

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS ALIMENTOS

Mariana Angonese

POTENCIAL BIOATIVO E TECNOLÓGICO DE POLPAS DE PITAYA (Hylocereus spp.) FRESCAS E DESIDRATADAS

Mariana	Angonese
POTENCIAL BIOATIVO E TECNOLÓG	GICO DE POLPAS DE PITAYA (Hylocereus
	E DESIDRATADAS
	Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos da Universidade Federal de
	Santa Catarina para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Alimentos.
	Orientador: Prof ^a . Carmen Maria de Olivera Müller, Dr ^a .
·	
	anópolis 2020
<u> </u>	020

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Angonese, Mariana

POTENCIAL BIOATIVO E TECNOLÓGICO DE POLPAS DE PITAYA (Hylocereus spp.) FRESCAS E DESIDRATADAS / Mariana Angonese; orientadora, Carmen Maria de Olivera Müller, 2020.

118 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós Graduação em Ciência dos Alimentos, Florianópolis, 2020.

Inclui referências.

1. Ciência dos Alimentos. 2. Pitaya. 3. Superfruta. 4. Compostos bioativos. 5. Processos de desidratação. I. Müller, Carmen Maria de Olivera . II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos. III. Título.

Mariana Angonese

POTENCIAL BIOATIVO E TECNOLÓGICO DE POLPAS DE PITAYA (Hylocereus spp.) FRESCAS E DESIDRATADAS

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Profa. Sandra Regina Salvador Ferreira, Dra. Universidade Federal de Santa Catarina

Profa. Elane Schwinden Prudêncio , Dra. Universidade Federal de Santa Catarina

Profa. Vivian Maria Burin, Dra.
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Ciência dos Alimentos.

Florianópolis, 2020.

AGRADECIMENTOS

A meus pais, que lutaram MUITO mais do que eu para estudar, que passaram por dificuldades das quais, graças a eles, eu jamais tive a menor noção que não fosse apenas pelas histórias contadas. Sr. Alcir, Sra. Donizete, meu eterno amor, minha eterna gratidão e meu mais sincero "obrigada". É tudo para e por e graças a vocês!

Meu companheiro de profissão, de laboratório, de estudo e de vida, Gabriel. É difícil até começar a pensar como te agradecer por tanto! Que sorte a minha te ter para dividir experimentos, discussões, artigos, estudos, comemorações, frustrações, angústias, alegrias, um cachorro, uma casa, uma vida, um universo e tudo mais. "Diante da vastidão do tempo e da imensidão do universo, é um imenso prazer para mim dividir um planeta e uma época com você".

Profs. Carmen e José Miguel, meus queridos orientadores acadêmicos e, sem medo de exagerar, mentores de vida. Obrigada por compartilharem comigo suas experiências acadêmicas e pessoais de forma tão competente e tão verdadeira. Vocês me inspiram em todos os aspectos. Obrigada pela parceria de tantos anos, que perdure por muitos mais!

Aos meus amigos pesquisadores que tanto contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho, especialmente à Natália e, em seu nome, ao Laboratório de Tecnologia de Alimentos-CCA, ao Luciano e toda a equipe do MAPA-LAFDA, ao meu grande amigo Lucas e equipe do LATESC-UFSC, ao Recanto das Pitayas e, como não poderia deixar de destacar, ao Departamento de Ciência de Alimentos e UFSC como um todo pela excelente formação fornecida. Agradeço também à banca, professoras Sandra, Elane, Vivian e Ana, pelas relevantes contribuições.

Aos meus queridos amigos artistas do curso de Artes Cênicas da UFSC e do Outro Coro, obrigada pela leveza, cor, graça e música que vocês acrescentam aos meus dias. E obrigada por, apesar de todos os pesares (e talvez por causa deles), continuarem acreditando na Arte como ferramenta para "mudar tudo isso daí que tá aí".

À CAPES, pelo suporte financeiro mesmo em meio à crise enfrentada pela ciência brasileira.

