são classificadas como estimulantes e refrescantes, embora o constituinte principal seja a água (BOLARINWA, 2018).

O setor de bebidas não alcoólicas tem apresentado constante crescimento em todo o mundo, devido, em grande parte, à busca pelo consumo de alimentos mais saudáveis. No Brasil, entre os anos de 2010 e 2017, as bebidas não alcoólicas nitidamente ganharam espaço, apresentando um consumo per capita de 146,84 L em 2017. Dentre as bebidas não alcoólicas, ganham destaque as bebidas à base de frutas e bebidas à base de extratos vegetais: soja, chás, águas e isotônicos; a indústria de bebidas tem despertado interesse por esse comportamento, objetivando desenvolver novos tipos de produtos, com diferentes sabores e nichos de mercado, além de melhorar a sua qualidade e popularizar sua utilização (ABIR, 2020).

### **2.6.1 Bebidas à base de soja**

A soja (*Glycine max* L.), uma fabácea considerada uma das fontes mais ricas e baratas de proteínas vegetais cultivada e prontamente disponível nos países em desenvolvimento (LIU; CHANG, 2012). É utilizada de várias formas em muitas partes do mundo. As dietas das pessoas em muitos países em desenvolvimento compreendem principalmente raízes amiláceas, cereais e poucas leguminosas. Soja e seus produtos derivados serviram recentemente como uma fonte importante de proteína na dieta de milhões de pessoas nos países em desenvolvimento. O chamado “leite” de soja, um extrato aquoso de soja integral é rico em proteínas hidrossolúveis, carboidratos e lipídeos (BOLARINWA, 2018). Segundo a ABIR (2020), em 2017, a produção de bebidas à base de soja no Brasil girou em torno de 123 mil litros, e o consumo per capita foi de cerca de 60 mL.

A soja é rica em proteínas, micronutrientes, fitoquímicos e peptídeos com baixo peso molecular, oligossacarídeos e ácidos graxos poli-insaturados, que auxiliam na redução de riscos de doenças crônicas não transmissíveis. Também constitui boa fonte de ferro, potássio, magnésio, zinco, cobre fósforo, manganês e vitaminas do complexo B. As isoflavonas presentes na soja são componentes importantes no combate ao câncer por apresentarem atividade antioxidante, aumento da apoptose, inibição da angiogênese e modulação da resposta imune (CARVALHO et al., 2017; LIMA et al., 2017; MESSINA, 2016; TACO, 2011).

O extrato hidrossolúvel de soja é considerado uma opção de alimento para pessoas que apresentam intolerância à lactose, além de ser livre de colesterol. O extrato

de soja é o produto obtido a partir da emulsão aquosa resultante da hidratação dos grãos de soja, convenientemente limpos, seguido de processamento tecnológico adequado, adicionado ou não de ingredientes opcionais permitidos, podendo ser submetido à desidratação, total ou parcial (BRASIL, 2005).

Apesar do grande potencial do extrato à base de soja, o produto apresenta baixa aceitação devido ao sabor e aroma desagradáveis ao paladar dos brasileiros. Para minimizar, esse fator, a indústria brasileira tem feito uso de novas tecnologias na obtenção do produto com melhor qualidade sensorial. A criação de novos produtos comerciais à base de extrato hidrossolúvel em combinação com sucos de frutas tem obtido êxito no mercado, indicando que os consumidores brasileiros estão mudando suas atitudes em relação aos produtos à base de soja (DOTTO et al., 2015).

Pelo fato de ser um produto rico em nutrientes e compostos funcionais, os produtos à base de soja são extremamente procurados por consumidores com alguma restrição a alimentos de origem animal ou por algum motivo ou convicção restringem alimentos, de forma parcial ou momentânea, o consumo de alimentos e/ou ingredientes de origem animal; sendo muito utilizada no veganismo e no vegetarianismo, por exemplo (MESSINA, 2016).

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Obtenção do material vegetal

Os frutos de pitaia foram provenientes do pomar do setor de fruticultura, localizado nas seguintes coordenadas geográficas: 21°13'45.3"S e 44°58'53.8"W no Departamento de Agricultura da Universidade Federal de Lavras. Esses frutos foram utilizados em pesquisas na instituição e os subprodutos, como as cascas, que seriam descartados foram reaproveitados. As cascas foram higienizadas com solução clorada a 200 ppm por um período de 10-15 min e lavadas em água corrente. As pontas esverdeadas das brácteas, sujidades e demais deformidades que não estavam de acordo com o padrão foram retiradas das cascas com uma faca. As cascas foram armazenadas ao abrigo da luz em congelador a -18 °C até o momento da sua utilização, conforme ilustrado na Figura 5.

Figura 5 - Acondicionamento das cascas de pitaias.



Fonte: do autor (2021).

##### 3.1.1 Caracterização da casca de pitaia quanto à cor e umidade

O teor de umidade (%) foi determinado por análise gravimétrica (estufa de convecção por gravidade Precision 18, GCA Corporation, IL, EUA) em 105 °C, até que um peso constante fosse alcançado (método 943.03, AOAC, 2012). As cores da casca foram analisadas por meio da escala da Comissão Internacional de Iluminação (CIELAB) usando um colorímetro Konica Minolta Spectrophotometer CM-5.

### 3.2 Produção dos extratos ricos em betalaínas

A produção do extrato hidroalcolólico rico em betalaínas foi realizada segundo a metodologia de Drunkler et al., (2006), e utilizado por Vargas-Campos (2018), com adaptações, pela técnica de maceração. As cascas foram maceradas em solução hidroalcolólica – sendo 10% de álcool 92,8% – pelo período de 24 h, sob temperatura de refrigeração (5 °C) e ao abrigo de luz e agitação manual frequente-. A proporção de casca para solução hidroalcolólica foi de 1:3 (p/v). Após o período de maceração, foi realizada a filtração a vácuo usando tecidos de organza e papel-filtro Whatman nº 1. Foram adicionados ao extrato 0,5% de solução de sorbato de potássio a 5% (p/v) com o objetivo de prevenir o desenvolvimento de fungos. O extrato obtido foi armazenado em frasco âmbar, sob refrigeração a  $5 \pm 1$  °C.

#### 3.2.1 Análises físico-químicas do extrato rico em betalaínas

Assim como as análises de cor, as análises físico-químicas ocorreram em três momentos: após o preparo dos extratos ricos em betalaínas, após a formação das micropartículas contendo o corante e durante o armazenamento do suco com o corante. O extrato rico em betalaínas foi avaliado quanto ao pH e acidez titulável. A análise de pH foi realizada com um medidor digital de pH modelo R-TEC-7-MP (Tecnal<sup>®</sup>, Piracicaba-SP, Brasil), após a calibração do aparelho com soluções tampão de pH 4,00 e 7,00. A acidez titulável (AT) foi determinada por meio de titulação com solução de NaOH a 0,1N e indicador fenolftaleína, e expressa em g de ácido cítrico/100 g de polpa, conforme preconizado por AOAC (2012).

#### 3.2.2 Quantificação de betalaína nos extratos

A quantificação de betalaínas - representada exclusivamente na forma de betacianinas - foi realizada com o uso de um espectrofotômetro UV/visível espectrofotômetro GBC UV/VIS 918 (Shimadzu, Tokyo, Japão); em triplicata e por meio da metodologia descrita por Tang e Norziah (2007), na qual, a leitura é realizada a 536 nm e obtida a partir da Equação 1.

$$\text{Concentração de betalaína (CB) (mg/100g)} = \frac{A * DF * MM * 1000}{\epsilon * L} \quad (1)$$

Em que:  $A$  é a absorvância a 535 nm;  $DF$  é o fator de diluição;  $MM$  é a massa molecular da betanina ( $550 \text{ g mol}^{-1}$ );  $\varepsilon$  é o coeficiente de extinção molar da betanina, que é o principal componente das betalaínas da classe betacianinas ( $60.000 \text{ L mol cm}^{-1}$ ); e  $L$  é a largura do caminho ótico (1 cm). Os resultados foram expressos na forma de mg de betalaína por 100 g de casca de pitaia ( $\text{mg } 100 \text{ g}^{-1}$ ).

A quantificação de betalaínas foi realizada nos seguintes momentos: imediatamente após a obtenção dos extratos ricos em betalaínas, após produção das micropartículas e durante o processamento e armazenamento do extrato hidrossolúvel de soja já contendo o corante.

### 3.2.3 Coordenadas de cor

Foi realizada a análise para a obtenção das coordenadas de cor dos extratos ricos em betalaínas com um colorímetro portátil *Minolta* CR-200. As coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  foram obtidas por meio da escala da Comissão Internacional de Iluminação (CIELAB). Nesse sistema de representação de cor, os valores  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  descrevem a uniformidade da cor no espaço tridimensional em que os valores de ( $a^*$ ) correspondem à escala do verde ao vermelho ( $a^*$  negativo, verde;  $a^*$  positivo, vermelho) e os valores de ( $b^*$ ) correspondem à escala do azul ao amarelo ( $b^*$  negativo, azul;  $b^*$  positivo, amarelo). O ângulo Hue (H) é uma relação entre o ângulo formado entre  $a^*$  e  $b^*$ , indicando a saturação da cor do objeto (Equação 2). Pode variar de 0 a  $360^\circ$ , em que:  $0^\circ$  corresponde à cor vermelha,  $90^\circ$  ao amarelo,  $180^\circ$  ao verde e  $270^\circ$  ao azul. De acordo com o sistema CIELAB, se o ângulo estiver entre  $0^\circ$  e  $90^\circ$ , quanto mais próximo ao  $0^\circ$  mais vermelho, e quanto mais próximo ao  $90^\circ$ , mais amarelo.

$$h^* = \arctg \left( \frac{b^*}{a^*} \right) \quad (2)$$

### 3.3.4 Comportamento reológico

O comportamento reológico das soluções contendo o corante e os materiais de parede foi testado em triplicatas a  $20^\circ \text{C}$ . As viscosidades das emulsões foram determinadas usando um viscosímetro rotacional de cilindro concêntrico (Brookfield DVIII Ultra, Brookfield Engineering Laboratories, EUA). O spindle SC4-31 foi usado em uma rampa crescente. Os modelos de Lei de Newton (Equação 3), Lei da Potência

(Equação 4) e Herschel-Bulkley (Equação 5) foram ajustados aos dados de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para determinar o comportamento reológico das amostras (STEFFE, 1996).

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (3)$$

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (4)$$

$$\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n \quad (5)$$

Onde  $\tau$  é a tensão de cisalhamento em (Pa),  $\mu$  é a viscosidade (Pa·s),  $\dot{\gamma}$  é a taxa de deformação ( $s^{-1}$ ),  $k$  é o índice de consistência (Pa·s<sup>n</sup>),  $n$  é o índice de comportamento de fluxo (adimensional) e  $\tau_0$  é a tensão de cisalhamento inicial (*yield stress*).

### 3.4 Preparo das micropartículas por liofilização

Os extratos, associados aos agentes carreadores foram formulados como apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição das soluções de extrato com diferentes agentes carreadores

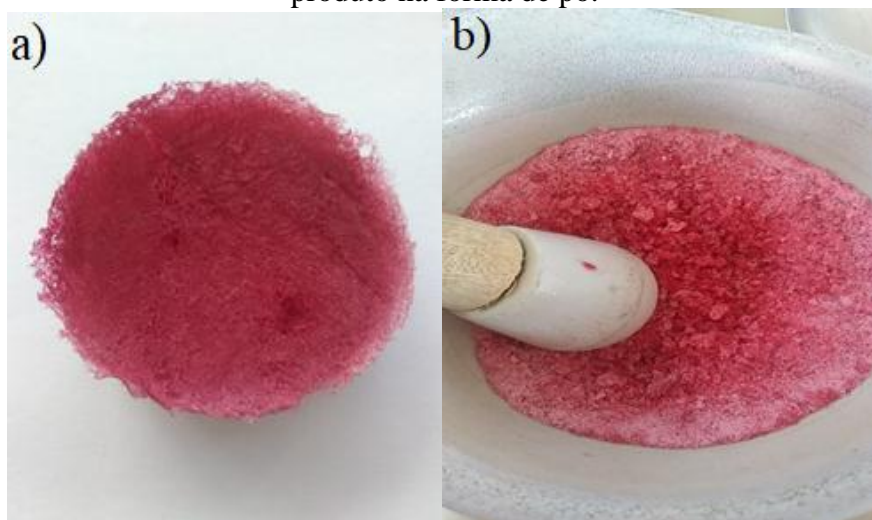
Formulação	Componente e concentração (p/v)
1 – EPL (controle)	Extrato puro liofilizado
2 - M10	EPL +Maltodextrina 10%
3 - M30	EPL + Maltodextrina 30 %
4 – M + P	EPL +Maltodextrina 7,5% + Proteína de soja 7,5%
5 – M + G	EPL + Maltodextrina 29,5% + goma xantana 0,5%

Após o preparo, as formulações contendo o extrato da casca de pitaita associadas aos diferentes agentes carreadores foram liofilizadas para a formação das micropartículas. As amostras foram congeladas a -75 °C em Ultra Freezer (modelo CL 120-86V) por 36 h e liofilizadas em um liofilizador (Edwards, modelo L4KR, Brasil) por 48 h.