Minha eterna gratidão.



DIAGRAMA CONCEITUAL

Por que estudar pitayas?

- Interesse do mercado em produtos exóticos
- Produção em expansão no estado de SC
- Suposto potencial bioativo

O que consta na literatura? Quais as lacunas?

- Efeitos bioativos observados
- Conhecimento insipiente das composições
- Presença importante de betalaínas na polpa roxa

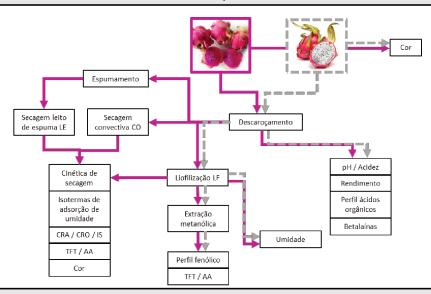
Por que aplicar técnicas de desidratação?

- Aumento da vida útil dos produtos
- · Possibilidade de elaboração de ingredientes
- Diferentes técnicas resultam em diferentes produtos

Quais as hipóteses levantadas?

- Há diferença entre os perfis de compostos de pitayas de polpa branca (Hylocereus undatus) e roxa (Hylocereus polyrhizus)?
- Há alternativa à liofilização para elaboração de produtos desidratados de alto valor bioativo?

Resumo experimental



Respostas

- Estabelecer perfis de composição para ambas as frutas
- Definir processos capazes de fornecer produtos desidratados de alto valor biológico
- Caracterizar os produtos obtidos em termos de propriedades tecnológicas e bioativas

RESUMO

Os frutos de pitaya (Hylocereus spp.) vêm ganhando espaço num mercado que preza por produtos de alto valor nutricional, orgânicos e que se destaquem pela beleza exótica recebendo, ainda, status de "superfruta". Tal demanda incentiva a produção e, em resposta, o crescimento da produção populariza a fruta. Foi para atender a essa demanda que os irmãos Feltrin, da cidade de Turvo-SC, transformaram sua antiga propriedade de produção de fumo no Recanto das Pitayas. A propriedade, de 2,5 hectares, produz pitaya pelo sistema orgânico e, com ela, nosso grupo de pesquisa estabeleceu um projeto de extensão que visa tanto o desenvolvimento de novos produtos a partir da fruta quanto a assessoria técnica nos produtos já produzidos. Com a produção crescente, a busca por alternativas de melhor aproveitamento dos frutos é uma consequência natural e, nesse sentido, uma das alternativas mais viáveis é investir em processos de desidratação – uma vez que resultam em produtos de longa vida útil e com custo de logística e armazenamento reduzidos, tanto pela ausência da massa de água quanto por não serem ligados à cadeia do frio. Tendo isso em vista, a segunda parte deste trabalho propõe a avaliação de diferentes técnicas de desidratação, com a finalidade de estabelecer o melhor binômio processo/produto, focado na obtenção dos produtos economicamente mais viáveis, com melhores características tecnológicas e com maior potencial bioativo. A informação disponível acerca da composição dos frutos de Hylocereus spp., contudo, ainda é incipiente e, por vezes, pouco confiável. Desta forma, este trabalho propõe também, preliminarmente ao objetivo supracitado, uma investigação comparativa entre os perfis de compostos de interesse das polpas de pitaya branca (Hylocereus undatus) e roxa (Hylocereus polyrhizus), com a finalidade de colaborar com o banco de dados científico e escolher uma das espécies sobre a qual aplicar as técnicas de desidratação escolhidas.

Palavras-chave: Superfruta. Compostos fenólicos. Ácidos orgânicos. Ácido pipecólico. Betalaínas. Atividade antioxidante. Secagem em leito de espuma. Secagem convectiva. Liofilização.

ABSTRACT

Dragon fruits (Hylocereus spp.) have been gaining ground in a market that seeks high nutritional value organic products and that stand out for their exotic beauty, also receiving "superfruit" status. Such demand encourages production and, in response, the growth in production popularizes the fruit. It was to meet this demand that the Feltrin brothers, from the city of Turvo-SC, transformed their former tobacco production property in Recanto das Pitayas. The 2.5-hectare property produces Dragon fruits by the organic system and, with it, our research group has established an extension project that aims at both the development of new products from the fruit and the technical advice on the products already produced. With increasing production, the search for alternatives for better use of fruits is a natural consequence and, in this sense, one of the most viable alternatives is to invest in dehydration processes - since they result in products with a long useful life and reduced logistics and storage costs, both due to the absence of water amounts and the nonnecessity of the cold chain. With this in mind, the second part of this work proposes the evaluation of different dehydration techniques, in order to establish the best process/product binomial, focused on obtaining the most economically viable products, with better technological characteristics and with greater bioactive potential. The information available on the composition of Hylocereus spp. fruits, however, is still incipient and, at times, unreliable. Thus, this work also proposes, preliminarily to the aforementioned objective, a comparative investigation between the profiles of compounds of interest present in the white (Hylocereus undatus) and purple (Hylocereus polyrhizus) pulps Dragon fruits, in order to collaborate with the scientific database and to choose one of the species to apply the chosen dehydration techniques.

Keywords: Superfruit. Phenolic compounds. Organic acids. Pipecolic acid. Betalains. Antioxidant activity. Foam-mat drying. Convective drying. Freeze-drying.

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 1:
Figura 1 – Hylocereus polyrhizus (a) e Hylocereus undatus (b)20
Figura 2 - Proveniência dos frutos de pitaya consumidos no Brasil - evolução entre 2015 e 2019
21
Figura 3 - Estrutura química geral da betalaína (A: ácido betalâmico; B: caracteriza betacianinas
ou betaxantinas, dependendo da identidade dos radicais R1 e R2)25
Figura 4 - Representação esquemática do comportamento de tempo e temperatura29
Figura 5 - Perfis típicos de umidade, taxa de secagem e temperatura durante desidratação de
alimentos
CAPÍTULO 2:
Figura 1 - Perfis de compostos fenólicos em polpas de pitaya roxa (a) e branca (b)62
Figura 2 - Perfil de ácidos orgânicos de polpas de pitaya branca e roxa
Figura 3 - Estruturas moleculares dos ácidos betalâmico (a) e pipecólico (b)
CAPÍTULO 3:
Figura 1 - Evolução das razões de umidade em relação ao tempo
Figura 2 - Evolução das taxas de secagem em função do tempo
Figura 3 - Comportamento das taxas de secagem em função da umidade do sólido
Figura 4 - MEV dos leitos de secagem por LF (a), CO (b) e LE (c), com ampliação de 70 vezes.
93
Figura 5 - MEV das fraturas dos leitos de secagem CO (a) e LE (b)95
Figura 6 - Isotermas de adsorção de umidade a 25 °C e modelos aplicados99

Figura 7 - Tipos de isotermas de sorção.

LISTA DE TABELAS

		,		
CA	P	[T]	0	2:

Tabela 1 – Resultados obtidos para os ensaios de pH, acidez total titulável (ATT), umidade (h),
rendimento de polpa descaroçada (R) e parâmetros de cor na escala CIELab (L, a, b, Chroma e
ângulo Hue) das polpas frescas
Tabela 2 - Teores de fenólicos totais (TFT) e atividades antioxidantes (TEAC) pelos métodos
DPPH e FRAP para os extratos aquosos e metanólicos das polpas branca e roxa60
CAPÍTULO 3:
Tabela 1 - Caracterização dos ares de secagem convectiva em termos de temperaturas de bulbos
seco (T _{bs}) e úmido (T _{bu}), umidades absoluta e relativa e entalpia medidas durante os processos
de desidratação em leito de espuma (LE) e convectiva tradicional (CO)
Tabela 2 – Proporções de polpa fresca sem sementes, clara de ovo em pó e alginato de sódio e
condições de tempo e potência de batimento estabelecidas para elaboração da espuma de polpa
de pitaya roxa80
Tabela 3 - Compilado dos ajustes dos modelos empíricos testados para razão de umidade (RU)
em função do tempo para os processos de desidratação por liofilização (LF), convectiva
tradicional (CO) em leito de espuma (LE), em relação aos parâmetros de cada modelo,
coeficiente de correlação (R2), raiz do erro quadrático médio (RMSE) e soma dos erros
quadráticos (SSE).
Tabela 4 - Coeficientes de difusão efetiva (D_{ef}) determinados para os métodos de desidratação
em leito de espuma (LE) e convectiva tradicional (CO)
Tabela 5 - Comparação econômica entre os processos de desidratação por liofilização (LF),
secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE)
Tabela 6 - Diferenciação da cor dos produtos desidratados obtidos por liofilização (LF), por
desidratação convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE), através dos parâmetros L,
a. b. C* e H° da escala CIELab e comparação com a polpa in natura