O material seco foi triturado usando grau e pistilo, dando origem ao corante da casca de pitaita vermelha em forma de pó (Figura 6). O corante na forma de pó foi peneirado para a obtenção de um pó fino e de fácil aplicação.

O produto final foi armazenado em dessecador com sílica gel e ao abrigo de luz, até sua caracterização. Parte do processo pode ser observada na Figura 6.

Figura 6 – (a) Produto obtido imediatamente após a liofilização; (b) obtenção do produto na forma de pó.



Fonte: do autor (2021).

As micropartículas foram analisadas quanto a sua umidade, atividade de água ( $A_w$ ), densidade aparente, tamanho, rendimento e estrutura morfológica superficial. Além disso, foram realizadas análises de cor, molhabilidade, higroscopicidade, dispersibilidade e grau de caking. Os métodos utilizados foram descritos a seguir:

### 3.4.2 Umidade

O teor de umidade (%) foi determinado por análise gravimétrica (Forno de convecção por gravidade Precision 18, GCA Corporation, IL, EUA) a 105 °C até a amostra adquirir peso constante (método 943.03, AOAC, 2012).

### 3.4.3 Atividade de água

A determinação da atividade de água foi realizada pelo medidor de água livre (AQUALAB, Aqua LAB 4TEV, EUA), à 25 °C e calibrado com sílica a 0% UR.

### 3.4.4 Molhabilidade

A molhabilidade das microcápsulas foi determinada pelo método descrito por Fuchs et al. (2006). Um grama do pó foi polvilhado sobre a superfície de 100 mL de água destilado a temperatura ambiente sem agitação. O tempo necessário para as

microcápsulas sedimentarem ou submergirem e desaparecerem da superfície da água foi medido por meio de um cronômetro digital.

### 3.4.5 Higroscopicidade

A higroscopicidade foi determinada seguindo a metodologia de Goula e Adamopoulos (2010). 1 g do pó foi pesado e espalhado uniformemente sobre uma placa de Petri e, posteriormente, colocado em dessecador por 90 min sob condições de temperatura e umidade relativa de 24 °C e 75%, respectivamente, utilizando solução saturada de NaCl. A higroscopicidade foi expressa em porcentagem de água absorvida por grama de amostra.

### 3.4.6 Densidade aparente

A densidade aparente (DA, g cm<sup>3</sup>) foi calculada medindo o volume (V, cm<sup>3</sup>) de 5,0 g (m, g) de pó não compacto colocado em um cilindro graduado de 25 mL, como descrito pela Equação (6) (ACHOR, 2015).

$$\rho_a = \left( \frac{ms}{V_t} \right) \quad (6)$$

Em que:

$\rho_a$  - densidade aparente, g.mL<sup>-1</sup>

$ms$  - massa do sólido, g

$V_t$  - volume total, mL.

### 3.4.7 Solubilidade

A amostra (1 g) foi diluída em 100 mL de água destilada e a solução foi agitada por 3 min em um agitador magnético com velocidade de 2000 rpm. A solução foi transferida para tubo de Falcon 50 mL e centrifugada por 5 min a 3000 rpm. Uma alíquota de 25 mL foi transferida para uma placa de Peri previamente tarada e, posteriormente, submetida à secagem em estufa a 105 °C por 5h. O percentual de solubilidade foi calculado de acordo com a Equação 7, proposta por Cano Chauca et al. (2005).



$$\% \text{ Solubilidade} = \frac{(M_f \times 4) \times 100}{M_s} \quad (7)$$

Em que:  $M_f$  é o peso do sólido final,  $M_s$  é o peso da amostra em base seca.

### 3.4.8 Grau de caking

O pó submetido à análise de higroscopicidade foi retirado da placa de petri com uma espátula e colocado em peneira granulométrica de 35 mesh, previamente tarada e pesada. A peneira foi acoplada a um suporte e disposta em agitador de peneira por 5 min na vibração média cinco. O percentual de pó retido na peneira é considerado o grau de caking

### 3.4.9 Estrutura morfológica

A caracterização morfológica superficial das micropartículas foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Uma pequena porção de cada amostra foi fixada em suportes (*stub*), recoberta com ouro em um metalizador por 180 segundos para torná-las condutoras e examinadas usando um microscópio eletrônico de varredura (Carl Zeiss LEO EVO 40 XVP, Oberkochen, Germany) com uma voltagem de aceleração de 15 kV.

### 3.4.10. Tamanho da partícula

O tamanho das micropartículas foi medido a partir de imagens obtidas em microscopia eletrônica de varredura, por meio do software livre ImageJ<sup>®</sup> (licença livre), conforme descrito por Calvo e Santagapita (2016). O software foi calibrado para transformar os pixels medidos em unidade de comprimento ( $\mu\text{m}$ ).

### 3.4.11 Rendimento da encapsulação

O rendimento da encapsulação (RE) foi calculado seguindo a Equação 8, de acordo com García-Lucas et al. (2016):

$$RE (\%) = \frac{W_p - (X_{wb} \times W_p)}{V_s \times St} \times 100 \quad (8)$$

Em que:  $W_p$  é o peso do pó (g);  $X_{wb}$  é o teor de umidade dos pós em base úmida;  $V_s$  é o volume da amostra alimentado no secador; e  $St$  é o total de sólidos (g de matéria seca/L), determinado da seguinte forma:  $St = W_2 - W_1 / v$ ; Em que  $W_2$  é o

peso da cápsula com resíduo seco (g);  $W_1$  é o peso da cápsula (g); e  $V$  é o volume da amostra (mL).

#### 3.4.12 Retenção de betalaínas

A porcentagem de retenção de betalaínas (RB, %) nas micropartículas foi calculada da seguinte forma:

$$RB = \frac{C_t \cdot pó}{C_t \cdot solução} * 100 \quad (9)$$

Em que  $C_T$ . pó e  $C_T$ . solução correspondem à concentração total (em base seca) de betalaínas no pó e na solução anterior à secagem, respectivamente.

#### 3.4.13 FTIR

As análises de Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foram realizadas empregando um espectrômetro FT-IR Varian 600-IR com transformada de Fourier (FTIR), com acessório GladiATR da Pike Technologies acoplado para medidas por reflectância total atenuada (ATR) a 45° com cristal de seleneto de zinco. A faixa espectral analisada foi de 4.000 a 500  $\text{cm}^{-1}$ , resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  e 56 varreduras.

#### 3.4.14 Análise termogravimétrica (TGA/DTG)

As curvas referentes à análise termogravimétrica (TGA/DTG) foram obtidas por meio de analisador térmico (Shimadzu-DTG 60 H) nas seguintes condições: atmosfera inerte de nitrogênio com fluxo de 50  $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ; taxa de aquecimento de 10  $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ; faixa de temperatura de 25 a 500  $^{\circ}\text{C}$ . Utilizaram-se, aproximadamente, 5 mg de amostra para a realização das análises.

### 3.6 Aplicação das micropartículas contendo corantes em bebida de soja

As amostras de pó liofilizadas foram adicionadas diretamente à bebida de soja incolor com aroma e sabor de morango, produzida a partir de extrato de soja comercial. Em seguida, a solução foi agitada manualmente até dissolução completa. Para determinar a quantidade de micropartículas a serem utilizadas, o trabalho se baseou no estudo de Rodrigues et al. (2018). A bebida de soja sabor morango já contendo o corante da casca de pituaia foi submetido a testes de estabilidade das betalaínas durante armazenamento.

### **3.6.1 Teste de estabilidade**

A bebida contendo as micropartículas (EPL, M10, M30, M+G e M+P) foi armazenada por um período de 12 dias, à temperatura ambiente, 4 °C e a -18 °C, e analisada quanto ao teor de betalaínas, por análise em espectrofotômetro GBC UV/VIS 918 (Shimadzu, Tokyo, Japão) com leitura a 536 nm, em momentos distintos: tempo 0, 3, 6, 9 e 12. As análises foram realizadas em triplicata.

### **3.7 Análise estatística**

O experimento foi realizado segundo o delineamento inteiramente casualizado (DIC). Para detecção das diferenças entre tratamentos e o controle em função do tempo, foi utilizado o delineamento fatorial cruzado. Para todas as análises, foram realizadas nove observações, sendo três repetições e três replicatas. Todos os dados foram expressos como médias para melhor precisão dos resultados das análises.

A análise de variância (ANOVA) foi conduzida para observar a causa da variação nas médias dos dados experimentais. O teste de Tukey foi realizado ao nível de 5% de probabilidade. Para todos os resultados experimentais, as análises estatísticas foram obtidas utilizando o software SISVAR (FERREIRA, 2004).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Casca de pitaia: umidade e cor

Cerca de 20% do peso da pitaia vermelha é constituído de sua casca, que geralmente é descartada (YAH et al., 2008). Nesse trabalho, as cascas que seriam descartadas foram caracterizadas quanto a umidade e cor e os resultados são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Valores médios de umidade e parâmetros de cor da casca de pitaia.

Umidade	L*	a*	b*	C*	h°
88,8 ± 0,07	43,64 ± 0,42	41,21 ± 0,14	3,88 ± 0,21	41,48 ± 0,34	7,09 ± 0,09

As cascas do fruto apresentaram uma umidade média semelhante aos estudos de Abreu et al. (2012) e Jamilah et al. (2011), que estimaram que o teor de umidade da casca do fruto *in natura* se encontra entre 89,46 a 92,65%, indicando que a casca de pitaia vermelha apresenta muita água em sua composição. O teor de umidade de um alimento também está relacionado com a facilidade de deterioração, tornando essa análise importante para evidenciar que a casca de pitaia vermelha tem alta perecibilidade quando não são aplicados métodos de conservação adequados.

Os valores de (a\*) correspondem à escala do verde ao vermelho (a\* negativo, verde; a\* positivo, vermelho). Neste trabalho, o valor de a\* mostrou que a casca do fruto estava com tom avermelhado. O resultado deste parâmetro foi superior ao encontrado por Lian et al. (2015) que foi de 22,03. Os mesmos autores também encontraram os valores de 1.42 para o parâmetro b\*, pouco inferior ao encontrado neste trabalho (3.88), valores que mostram que as cascas dos frutos estavam com a coloração avermelhada, tendo em vista que o b\* indica a escala do azul ao amarelo (b\* negativo, azul; b\* positivo, amarelo).

Quanto a coloração da casca, observa-se para a luminosidade, cromaticidade, ângulo h° valores médios de 43,64; 41,48 e 41,09°, respectivamente. O parâmetro L\* indica o quão claro e quão escuro é o produto analisado (0: preto; 100: branco). Phebe et al. (2009) encontraram a média de 40,25 para os valores de claridade (L\*) da casca da espécie *H. polyrhizus* produzida na Malásia e Cordeiro et al. (2015) encontraram 42,41

para esse parâmetro. Ambos os resultados foram semelhantes ao encontrado neste experimento.

O parâmetro croma ( $C^*$ ) revela a intensidade da cor, ou seja, quanto maior seu valor, maior é a intensidade da cor percebida (PATHARE et al., 2013). Chik et al. (2011) encontraram valores de  $C^*$  igual a 40,0 e Cordeiro et al. (2015) encontraram o valor de 42,75 para esse parâmetro. Esses valores são inferiores ao encontrado no presente trabalho e indicam que as pitaias utilizadas neste experimento se apresentavam com as cores mais intensas.

O valor do ângulo Hue ( $h^\circ$ ) encontrado neste trabalho para a casca de pitaiia foi de  $7,09 \pm 0,09$ . De acordo com o sistema CIELAB, se o ângulo estiver entre  $0^\circ$  e  $90^\circ$ , quanto mais próximo ao  $0^\circ$  mais vermelho, e quanto mais próximo ao  $90^\circ$  mais amarelo. Chik et al. (2011) encontraram o parâmetro  $h^\circ$  de com a média de  $10,70^\circ$ ; já Cordeiro et al. (2015) encontraram a média de  $15,73$ , valores superiores aos encontrados no presente trabalho, comprovando que as cascas usadas neste trabalho apresentaram tonalidade mais avermelhada, o que é de interesse para a produção de corantes de betalaínas.

## 4.2 Extratos ricos em betalaínas

### 4.2.1. Análises físico-químicas e de cor

. Os resultados das análises do teor de betalaínas, pH, acidez titulável e sólidos solúveis estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Caracterização do extrato rico em betalaínas puro

Parâmetro	Médias $\pm$ desvio padrão
pH	$5,34 \pm 0,04$
Acidez titulável	$0,23 \pm 0,03$
Sólidos solúveis ( $^\circ$ Brix)	$5,31 \pm 0,08$
Betalaínas (mg/100g)	$67,32 \pm 0,01$
$L^*$	$38,47 \pm 0,12$
$a^*$	$31,35 \pm 0,06$
$b^*$	$1,47 \pm 0,02$
$C$	$31,35 \pm 0,01$
$h^\circ$	$14,38 \pm 0,17$

† Médias  $\pm$  desvio padrão de 9 observações (três repetições; três replicatas).

Muitos processos produtivos dependem de reações químicas que só ocorrem em determinados valores de pH (VIJAYAKYMAR e ADEDEJI, 2017). Neste trabalho, o

valor de pH dos extratos da casca de pitaia foi de  $5,34 \pm 0,04$ , sendo considerado um pH ácido. As betalaínas suportam uma ampla faixa de pH, de 3 a 7, conforme Cejudo-Bastante et al. (2014).

Os valores do teor de sólidos solúveis encontrados foram maiores e a acidez titulável foi menor, comparando os dados do presente trabalho com os obtidos por Cordeiro et al. (2015).

O extrato da casca de pitaia apresentou o teor de sólidos solúveis de 5,31. A análise da quantidade de Sólidos Solúveis Totais (SST) por meio da refratometria na escala °Brix constitui um método aceito pela comunidade acadêmica. Portanto, conforme descrito por Moraes (2006), o teor de sólidos solúveis representa o conteúdo de açúcares, principalmente glicose, frutose e sacarose, ácidos orgânicos e outros constituintes menores, apresentando uma relação direta com o grau de doçura do produto, seja ele vegetal, seja animal.

Quanto à cor, além de grau de maturação do fruto influenciar na coloração do extrato (CHANG; HSIEH; JIANG, 2016), outros fatores, tais como, a espécie de pitaia, proporção sólido/solvente, temperatura e duração da extração (ALVES et al. 2018) e teor de betalaínas também podem contribuir para a coloração observada. O extrato no presente trabalho apresentou a coloração semelhante a encontrada por Rebouças (2019). Ao serem analisados, de forma geral, os dados mostraram que a cor vermelha foi predominante, conforme pode ser observado na Figura 7.

Figura 7 – Extrato da casca de pitaia.



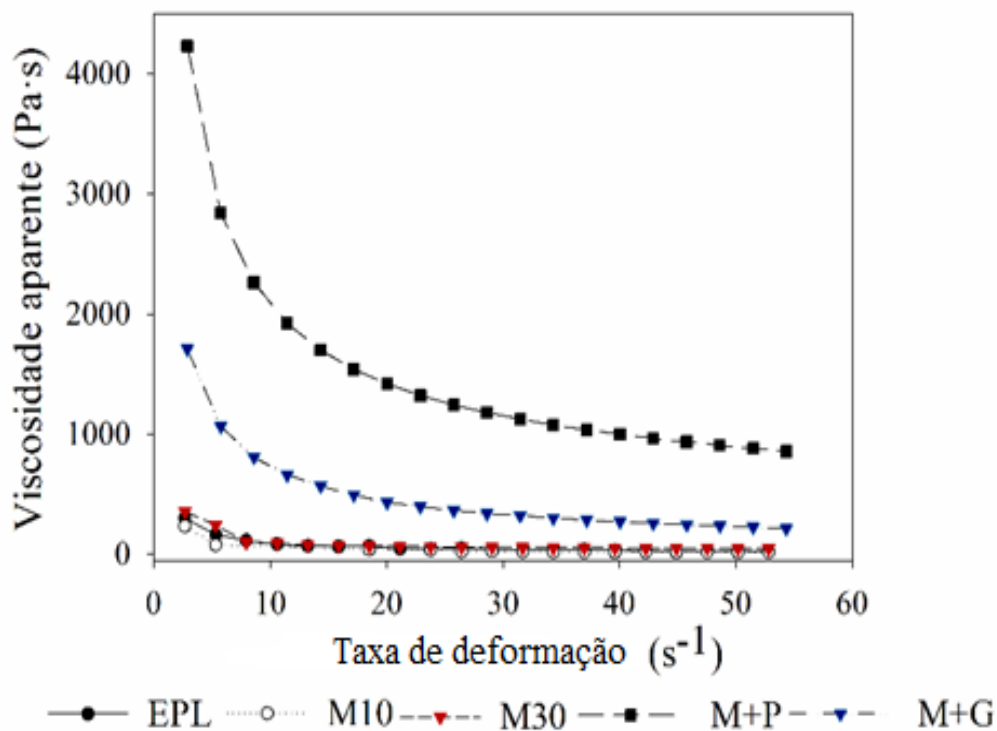
**Fonte: Do autor (2021).**

#### 4.2.1 Comportamento reológico

O conhecimento do comportamento reológico de um fluido é importante, visto que são dependentes desse fator variáveis de processo, como: a determinação da velocidade média, vazões e potência de equipamentos (LIVI, 2004). A viscosidade do líquido é uma das características que influenciam nas características das micropartículas. Por isso, tem-se essa análise como fundamental para melhor conhecimento do produto que irá se transformar em micropartículas.

O comportamento reológico do extrato foi avaliado pela da determinação da viscosidade aparente em função da taxa de deformação (Figura 8). A hipótese é avaliar uma possível relação entre as propriedades reológicas dos extratos com a morfologia e o tamanho das partículas. A viscosidade aparente em função da taxa de deformação das soluções contendo as formulações EPL, M10, M30, M+G e M+P estão mostradas na Figura 8.

Figura 8 – Viscosidade aparente em função da taxa de deformação das soluções antes de serem liofilizadas.



Fonte: Do autor (2021).

O modelo que melhor se ajustou aos dados para todos os tratamentos foi o modelo Lei da Potência, em que resultou em maiores valores dos coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e menores valores da raiz quadrada do erro do quadrado médio (RMSE).

Os parâmetros da Lei da Potência estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Parâmetros do modelo Lei da Potência para todas as soluções de extratos testadas.

<b>Tratamentos</b>	<b><math>K</math> (Pa·s<sup>n</sup>)</b>	<b><math>n</math> (-)</b>	<b>RMSE</b>	<b><math>R^2</math></b>
EPL	0,6654	0,4539	1,0494	0,9970
M10	3,8237	0,1823	0,8654	0,7751
M30	3,087	0,515	1,9259	0,9128
M+G	36,9917	0,2894	0,9564	0,9988
M+P	68,8155	0,4766	3,1401	0,9994

Pelos valores exibidos na Tabela 3 verificou-se que os maiores valores para os índices de consistência são para os tratamentos M + P e M + G, respectivamente. O índice de consistência é um indicador de soluções que apresentam viscosidades altas; quanto maior o valor de  $k$ , mais viscoso é o fluido em questão, Observa-se que a solução M+P apresentou maior viscosidade seguida da solução M+G. EPL, M10 e M30 mostraram comportamentos semelhantes entre si em relação aos baixos valores da viscosidade aparente em função da taxa de deformação. Essa variação da viscosidade entre as diferentes formulações ocorre devido à influência das propriedades dos materiais de parede, que conferem a capacidade de aumentar a viscosidade.

O valor do índice de comportamento de fluxo menor que ( $n < 1$ ) indica que todas as formulações apresentaram comportamento não newtoniano, sendo caracterizadas como pseudoplásticas e também foi possível observar que não há linearidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação o que é característico dos fluidos com este comportamento (OLIVEIRA, 2014; DERTLI et al., 2016).

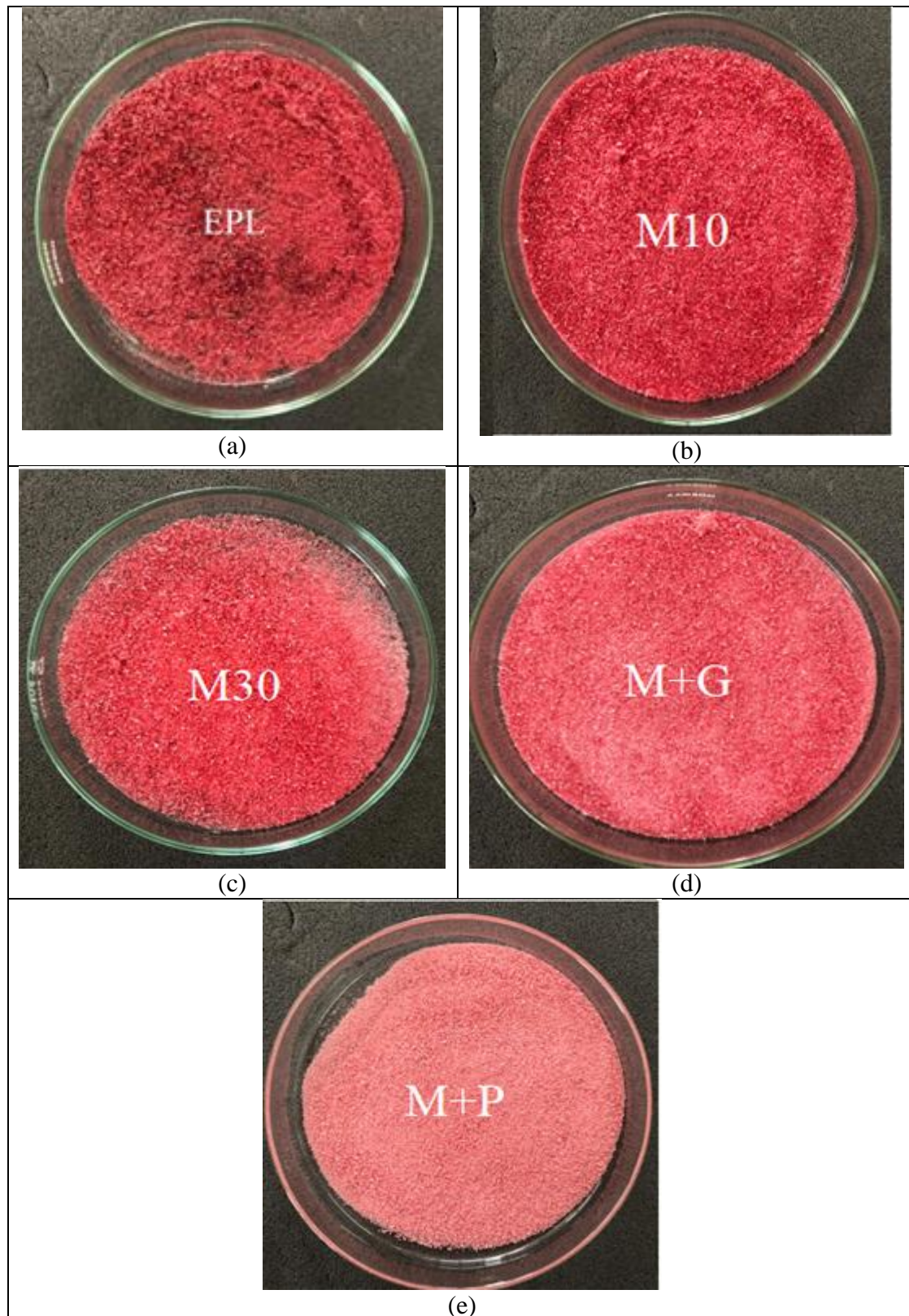
A redução da viscosidade com o aumento da taxa de deformação ocorre pelo fato de que as moléculas em solução, quando em repouso, estão desordenadas e, em consequência da tensão aplicada, começam a se ordenar. Dessa forma, quanto maior a tensão aplicada, maior é a ordenação e, conseqüentemente, menor é a viscosidade aparente (STEFFE, 1996).



#### 4.4 Micropartículas

Os pós das diferentes formulações contendo o extrato rico em betalaínas da casca de pitaia produzidos podem ser observados na Figura 9.

Figura 9 – Formulações contendo extrato com agentes carreadores



As quatro formulações de extrato associado aos agentes carreadores podem ser comparadas com a formulação-controle, contendo apenas o extrato puro liofilizado (EPL).

No caso de alimentos na forma de pó desidratados, várias propriedades influenciam nas características gerais de reconstituição. Sendo assim, após sua produção, os pós foram caracterizados quanto ao rendimento, umidade, atividade de água ( $A_w$ ), molhabilidade, densidade aparente, solubilidade, grau de caking, teor de betalaínas e cor. Os resultados são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Caracterização das micropartículas produzidas com as diferentes formulações

	<b>EPL</b>	<b>M10%</b>	<b>M30%</b>	<b>M+G</b>	<b>M+P</b>
Rendimento (%)	29,73±0,01 <sup>e</sup>	61,63±0,11 <sup>a</sup>	56,78±0,05 <sup>d</sup>	58,37±0,04 <sup>c</sup>	62,64±0,01 <sup>a</sup>
Umidade (%)	6,76±0,13 <sup>a</sup>	1,98±0,04 <sup>e</sup>	2,31±0,07 <sup>d</sup>	2,67±0,04 <sup>c</sup>	2,14±0,06 <sup>b</sup>
Aw	0,34±0,01 <sup>a</sup>	0,27±0,02 <sup>d</sup>	0,29±0,01 <sup>c</sup>	0,31±0,01 <sup>b</sup>	0,28±0,01 <sup>b</sup>
Molhabilidade (segundos)	24±0,60 <sup>a</sup>	8±0,50 <sup>c</sup>	9±0,60 <sup>c</sup>	18±0,60 <sup>b</sup>	5±1,05 <sup>d</sup>
Densidade aparente	0,71±0,00 <sup>a</sup>	0,38±0,05 <sup>c</sup>	0,35±0,03 <sup>b</sup>	0,56±0,05 <sup>d</sup>	0,36±0,05 <sup>a</sup>
Higroscopicidade (%)	24,73±0,00 <sup>e</sup>	9,82±0,01 <sup>c</sup>	5,26±0,03 <sup>a</sup>	8,74±0,00 <sup>b</sup>	7,46±0,00 <sup>b</sup>
Grau de caking (%)	66,43±0,02 <sup>a</sup>	54,92±0,02 <sup>b</sup>	52,36±0,02 <sup>d</sup>	57,04±0,03 <sup>a</sup>	57,73±0,02 <sup>a</sup>
Solubilidade (%)	77,94±0,04 <sup>e</sup>	84,11±0,05 <sup>b</sup>	84,34±0,03 <sup>b</sup>	81,37±0,04 <sup>d</sup>	88,34±0,05 <sup>a</sup>
Betalaínas (mg/100 g)	62,05±0,56 <sup>a</sup>	51,32±0,49 <sup>d</sup>	52,43±0,43 <sup>c</sup>	55,52±0,29 <sup>b</sup>	47,85±0,48 <sup>e</sup>
Retenção de betalaínas	92,09±3,72 <sup>a</sup>	77,88±3,38 <sup>c</sup>	76,20±1,47 <sup>d</sup>	82,47±1,17 <sup>b</sup>	71,07±1,21 <sup>e</sup>
L*	60,6±1,37 <sup>e</sup>	68,3±0,84 <sup>d</sup>	65,4±2,10 <sup>c</sup>	70,9±0,77 <sup>b</sup>	77,3±0,72 <sup>a</sup>
a*	49,8±1,32 <sup>a</sup>	43,0±1,19 <sup>c</sup>	44,8±1,04 <sup>b</sup>	42,5±1,17 <sup>c</sup>	36,3±0,88 <sup>b</sup>
b*	8,6±1,88 <sup>a</sup>	6,1±1,69 <sup>b</sup>	5,7±2,23 <sup>b</sup>	4,8±0,88 <sup>b</sup>	4,7±1,57 <sup>b</sup>
C*	50,6±1,31 <sup>a</sup>	43,4±1,03 <sup>c</sup>	45,2±1,05 <sup>b</sup>	42,7±1,18 <sup>c</sup>	36,6±1,35 <sup>d</sup>
H	4,6±0,36 <sup>e</sup>	12,1±0,51 <sup>c</sup>	13,1±0,37 <sup>b</sup>	7,0±0,37 <sup>d</sup>	21,7±0,75 <sup>a</sup>

† Médias ± desvio padrão de 9 observações (três repetições; três replicatas);

<sup>a-e</sup> Médias na mesma linha seguidas por letras iguais não diferem entre si ao nível de 5 % de significância pelo teste de Tuckey;

Sendo  $A_w$ : atividade de água; L\*: luminosidade (em escala de 0 a 100); a\*: a variação do verde ao vermelho; b\*: variação do azul ao amarelo; C\*: croma que representa o grau de concentração ou pureza da cor e o H: tonalidade das cores.

O rendimento do pó obtido no processo de microencapsulação, calculado como a razão entre o conteúdo sólidos totais no pó resultante e o conteúdo de sólidos totais na mistura de alimentação (Tonon, Brabet, e Hubinger, 2008), foi maior nas formulações que receberam agentes carreadores, principalmente os tratamentos M+P e M10; ambos são mais que o dobro de rendimento quando comparados à formulação EPL.

Em geral, um pó para ser considerado bom deve ter baixa umidade, higroscopicidade e grau de caking, além de alta solubilidade (BHUSARI; MUZAFFAR; KUMAR et al., 2014). A umidade presente em pós é um aspecto de extrema relevância pela sua capacidade de influenciar na fluidez, pegajosidade e estabilidade ao longo do armazenamento. A umidade influencia no comportamento da transição vítrea e cristalização (BAZARIA; KUMAR, 2016). A umidade dos pós obtidos no presente trabalho foi maior na formulação controle, seguida da formulação M+P; ao passo que as formulações M+G, M10, e principalmente a M30, apresentaram-se com valores menores. Assume-se que a faixa ideal para a umidade em pós seja abaixo de 5%. Valores nessa faixa tendem a aumentar a vida útil do pó e aumentar sua estabilidade (REID e FENNEMA 2007). Diante disso, a formulação EPL foi a única que se apresentou fora da faixa ideal, sugerindo que sua estabilidade seja mais baixa. Considerando o teor de umidade, a formulação M30 apresentou o melhor resultado se apresentando dentro da faixa ótima. A formulação M+P apresentou maior teor de umidade, quando comparado às demais formulações justificadas pela capacidade das proteínas de manterem moléculas de água presas nas partículas, Couto et al. (2013).

A  $A_w$  é outro parâmetro importante para avaliar a estabilidade química, microbiológica e vida comercial dos produtos alimentícios, visto que é uma medida do grau em que a água está ligada ao alimento e está indisponível para a atividade química e microbiológica (RAHMAN; LABUZA, 2007). Valores altos de atividade de água são favoráveis à deterioração por bactérias e fungos, por esse motivo, é interessante a transformação do extrato líquido em pó, a fim de diminuir sua atividade de água e aumentar sua vida de prateleira (HÚNGARO et al. 2014). No presente estudo, encontrou-se maior atividade de água na formulação controle (EPL), seguido das formulações M+G, M10, M+P e M30 respectivamente, indicando um menor valor de atividade de água nas formulações com os agentes carreadores. Todas as formulações, incluindo a controle apresentaram  $A_w$  menor do que a encontrada em micropartículas das cascas de pitaiá obtidas por Utpott et al. (2019), que foi de  $0,41 \pm 0,05$ . Os valores do presente trabalho foram semelhantes aos encontrados por Vargas-Campos et al (2018) que ficaram entre 0,24 e 0,31.

Também conhecida como umectabilidade, a molhabilidade é a capacidade de as partículas de pó de absorverem água em sua superfície (VISSOTTO et al., 2006). Partículas menores tendem a formar uma superfície viscosa, dificultando a dispersão do pó (ZOTARELLI, 2014). A molhabilidade é um fator muito importante para o estudo

de microencapsulados, pois é esse parâmetro que indica o tempo de reconstituição dessa microcápsula em água (CHEGINI E GHOBADIAN, 2007). Neste estudo, o resultado encontrado para molhabilidade mostrou que as micropartículas de EPL demoraram muito mais tempo para sua completa dissolução em água. O maior tamanho de partícula, que aumenta a densidade das partículas e dificulta sua molhabilidade justifica a observação. Assim como a formulação EPL, a M+G também teve a molhabilidade mais tardia, quando comparada às outras formulações. A M10 e a M30 tiveram a molhabilidade aferidas em 9 e 8 segundos respectivamente, não havendo diferença estatística entre as duas formulações. Ao contrário, a formulação M+P se destacou positivamente, apresentando um tempo de molhabilidade de 5 segundos, tornando um pó interessante nesse aspecto.

As partículas que apresentaram maior tempo de molhabilidade - EPL e M+G -, também apresentaram maior densidade aparente, que também está relacionada com a umidade do pó. Isto está de acordo com informação de Tosoni e Rodrigues (2013), que relataram que o aumento da umidade proporciona o aumento da densidade, uma vez que a umidade funciona como facilitador da junção das partículas de sólido e quando estas se juntam o ar presente entre elas é eliminado, aumentando a quantidade de massa por unidade de área, e assim, a densidade do pó. Neste trabalho, as formulações EPL e M+G resultaram em maior densidade aparente, ao passo que M10, M+P e M30 resultaram valores menores.

O grau de caking se refere à agregação de partículas, que transforma um pó fluido em um sólido coeso. A quantidade de material endurecido pode variar de grandes pedaços, que facilmente se desmancham ou de fusão irreversível das partículas que voltam ao seu estado original (ZAFAR et al., 2017). O valor do grau de caking está relacionado com a higroscopicidade, quanto maior o grau de caking, maior é a higroscopicidade (BHUSARI; MUZAFFAR; KUMAR et al., 2014). A formulação EPL apresentou um alto grau de caking, sugerindo que ela apresenta maior higroscopicidade; por outro lado, a M10 foi apontada pelos dados como sendo a com menor grau de caking, sugerindo menor higroscopicidade, seguido da M+P. As amostras M30 e M+G não diferiram estatisticamente entre si.

A solubilidade é a etapa final da dissolução do pó e é considerada a característica determinante da qualidade geral da reconstituição de um ingrediente no momento de aplicação na matriz alimentícia (KOÇ et al., 2014). Neste trabalho, foi observado que a formulação M+P apresentou boa solubilidade, seguida das formulações

M30, M10, M+G e EPL, respectivamente. O EPL apresentou difícil solubilidade, ratificando os demais resultados e evidenciando a importância da utilização de agentes carreadores para se obter micropartículas de betalaínas. Existem relatos que mostram que agentes carreadores constituídos por proteínas tendem a aumentar a solubilidade da partícula (KOÇ et al. 2014). Por este motivo, pode-se observar um melhor comportamento da formulação M+P na reconstituição do pó.

Todas essas características estão intimamente relacionadas ao tamanho da partícula, densidade, porosidade, carga superficial, área superficial e morfologia das partículas no produto final do pó (KWAPIŃSKA e ZBICIŃSKI, 2005). Comparando estes mecanismos de comportamento dos pós, as diferenças observadas quanto ao EPL deve-se à ausência dos agentes carreadores, visto que eles agem aumentando o peso molecular, aumentam a temperatura de transição vítrea do material durante a liofilização, evitando a formação de características inconvenientes, como aglomeração e cristalização, que o torna importante especialmente no caso de produtos ricos em açúcares (TONON; BRABET; HUBINGER, 2010).

A incorporação dos agentes carreadores mostrou sua importância, produzindo pós com características mais apropriadas para serem utilizados como corantes. O material de revestimento é um fator importante no processo de microencapsulação, pois está relacionado à eficiência do processo. O tipo de material de revestimento pode afetar as características físicas e químicas do produto final. Todas as formulações receberam a maltodextrina em sua constituição. A maltodextrina é um material de revestimento comum que tem alta solubilidade em água, é barato e pode proteger o material do núcleo da oxidação (PUTRI et al. 2020).

A higroscopicidade obtida neste estudo foi maior no tratamento controle. Acredita-se que a alta higroscopicidade da formulação EPL está relacionada com açúcares de baixo peso molecular e ácidos orgânicos com baixa temperatura de transição vítrea e teor de umidade, caracterizando-os com higroscopicidade alta (KUCK e NOREÑA, 2016).

De acordo com a classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2005), os pós de todos os tratamentos, exceto o EPL, podem ser classificados como de baixa higroscopicidade. Os agentes carreadores serviram para aumentar o peso molecular das amostras, ajudando a formar pós com menor higroscopicidade.

A formulação com melhor resultado de higroscopicidade foi a M30, confirmando que a maltodextrina é um excelente agente carreador. O uso combinado de

maltodextrina com outros materiais pode potencializar as propriedades das cápsulas formadas (PAIM et al., 2016). Tonon et al. (2009) também confirmaram esta afirmação quando avaliaram o efeito de diferentes agentes carreadores (goma arábica, maltodextrina e fécula de mandioca) na secagem de suco de açaí. Os autores relataram pós menos higroscópicos com o aumento da concentração de maltodextrina (30%), confirmando sua eficiência como agente carreador

Conforme também pode ser observado, o tratamento controle (EPL), apesar de não apresentar boas características de reconstituição, foi o que exibiu maior retenção de betalaínas. Uma possível justificativa seria a alta concentração aparente do EPL. Em seguida, as formulações M+G, M30, M10 e M+P foram as que obtiveram melhores resultados. Todos os dados se diferiram entre si estatisticamente. Uma boa retenção do princípio ativo é fundamental no processo de obtenção de micropartículas, o processo deve ocorrer com o mínimo de perda possível. No presente trabalho, todas as formulações obtiveram um percentual de retenção maior que 70%, mostrando que a liofilização não ocasionou grandes perdas do pigmento. A determinação da quantidade de betalaínas retidas nas microcápsulas permite verificar a eficiência do processo de encapsulação.

Apesar de a análise de betalaínas já indicar indiretamente a coloração próxima das micropartículas, nesse trabalho também foi verificada a cor do produto pelo sistema CIELAB. O teor de betalaínas está relacionada com a cor das micropartículas. Micropartículas contendo proteínas (M+P) exibiram uma coloração avermelhada, porém um pouco mais clara que as demais. Por outro lado, as formulações EPL e M+G apresentaram-se com coloração vermelha mais escura. Esta percepção foi confirmada ao se realizar a análise de cor e de betalaínas. Em relação ao parâmetro  $L^*$ , Vargas-Campos et al. (2018) encontraram o valor de 63,59 para micropartículas de betalaínas com amido succinilado, semelhante aos valores de 65,4 e 60,6 para M30 e EPL, porém para estas mesmas micropartículas obtiveram valores menores de  $C^*$  do que todas as formulações o presente trabalho, sugerindo que este último apresentou maior intensidade nas colorações. Já em relação ao  $H^\circ$ , os mesmos autores encontraram o valor de 8,08, que foi similar aos valores encontrados na formulação M+G (7,0).

Ao realizar-se uma comparação qualitativa com micropartículas de betalaínas extraídas da casca de beterraba, percebe-se que os pós ficaram com um aspecto mais avermelhado no presente trabalho, ao passo que as micropartículas produzidas da beterraba exibem-se de forma mais rósea. Acredita-se que a coloração das

micropartículas possa ser influenciada de várias formas, como os reagentes utilizados na extração, a matéria-prima, e a técnica de secagem. A cor é um atributo que influencia de forma decisiva na preferência do consumidor ao adquirir determinado produto alimentício. Essa característica sensorial, embora subjetiva, induz a uma sensação global resultante de outros aspectos como o aroma, sabor e textura dos alimentos (CONSTANT, STRINGHETA e SANDI, 2002).

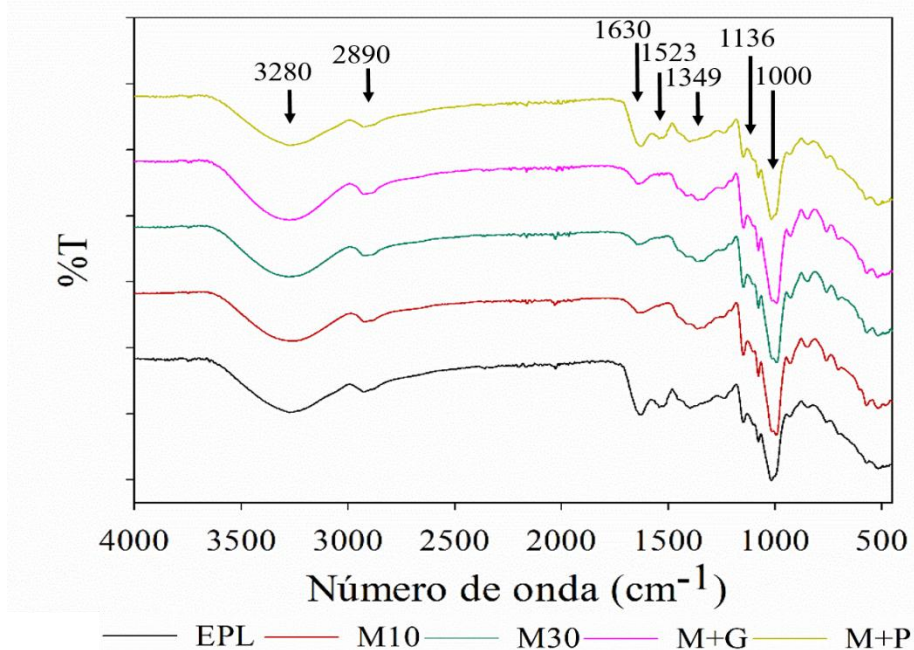
#### 4.5 FTIR

A análise de FTIR é uma técnica que permite avaliar qualitativamente a encapsulação e o carregamento de compostos bioativos, por meio da identificação de grupos funcionais importantes apresentados em bandas de absorção espectral (FERNANDES et al., 2016)

Para reconhecimento das ligações e dos grupos químicos específicos dos componentes das formulações, realizou-se a espectrometria por infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), que é uma técnica versátil e rápida utilizada na identificação, caracterização e quantificação de diversos compostos moleculares. Sua aplicação está definida de acordo com a região espectral a ser analisada (COUGO, 2017).

A Figura 10 apresenta os espectros de infravermelho das formulações EPL, M10, M30, M+G e M+P.

Figura 10 – Espectros FTIR das formulações



Foi possível identificar as bandas referentes às ligações químicas presentes nas estruturas de cada componente das formulações. A larga banda em torno de  $3280\text{ cm}^{-1}$  é devido ao grupo hidroxila (OH) presente na betacianina. Já a banda  $2890\text{ cm}^{-1}$  refere-se à deformação axial da ligação C-H (AZTATZI-RUGERIO et al., 2019). O sinal a  $1630\text{ cm}^{-1}$  associado à extensão substancial da ligação da aldimina não sofreu alterações na posição espectral ou intensidade de absorção, o que indica que a ligação da aldimina que liga o ácido betalâmico ao ciclo da dopa não muda (SAGUY et al. 1978).

Outra banda, essa em  $1000\text{ cm}^{-1}$ , refere-se ao grupo C-O-C presente. Já o sinal observado a  $843\text{ cm}^{-1}$  que foi atribuído ao alongamento da ligação C-COOH (DONG et al. 1997) também apresentou uma menor intensidade de absorbância em relação ao tempo de aquecimento, o que confirma que a via principal da degradação sofrida pela molécula de betanina, ao aumentar a temperatura, é o processo de descarboxilação. Pode-se considerar que a perda de radicais COOH é considerada um produto intermediário que desestabiliza a molécula para que o rearranjo dos elétrons seja feito, formando a dupla ligação entre o C14 e C15 que dá origem à formação da neobetanina (HERBACH et al. 2006).

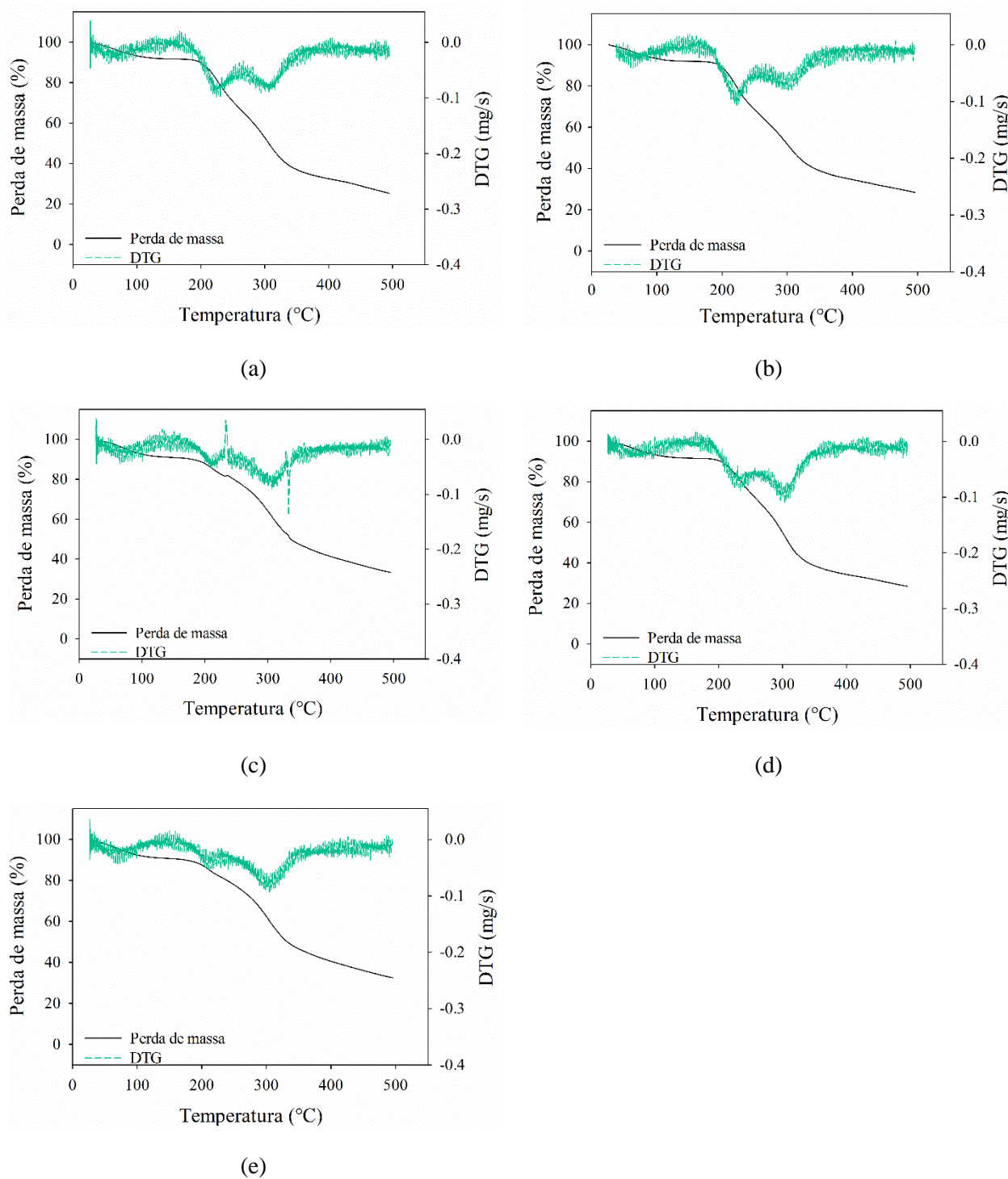
#### **4.6 - Análise termogravimétrica (TGA/DTG)**

A análise termogravimétrica (TGA) fornece informações a respeito da perda de massa do material (%) em função da temperatura, em que a curva da DTG representa a primeira derivada com o tempo, facilitando a interpretação do gráfico. É um método simples para estudar a decomposição e a estabilidade térmica dos polímeros (ZOHURIAAN e SHOKROLAHI, 2004).

É possível observar as curvas termogravimétricas das formulações EPL, M10, M30, M+G e M+P, na Figura 11.



Figura 11 – Curvas termogravimétricas: (a): EPL; (b): M10; (c): M30; (d): M+G; (e): M+P



Fonte: Do autor (2021).

As temperaturas que resultam em maior taxa de perda de massa (ou seja, os picos na curva DTG) podem ser consideradas como temperaturas de degradação dos componentes do material (YOKSAN; JIRAWUTTHIWONGCHAI; ARPO, 2010).

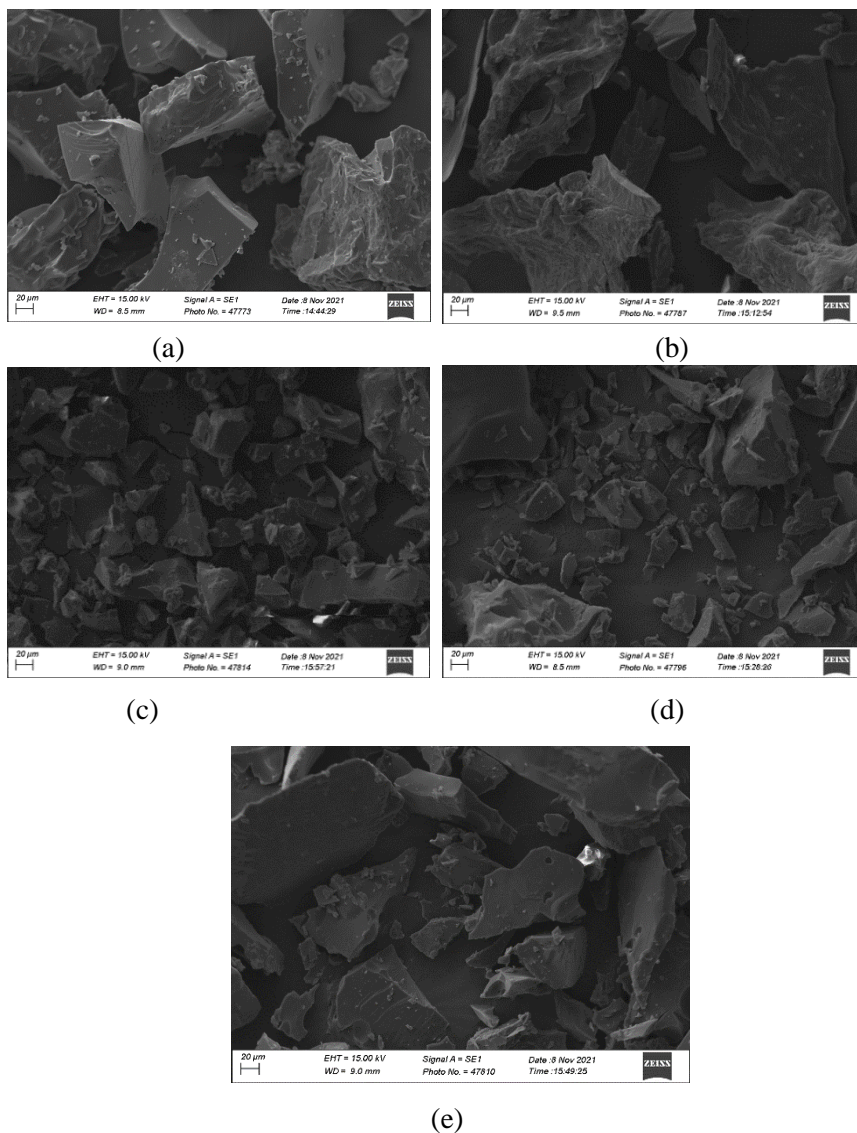
A primeira etapa de perda de massa (50 °C a 110 °C) ocorrida para todos os tratamentos pode ser atribuída à perda de água ligada e adsorvida das moléculas. Nos arredores da temperatura 225 °C é possível observar o início de uma perda de massa mais intensa. Esta segunda etapa de perda de massa (200 °C a 300 °C) ocorre devido aos processos de decomposição inicial de moléculas de carboidratos e também à desidratação (HOSSEINI et al., 2013; FRITZEN-FREIRE et al., 2012). Neste segundo evento da perda de massa é possível observar uma redução mais intensa no tratamento EPL, exibindo assim um percentual de perda de massa maior do que as demais formulações. As formulações M10 e M+G também obtiveram perdas de massa acentuadas. Por outro lado, as formulações M30 e M+P foram as que apresentaram melhor comportamento, com perdas de massa menores e menos acentuadas.

Já no terceiro período ocorre a degradação ou decomposição térmica (despolimerização e processo pirolítico) dos polissacarídeos com subsequente volatilização e formação de compostos carbonáceos (cinzas) (MEIRELES, 2015).

#### **4.7 – Estrutura morfológica**

Apesar de a liofilização produzir micropartículas mais irregulares, ela continua sendo um método muito utilizado, visto que utiliza baixas temperaturas e causa poucas lesões no material. As micropartículas de betalaínas liofilizadas podem ser observadas na Figura 12.

Figura 12 - Micrografias das formulações contendo extratos ricos em betalaínas:  
 (a) EPL; (b) M10; (c) M30; (d) M+G; (e) M+P



É possível observar que as partículas apresentaram uma superfície irregular, porém sem fissuras ou rachaduras, o que é de interesse quando se trata de produção de micropartículas, haja a vista que se espera uma proteção do composto de interesse.

Nota-se um maior comportamento de aglomeração das partículas M+G e M+P, isso ocorre pela afinidade da goma e da proteína por moléculas de água. A goma xantana, por ser uma fibra solúvel, liga-se com a água e forma uma rede que se expande, causando a aglomeração do conteúdo.

Também foi possível observar que a formulação controle (EPL) e M10 apresentaram um tamanho maior quando comparadas às demais formulações. Ao se acrescentar mais maltodextrina, como no caso da M30, as partículas se tornaram menores.

#### 4.8 Teste de estabilidade

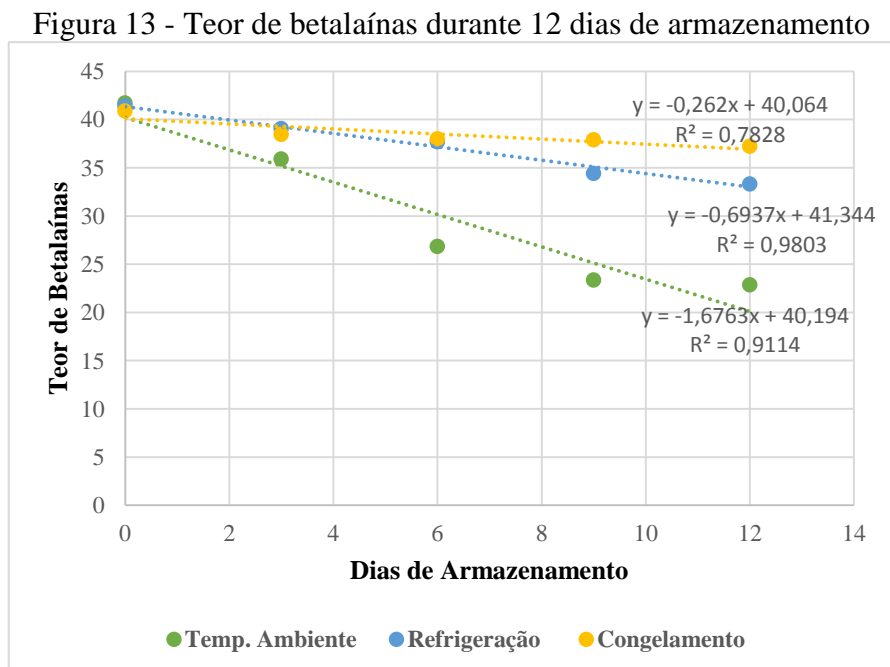
A formulação M30, que apresentou melhores características para reconstituição, foi submetida a um teste de estabilidade. A formulação M30 foi aplicada em extrato de soja e seus teores de betalaínas foram acompanhados por um período de doze dias e em três temperaturas distintas, são elas: ambiente (22 °C refrigeração (4 °C), e congelamento (-18 °C). As médias dos valores obtidos podem ser observadas na Tabela 4.

Tabela 4 - Valores médios de betalaínas em bebida de soja durante armazenamento

TEMPO DE ARMAZENAMENTO (dias)	Temperatura Ambiente	Refrigeração	Congelamento
0	41,73±0,14 <sup>Aa</sup>	41,42±0,24 <sup>Ab</sup>	40,88±0,09 <sup>Ab</sup>
3	35,90±0,07 <sup>Ab</sup>	39,05±0,05 <sup>Bb</sup>	38,45±0,12 <sup>Bb</sup>
6	26,84±0,18 <sup>Ac</sup>	37,69±0,08 <sup>Ab</sup>	38,01±0,14 <sup>Bb</sup>
9	23,35±0,04 <sup>Ac</sup>	34,42±0,02 <sup>Bbc</sup>	37,89±0,08 <sup>Cb</sup>
12	22,86±0,03 <sup>Ac</sup>	33,33±0,12 <sup>Bc</sup>	37,23±0,06 <sup>Cb</sup>

Nas colunas, médias seguidas pela mesma letra minúscula não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey ( $p > 0,05$ ); nas linhas, médias seguidas pela mesma letra maiúscula não diferem estatisticamente entre si, pelo teste de Tukey ( $p > 0,05$ ).

Esses valores também podem ser observados na Figura 13.



O tempo de armazenamento da bebida de soja contendo a formulação M30 influenciou significativamente nos teores de betalaínas. Houve perda significativa de betalaínas até o tempo 6 no armazenamento a temperatura ambiente. Já na condição de

armazenamento sob refrigeração, há destaque para a redução entre os tempos 6 e 9, ao passo que que sob congelamento, não houve diferença estatisticamente significativa entre os tempos.

De modo geral, o conteúdo de betalaína diminuiu consideravelmente quando a bebida foi armazenada sob temperatura ambiente. A refrigeração foi eficaz para preservar boa parte das betalaínas, sendo a degradação amenizada, ao passo que o congelamento impediu ainda mais essa degradação, ratificando a importância do armazenamento sob baixa temperatura.

A diminuição do conteúdo de betalaínas nas amostras pode ser devida a reações de hidrólise, ocorrendo a formação de ciclodopa-D-glicosídeo e ácido betalâmico. A degradação envolve a condensação de uma base de Schiff da amina de ciclodopa-D-glicosídeo com o aldeído, formando compostos intermediários na reação de Maillard (PASCH; VON ELBE, 1975; HUANG; VON ELBE, 1987; HERBACH; STINTZING; CARLE, 2004)

Três exemplares da bebida de soja contendo as micropartículas da formulação M30 podem ser observadas na Figura 14.

Figura 14 – Bebidas de soja com micropartículas de betalaínas.



A estabilidade das betalaínas é influenciada pela presença de açúcares, luz, oxigênio, atividade de água, pH e temperatura (CAI et al. 2001).

Em um estudo realizado por Utpott et al. (2019), aplicaram micropartículas de betalaínas sem agentes carreadores; betalaínas com 10% de maltodextrina e betalaínas com maltodextrina + 1% de mucilagem extraída da casca de pitaia. Os autores

observaram que as micropartículas sem agentes carreadores perderam quase 50% do seu conteúdo de betalaínas após 28 dias de armazenamento sob refrigeração (4 °C). Os demais tratamentos tiveram uma perda aproximada de 20%.

Kluge e Preczenhak (2016) relataram que o armazenamento do produto inteiro durante 20 dias, mesmo sob refrigeração de 5 °C, acarreta de 53,1% a 63,6% de perdas de betalaínas.

É interessante notar que embora a amostra liofilizada não apresente característica de microcápsula, ela continua sendo uma boa opção para a produção de micropartículas devido à sua capacidade de manutenção do conteúdo, conforme descrito por Antigo et al. (2020).

## 5 CONCLUSÕES

Os pigmentos extraídos da casca de pitaia vermelha na forma de micropartículas podem ser utilizados como corantes naturais. Neste trabalho, eles apresentaram características adequadas para aplicação em alimentos.

De forma geral, notou-se melhores características nos pós formulados com os extratos associados aos agentes carreadores. Eles apresentaram maiores rendimentos, e solubilidade e menores valores de umidade, atividade de água, higroscopicidade, grau de caking e solubilidade. Além disso, apresentaram boas características de cor, rendimento e teor de betalaína, apesar de o extrato puro ter apresentado maiores valores destes últimos aspectos.

A formulação M30 apresentou melhores características de reconstituição, características essenciais para um corante em pó. Sendo assim, o M30 foi submetido ao teste de estabilidade. Ao ser aplicado em extrato de soja e submetido a armazenamento sob temperatura ambiente, refrigeração e congelamento, é possível notar que a refrigeração e, principalmente, o congelamento, são técnicas eficazes para a preservação de betalaínas quando essa for utilizada como corante em bebidas.

Diante disso, o presente trabalho apresenta o corante extraído da casca de pitaia como uma boa alternativa ao corante natural carmim de cochonilha. Apresentando-se como um corante mais barato e que utiliza a casca de pitaia, que é um subproduto alimentar que normalmente é descartado.

## REFERÊNCIAS

ABREU, W. C. et al. Physicochemical characteristics and total antioxidant activity of red and white pitaya. **Revista do Instituto Adolfo Lutz (Impresso)**, v. 71, n. 4, p. 656-661, 2012.

ACHKAR, M.T. et al. Propriedade antioxidante de compostos fenólicos: importância na dieta e conservação de alimentos. **Revista da Universidade Vale do Rio Verde, Três Corações**, v. 11, n. 2, p. 398–406, 2013.

AHMED, B.C. et al. Electrochemical degradation of specialty chemical industry effluent, **Journal of Hazardous Materials**, v. 179, n.1, p. 154-164, 2010.

AKOGO, F. BESTEN, H.D., KAYODÉ, et al. Extraction methods and food uses of a natural red colorant from dye sorghum. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 98, n. 1, p. 361-8, 2017.

AKOGO, F. et al. Extraction methods and food uses of a natural red colorant from dye sorghum. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 98, n.1, p. 361-8, 2017.

ALVES, A. C. B; MONTEIRO, L. B. POMPEU, D. R. Otimização da extração sólido-líquido de compostos fenólicos totais e betalainas da casca de frutos de pitaia (*Hylocereus polyrhizus*). **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**. v. 12, n. 1, p. 2556-2577, 2018.

ALVIM, I.D. STEIN, M. A; KOURY, I.P; et al. Comparison between the spray drying and spray chilling microparticles contain ascorbic acid in a baked product application. **LWT Food Sci Technol**. v. 65, p. 689–694, 2016.

AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS - AACC. **Approved methods of the AACC**. 8.ed. Saint Paul: AACC, 1995.

ANDREO, D. JORGE, N. Antioxidantes naturais: técnicas de extração. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 24, n. 2, p. 319–336, 2014.

ANTIGO, J.L.D. et al. Microencapsulation of beet dye (*Beta vulgaris* L.) using maltodextrin and xanthan gum as encapsulant agents and application in yogurt. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 12, 2020.

AQUINO, R.V.S. RIBEIRO, L.B. BARBOSA, et al. Degradation of leaf green food dye by heterogeneous photocatalysis with TiO<sub>2</sub> over a polyethylene terephthalate plate. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**. v. 72, n. 10, p. 2501-2512, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE REFRIGERANTES E DE BEBIDAS NÃO ALCOÓLICAS - ABIR. **Dados de mercado 2020**: consumo de todas as bebidas comerciais 2010-2017. Brasília: ABIR, 2020. Disponível em: <https://abir.org.br/o-setor/dados/>

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTRY - AOAC. (2005) **Official methods of analysis of the association of Official Analytical Chemistry**.



(18th ed.) AOAC international, Gaithersburg. Retrieved from [https://www.researchgate.net/publication/292783651\\_AOAC\\_2005](https://www.researchgate.net/publication/292783651_AOAC_2005)

AZEREDO, H. M. C. **Microencapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. Alimento e Nutrição**, p. 89-95, 2005.

AZTATZI-RUGERIO, L., et al. Analysis of the degradation of betanin obtained from beetroot using Fourier transform infrared spectroscopy. **J Food Sci Technol**. v. 56, n. 8 p. 3677–368, 2019.

BAUTISTA-CRUZ, A. Y. D. O; MARTÍNEZ-GALLEGOS, V., G. M. G. Effect of phosphate-solubilizing bacteria isolated from semiarid soils on pitahaya seedlings (*Hylocereus undatus*). **Idesia Arica**, v. 33, n.2, p. 65-68, 2015.

BAZARIA, B. KUMAR, P. Effect of whey protein concentrate as drying aid and drying parameters on physicochemical and functional properties of spray dried beetroot juice concentrate. **Food Bioscience**, Amsterdam, v. 14, p. 21-27, 2016.

BETANCOURT, C. CEJUDO-BASTANTE, M.J. HEREDIA, M.J. et al. Pigment composition and antioxidant capacity of betacyanins and betaxanthins fractions of *Opuntia dillenii* (Ker Gawl) Haw cactus fruit **Food Research International**, v. 101 p. 173-179, 2017.

BOLARINWA, I. F. et al. Development and quality evaluation of soy-walnut milk drinks. **International Food Research Journal**. v. 25, n. 5, p. 2033-2041, 2018.

BRASIL. **Ministério da agricultura. Instrução normativa N° 1 de 07 de janeiro de 2000**. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/vigilancia-agropecuaria/ivegetal/bebidas-arquivos/in-no-1-de-7-de-janeiro-de-2000.doc/view>. Acesso em 26/11/2021

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de vigilância sanitária. Resolução RDC n° 268, de 22 de setembro de 2005. **Aprova o regulamento técnico para produtos protéico de origem vegetal**. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, 23 set. 2005.

CAI, Y. Z. CORKE, H. Production and Properties of Spraydried Amaranthus Betacyanin Pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 7, p. 1248-1252, 2000.

CAI, Y., SUN M, SCHLIEMANN W, CORKE H. Chemical stability and colorant properties of betaxanthin pigments from *Celosia argentea*. **J Agric Food Chem** v. 49, p. 4429-4435, 2001.

CAI, Y.Z., CORKE, H. Production and properties of spray-dried Amaranthus betacyanin pigments. **J Food Sci**. v. 65, p.1248–1252, 2000.

CALVO, T. R. A.; SANTAGAPITA, P. R. Physicochemical characterization of alginate beads containing sugars and biopolymers. **Journal of Quality and Reliability Engineering**, Buenos Aires, Argentina, 7 p., 2016.

CAMPANELLA, O.H. PATEL, B.K. BARRIADA-BERNAL, L.G. Physical properties of spray dried *Stenocereus griseus* pitaya juice powder. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, n. p. 1-9, 2016.

CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carries on the microoestructure of mango powder spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science & Emerging technologies**, [s.l.], v. 6, n. 4, p. 420-428, 2005.

CANO-SARMIENTO, C. et al. Zeta potential of food matrices. **Food Engineering Reviews**, v.10, p. 113–138, 2018.

CAROCHO, M. et al. Antioxidants: Reviewing the chemistry, food applications, legislation and role as preservatives **Trends in Food Science & Technology**, v. 71, p. 107-120, 2018.

CARVALHO, G.R. et al. Textured soy protein, collagen and maltodextrin as extenders to improve the physicochemical and sensory properties of beef burger. **Food Sci. Technol**, v. 37, n. 1, p. 10-16, 2017.

CEJUDO-BASTANTE M.J. et al. Betalain profile, phenolic content, and color characterization of different parts and varieties of *Opuntia ficus-indica*. **J Agric Food Chem** v. 62, p. 8491-8499, 2014.

CHEGINI, G. R. GHOBADIAN, B. Spray dryer paramenters for fruits juice drying. **World Journal of Agricultural Science**, v. 3, n. 2, p. 230-236. 2007.

CHIK, C. T. BACHOK, S. BABA, N. Quality characteristics and acceptability of three types of pitaya fruits in a consumer acceptance test. **Journal of Tourism, Hospitality & Culinary Arts**. v. 3, n. 1, 89-98, 2011.

CISSÉ, M. et al. Aqueous extraction of anthocyanins from *Hibiscus sabdariffa*: Experimental kinetics and modeling. **Journal of Food Engineering**, v. 109, p. 16-21, 2012.

CONSTANT, P.B.L., STRINGHETA, P.C., SANDI, D. **Corantes Alimentícios. Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**. v. 2, n. 2, p. 203-220, 2002.

CORDEIRO, M. H. M. et al. Caracterização física, química e nutricional da pitaia-rosa de polpa vermelha. **Rev. Bras. Frutic**. v. 37, n. 1, p.20-26, 2015.

COUGO, C.D.G. **Utilização da Técnica infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para Estimativa das Concentrações de Carboidratos e de Lipídeos em *Scenedesmus* sp.** Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017.

COUTO, R. O. et al. Spray drying of *Eugenia dysenterica* extract: effects of in- process parameters on product quality. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, Curitiba, v. 23, n. 1, p. 115-123, 2013.

CRUPI, P. et al. Coletta Seedless table grape residues as a source of polyphenols: Comparison and optimization of non-conventional extraction techniques **European Food Research and Technology**, v. 244, p. 1091-1100, 2018.

CUTRIM, C.S; ALVIM, I.D. CORTEZ, M.A.S. Microencapsulation of green tea polyphenols by ionic gelation and spray chilling methods. **Journal of Food Science and Technology** v. 56, p. 3561–3570, 2019.

DAPSON, R.W. The history, chemistry and modes of action of carmine and related dyes. **Biotechnic and Histochemistry**. v.82, p. 173-187, 2007.

DERTLI, E. et al. Development of a fermented ice-cream as influenced by in situ exopolysaccharide production: Rheological, molecular, microstructural and sensory characterization. **Carbohydrate Polymers**, v. 136, p. 427-440, 2016.

DÍAZ, M. J. RUIZ-MONTOYA, M. PALMA, A. DE-PAZ, M.-V. Thermogravimetry Applicability in Compost and Composting Research: A review. **Applied sciences**, v. 11, n. 1692, p. 1692, 2021.

DÍAZ-LAGOS, et al. Study and characterization of the micellar phase of the polyethylene glycol 40 stearate, water, and soy lecithin system. **Rev. Acad. Colomb. Cienc.** v. 40, n. 156, p. 412-419, 2016.

DONG et al. Raman, and near-infrared spectroscopic evidence for the coexistence of various hydrogen-bond forms in poly (acrylic acid) **Macromolecules**. 30:1111–1117, 1997.

DOTTO, D. M. R. FERREIRA, A. C. Percepção dos consumidores de soja e derivados na cidade de Júlio de Castilhos (RS) - BRASIL. **Revista Agro. Amb.**, v.8, n.3, p. 585-600, 2015.

DRUNKLER, D.A. et al. **Avaliação da estabilidade de betalainas em extrato de beterraba (*Beta vulgaris* L.) com a-, be g- ciclodextrinas**. Dissertação de mestrado Universidade Federal de Santa Catarina. v. 24, 2006.

ESATBEYOGLU, T. et al. Betanin—A food colorant with biological activity. **Mol. Nutr. Food Res.** v. 59, 2015.

ESCRIBANO, J. et al. Characterization of betalains, saponins and antioxidant power in differently colored quinoa (*Chenopodium quinoa*) varieties. **Food Chemistry**, v. 234, p. 285–294, 2017.

ESQUIVEL, P. STINTZING, F.C. CARLE, R. Pigment pattern and expression of colour in fruits from different *Hylocereus* sp. genotypes. **Innovative Food Science and Emerging Technologies** 8:451-457, 2007.

ESTEVEZ, C.L. **Estudo cinético da hidrólise de betalainas-modelo**. Dissertação de mestrado. Universidade de São Paulo. 96 p. 2016.

FERNANDES, R. C. et al. Proposing novel encapsulating matrices for spray-dried ginger essential oil from the whey protein isolate/inulin/ maltodextrin blends. **Food and Bioprocess Technology**, v. 10, n. 1, p. 115-130, 2017.

FERREIRA, D. F. Sisvar: A Guide for its bootstrap procedure in multiple comparisons. **Ciência e Agrotecnologia**, 38, p. 109-112, 2004.

FRANSEN, R. J. N. et al. Heterologous production of the widely used natural food colorant carminic acid in *Aspergillus nidulans*. **Scientific Reports**, v.8, n.1, 2018.

FRITZEN-FREIRE, C. B. et al. Microencapsulation of bifidobacteria by spray drying in the presence of prebiotics. **Food Research International**, Ottawa, v. 45, n. 1, p. 306-312, 2012.

GANDÍA-HERRERO, F. ESCRIBANO, J. GARCÍA-CARMORA, F. Biological activities of plant pigments betalains **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 56, p. 937-945, 2016.

GARCÍA-LUCAS K. A. et al. **Influence of spray drying operation parameters on the characteristics of pitaya juice powder as a natural colorant**. 19th International Drying Symposium (IDS 2014) Lyon, France, August 24-27 2014.

GEA NIRO RESEARCH LABORATORY. **Analytical methods dry milk products**. Soeborg: GEA NIRO, 2005.

GENGATHARAN, A. GENGATHARAN, G.A. DYKES, W.S. Choo Betalains: Natural plant pigments with potential application in functional foods **LWT-Food Science and Technology**, v. 64, p. 645-649, 2015.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science & Technology** v. 15, n. 7-8, p. 330-347, 2004

HAMERSKI, L. REZENDE, M. J. C. SILVA, B. V. Usando as cores da natureza para atender aos desejos do consumidor: substâncias naturais como corantes na indústria Alimentícia. **Rev. Virtual Quim.** v. 5, n. 3, p. 394-420, 2013.

HARLEV, E. et al. Cancer preventive and curative attributes of plants of the cactaceae family: A Review. **Planta Médica**. v.79, n. 9, p. 713-722, 2013.

HERBACH KM, et al. Betalain stability and degradation structural and chromatic aspects. **J Food Sci.** v. 71, p. 41-50. 2006.

HERBACH, K. M. STINTZING, F. C. CARLE, R. Impact of thermal treatment on color and pigment pattern of red beet (*Beta vulgaris* L.) Preparations. **Journal of Food Science**, v. 69, n. 6, C491-C498, 2004.

HOLLER, F. J. SKOOG, D. A. CROUCH, S. R. **Princípios de Análise Instrumentaç.** 6. ed. Porto Alegre: Bookman, 2009.

HOSSEINI, S. F. et al. Two-step method for encapsulation of oregano essential oil in chitosan nanoparticles: preparation, characterization and in vitro release study. **Carbohydrate Polymers**, v. 95, n. 1, p. 50–6, 5 jun. 2013.

HUANG, A. S. VON ELBE, J. H. Kinetics of the degradation and regeneration of betanine. **Journal of Food Science**, v. 50, n. 4, p. 1115-1120, 1985.

HÚNGARO, H. M. et al. Food **Microbiology. Encyclopedia of Agriculture and Food Systems**. p. 213-231, 2014.

INTERNATIONAL ASSOCIATION OF COLOR MANUFACTURERS - IACM Reaffirms safety of food dyes [press release] Washington, DC: **International Association of Color Manufacturers**; Jun 29, 2010. Acessado em 20 de maio 2020, Disponível em: <http://tinyurl.com/2dlu9h2>

JAMILAH, B. et al. Physico-chemical characteristics of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel. **International Food Research Journal**, v. 18, n. 1, 2011.

JANSEN-ALVES, C. et al. Microencapsulation of propolis in protein matrix using spray drying for application in food systems. **Food and Bioprocess Technology**. v.11, n.7, p.1422–1436, 2018.

JUN, S., IRUDAYARAJ, J.M., **Food Processing Operations Modeling – Design and Analysis**, CRC Press, Boca Raton, New York, USA, 2009.

KIM, S.M., CHOI, H.J., KIM, Y.S. **Anticancer composition containing extract of *Hylocereus undatus* as active ingredient**. Repub Korean Kongkae Taeho Kongbo KR Patent 2012; 008370 A 2012013; 2012.

KLUGE, R. A., PRECZENHAK, A. P. Betalaínas em beterraba minimamente processada: perdas e formas preservação. **Rev. Iber. Tecnología Postcosecha** v. 17, n. 2, p.175-192

KOÇ, B. et al. Physical properties of yoghurt powder produced by spray drying. **Journal of food science and technology**, v. 51, n. 7, p. 1377–1383, 2014.

KUCK, L. S. NOREÑA, C. P. Z. Microencapsulation of grape (*Vitis labrusca* var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 194, p. 569-576, 2016.

KWAPIŃSKA M, ZBICIŃSKI I. Prediction of final product properties after cocurrent spray drying. **Dry Technol.** v. 23, p. 1653–1665, 2005.

LIAN, S. et al. Effect of drum drying on physico-chemical characteristics of dragon fruit peel (*Hylocereus polyrhizus*), **International Journal of Food Engineering**. v. 0, n.2, p.1-9, 2015.

LIMA, A. OLIVEIRA, J. SAÚDE, F. MOTA, J. FERREIRA, R.B. Proteins in soy might have a higher role in cancer prevention than previously expected: soybean protein

fractions are more effective mmp-9 inhibitors than non-protein fractions, even in cooked seeds. **Nutrients**. v. 9, 2017.

MATTÉ, G. M. **Microencapsulação de corantes naturais em microesferas de quitosana preparadas pelo método de coacervação**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Paraná, p.104, 2013.

MAZZEO, G. NUCIFORA, S. RUSSO, A. SUMA, P. *Dactylopius opuntiae*, a new prickly pear cactus pest in the Mediterranean: an overview. **Entomologia Experimentalist et Applixata**. v. 167, n.1, p. 59-72, 2019.

MERCADO-SILVA, EDMUNDO M. Pitaia - *Hylocereus undatus* (Haw). **Exotic Fruits Reference Guide**. Editora Elsevier. p. 339-349, 2019.

MESSINA, M. Soy and Health Update: Evaluation of the Clinical and Epidemiologic Literature. **Nutrients**. v. 8, n.12, p. 754, 2016.

MOTTA, C.M. et al. Effects of four food dyes on development of three model species, *Cucumis sativus*, *Artemia salina* and *Danio rerio*: Assessment of potential risk for the environment. **Environmental Pollution**. v. 253, p.1126-1135, 2019.

MURALI, S., KAR, A., MOHAPATRA, D., KALIA, P. (2015). Encapsulation of black carrot juice using spray and freeze drying. **Food Science and Technology International**, v. 21, n. 8, 604-612.

NOVOAA, A. RODRÍGUEZ, J. LÓPEZ-NOGUEIRA, D.M. RICHARDSON, L. G. Seed characteristics in Cactaceae: Useful diagnostic features for screening species for invasiveness. **South African Journal of Botany**. v. 105, p. 61-65. 2016.

NUZHYNIA et al. O. Anatomically distinct representatives of Cactaceae Juss. family have different response to acute heat shock stress. **Flora**. v. 242, p. 137-145, 2018.

OLIVEIRA, M.S. **Desenvolvimento e caracterização de micropartículas lipídicas sólidas carregadas com hidrolisado proteico obtidas por spray chilling**. Dissertação de mestrado. Universidade de São Paulo. Pirassununga, 2014.

ORTIZ-HERNANDEZ, Y.D., CARRILLO-SALAZAR, J.A. Pitahaya (*Hylocereus* spp.): a short review. **Comun. Sci**. v. 3, n. 4, p. 220-237, 2012.

OTÁLORA, M. C. BARBOSA, H. J. PERILLA, J. E. OSORIO, C. NAZARENO, M. A. Encapsulated betalains (*Opuntia ficus-indica*) as natural colorants. Case study: Gummy candies. **Food Science and Technology**. v. 103, p. 222-227, 2019.

POLTURAK, G.; AHARONI, A. “La Vie en Rose”: biosynthesis, sources, and applications of betalain pigments. **Mol. Plant**. v. 11, p. 7–22. 2018.

PAIM, D. R. S. F. et al. Microencapsulation of probiotic jussara (*Euterpe edulis* M.) juice by spray drying. **LWT - Food Science and Technology**, [s.l.], v. 74, p. 21-25, 2016.

PASCH, J. H. VON ELBE, J. H. Betanine degradation as influenced by water activity. **Journal of Food Science**, v. 40, n. 6, p. 1145-1147, 1975.

PATHARE, P.B. OPARA, U.L. AL-SAID, F.A-J. Colour measurement and analysis in fresh and processed foods. A review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, p. 36-60, 2013.

PEREIRA, K.C. et al. Microencapsulação e liberação controlada por difusão de ingredientes alimentícios produzidos através da secagem por atomização: revisão. **Braz. J. Food Technol.** v. 21, 2018.

PHEBE, D. CHEW, M. K. SURAINI, A. A. LAI, O. M. JANNA, O. A. Red-fleshed pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) fruit colour and betacyanin content depend on maturity. **International Food Research Journal, Selangor**, v. 16, n. 1, p. 233- 242, 2009.

POLAK, R. PITOMBO, R.N.M. Care during freeze-drying of bovine pericardium tissue to be used as a biomaterial: a comparative study. **Cryobiology**, v. 63, p. 61-66, 2011.

PONTES FILHO, F. S. T. et al. Comprimento de estacas e concentrações de ácido indolbutírico (AIB) na propagação vegetativa de pitaiá. **Ciência Agronômica**. v. 45, n. 4, p. 788-793, 2014.

PONTES FILHO, F.S.T. et al. Length of cuttings and concentrations of indolebutyric acid (IBA) in the vegetative propagation of pitaya. **Rev. Ciênc. Agron.** v.45, n.4, 2014.

PUDZIUVELYTE, L. et al. Freeze-Drying Technique for Microencapsulation of *Elsholtzia ciliata* Ethanolic Extract Using Different Coating Materials. **Molecules**. V.25, n. 9, p. 2020.

PUTRI, W.D.R. Microencapsulation of betacyanin extract from red dragon fruit peel. **Curr. Res Nutr Food Science**. v. 9, n. 3, 2021.

QIN, Y. LIU, Y. ZHANG, X. LIU, J. Development of active and intelligent packaging by incorporating betalains from red pitaiá (*Hylocereus polyrhizus*) peel into starch/polyvinyl alcohol films. **Food Hydrocolloids**. v. 100, p. 2020.

RADHAKRISHNAN, et al. Kinetic modeling of spice extraction from *S. aromaticum* and *C. cassia*. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 326–332, 2013.

RAVINDRAN, R. HASSAN, S.S. WILLIAMS, G.A. JAISWAL, A.K. A review on bioconversion of agro-industrial wastes to industrially important enzymes. **Bioengineering**. v.5, n.4, p. 93, 2018.

REBOUÇAS, C. R. S. **Aplicação de corante natural obtido de extrato em pó da casca de pitaiá em sorvete**. Dissertação de mestrado. universidade federal do Ceará, 88p. 2019.

REID DS, FENNEMA OR WATER AND ICE. IN: DAMODARAN S, PARKIN KL, **Fennema's food chemistry**, 4th edn. CRC Press, Boca Rato´n, p.17–82, (2007).

- RENARD, D. VAN DE VELDE, F. VISSCHERS, R. W. The gap between food gel structure, texture and perception. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 20, p. 423-431, 2006.
- REYES-FORNETA, A; HERNÁNDEZ, E. B. F. MARTÍNEZ, Y. R. Fungi infecting *Escobaria cubensis* and *Melocactus holguinensis* (Cactaceae) in northeastern Cuba. **Acta Ecologica Sinica**. v. 39, n. 2, p. 117-124, 2019.
- RIZZO, G. BARONI, L. Soy foods and their role in vegetarian diets. **Nutrients**. v.10, n.1, p.43, 2018.
- RODRIGUES, I. M. Microcapsules of 'jabuticaba' byproduct: Storage stability and application in gelatin. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. v.22, n. 6, p. 424-9, 2018.
- RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ, J.A. et al. Alginate encapsulation as a preservation method of pitaia fruit juice (*Stenocereus spp.*). **Journal of Food Science and Engineering**. v.7, p. 127-134, 2017.
- SADH, P.K. DUHAN, S. DUHAN, J.S. Agro-industrial wastes and their utilization using solid state fermentation: a review. **Bioresources and Bioprocessing**. v. 5, n. 1. 2018.
- SAITO, T. **Efeito da adição de extrato de jabuticaba nas características físico-químicas e sensoriais de queijo petit suisse**. Tese de doutorado. Universidade Federal do Espírito Santo, p. 99, 2014.
- SANTOS, C. ISMAIL, M. SCHILLING, A. Effect of thermal and high pressure processing on stability of betalain extracted from red beet stalks. **Journal Food and Science Technology**, v. 55, n. 2, p. 568-577, 2018.
- SANTOS, C.D. **Extração, clarificação e estabilização de betalainas provenientes de talos de beterraba vermelha (*Beta vulgaris* L.)**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017.
- SANTOS, F. H. et al. Influence of wall materials on the microencapsulation of pequi oil by spray drying. **Braz. J. Food Technol.** Campinas, v. 23, e2019132, 2020.
- SILVA, E. K.; MEIRELES, M. A. A. Influence of the degree of inulin polymerization on the ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 133, p. 578-586, 2015.
- SILVA, K. F. C. SILVA, A. G. RABELO, C. R. S. HUBINGER, M. D. Sacha inchi oil encapsulation: Emulsion and alginate beads characterization. **Food and Bioprocess Processing**. v. 116, p. 118-129, 2019.
- SILVA, P. T. et al. Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Cienc. Rural**, Santa Maria, v. 44, n. 7, p. 1304-1311, 2014.



SILVA, R. S., L. SANTOS, C., MAR, J. M., KLUCZKOVSKI, A. M., A. Figueiredo, J., Borges, S. V. Campelo, P. H. (2018). Physicochemical properties of tucumã (*Astrocaryum aculeatum*) powders with different carbohydrate. **ITW**. v. 94, p. 79-86, 2018

SILVA, V. S. ORLANDELLI, R. C. Desenvolvimento de alimentos funcionais nos últimos anos: uma revisão. **Revista Uningá**, v. 56, n. 2, p. 182-194, 2019.

SILVERSTEIN, R. M. BASSLER, G. C. MORRILL, T. C. **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. 7. ed. New York: John Wiley & Sons, 1994.

SÍLVIA, C. S. R. M. et al. Stability of Hibiscus Extract Encapsulated by Ionic Gelation Incorporated in Yogurt. **Food and Bioprocess Technology**. v. 12, n. 9, p. 1500-1515, 2019.

SÍLVIA, C. S. R. M. SCHETTINI, A; G. N. GARCIA, D. A. GALLINA, I. D, Release of anthocyanins from the hibiscus extract encapsulated by ionic gelation and application of microparticles in jelly candy. **Food Research International**. v. 121, p. 542–552, 2019.

SOUZA, R. **Veganismo: as razões para uma vida mais ética**. Recife: edição do autor, p.129. 2017.

SREEKANTH, D. et al. Betanin a Betacyanin Pigment Purified From Fruits of Opuntia Ficus-Indica Induces Apoptosis in Human Chronic Myeloid Leukemia Cell line-K562. **Phytomedicine**. v. 14, n. 11, p. 139-46, 2007.

STEFFE, J. F. E. A. **Rheological Methods in Food Process Engineering**. Michigan: Freeman. 1996.

STEFFE, J. F. et al. **Rheological Methods in Food Process Engineering**. 2. ed. Michigan: Freeman, 1996.

STONE HS, SIDEL JL. **Sensory evaluation practices**. San Diego: Academic Press; 1993.

TONON, R. V. et al. Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 94, n. 3/4, p. 215-221, Oct. 2009.

TOSONI, S. F., RODRIGUES, C. V. **Características físico-químicas e antioxidantes de própolis microencapsulada com diferentes tipos de materiais encapsulantes**. Tese de doutorado, Universidade Tecnológica Federal de Paraná, Campo Mourão, 2013.

TRAFFANO-SCHIFFO, M.V. et al. Gums Induced Microstructure Stability in Ca (II)-alginate Beads Containing Lactase Analyzed by SAXS. **Carbohydrate Polymers** v.179, p. 402-407, 2017.

UTPOTT, M. et al. Characterization and application of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel powder as a fat replacer in ice cream. **J Food Process Preserv**. 2020

VARGAS-CAMPOS, L., et al. Encapsulation and pigmentation potential of betalains of pitaya (*Stenocereus pruinosus*) fruit. **Journal of Food Science and Technology**, v.55, n. 7, p. 2436-2445, 2018.

VIJAYAKUMAR, P. ADEDEJI, A. **Measuring the pH of Food Products**; University of Kentucky: Lexington, KY, USA, 2017.

VISSOTTO, F. Z. et al. Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 3, p. 666-671, 2006.

WICZKOWSKI, W. The effects of boiling and fermentation on betalain profiles and antioxidant capacities of red beetroot products. **Food Chemistry**. v. 259, p. 292-303. 2018.

YAH, A. R. C. et al. Cambios físicos, químicos y sensoriales en frutos de pitahaya (*Hylocereus undatus*) durante su desarrollo. **Revista Fitotecnia Mexicana**, Chapingo, v. 31, n. 1, p. 1-5, 2008.

YOKSAN, R.; JIRAWUTTHIWONGCHAI, J.; ARPO, K. Encapsulation of ascorbyl palmitate in chitosan nanoparticles by oil-in-water emulsion and ionic gelation processes. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, Amsterdam, v. 76, n. 1, p. 292-297, Mar. 2010.

ZHANG, R. ZHANG, Y. ZHANG, M. YAN, H. Simultaneous detection of food dyes from different samples in a 96-well plate by spectrophotometry. **Analytical methods**. v.11, n. 45, 2019.

ZIELNIK, A. **Keeping up appearances**. Journal of Architectural Coatings, 2006.

ZOHURIAAN, M. J.; SHOKROLAHI, F. Thermal studies on natural and modified gums. **Polymer Testing**, v. 23, n. 5, p. 575-579, 2004.

ZOTARELLI, M. F. **Produção e caracterização de manga desidratada em pó por diferentes processos de secagem**. Tese de doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.