Tabela 7 - Capacidades de retenção de água (CRA), de óleo (CRO) e índices de solubilidade

(IS) obtidos para os produtos desidratados por liofilização (LF), por desidratação convectiva

Tabela 8 – Teor de umidade na monocamada (xm), parâmetros C e K, coeficiente de correlação
(R2), raiz do erro quadrático médio (RMSE) e soma dos erros quadráticos (SSE) ajustados para
os modelos GAB e BET de isotermas de adsorção de umidade a 25 °C obtidas para os produtos
desidratados por liofilização (LF), por secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de
espuma (LE)
Tabela 9 - Teores de fenólicos totais (TFT) e atividades antioxidantes (TEAC) pelos métodos
DPPH e FRAP observadas para os produtos desidratados por liofilização (LF), por secagem
convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE)

LISTA DE QUADROS

CAPÍTULO 1:	
Quadro 1 - Exemplos de compostos fenólicos presentes em produtos alimentícios	24
CAPÍTULO 3:	
Quadro 1 - Modelos empíricos aplicados para predição de cinética de secagem e respectiv	'as
referências	82

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL E ESTADO DA ARTE	17
CAPÍTULO 1 – REVISÃO DA LITERATURA	19
1. PITAYA (HYLOCEREUS SPP.)	20
2. BIOATIVIDADE DE COMPOSTOS NATURAIS	22
2.1 COMPOSTOS FENÓLICOS	23
2.2 BETALAÍNAS	25
3. ÁCIDOS ORGÂNICOS EM FRUTAS	26
4. PROCESSOS DE DESIDRATAÇÃO	27
4.1 LIOFILIZAÇÃO	28
4.2 DESIDRATAÇÃO CONVECTIVA TRADICIONAL	30
4.3 DESIDRATAÇÃO CONVECTIVA EM LEITO DE ESPUMA	34
REFERÊNCIAS	36
CAPÍTULO 2 – POTENCIAL BIOATIVO DE POLPAS FRESCAS DE PITAYA BRANCA (<i>HYLOCEREUS UNDATUS</i>) E ROXA (<i>HYLOCEREUS POLYRHIZUS</i>): CARACTERIZAÇÃO, PERFIS DE COMPOSTOS BIOATIVOS E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE	43
RESUMO	44
ABSTRACT	45
1. INTRODUÇÃO	46
2. OBJETIVOS	48
2.1 OBJETIVO GERAL	48
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	48
3 MATERIAL E MÉTODOS	49
3.1 MATÉRIAS-PRIMAS E REAGENTES	49
3.2 PRÉ-TRATAMENTO E RENDIMENTOS DAS PITAYAS	49
3.3 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS: PH, ACIDEZ TITULÁVEL E UMIDADE	49
3.4 AVALIAÇÃO DE COR	50
3.5 TEOR TOTAL DE BETALAÍNAS	50
3.6 TEOR DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS E ATIVIDADES ANTIOXIDANTE	
3.6.1 Preparo das amostras para avaliação de teor de fenólicos totais e atividades	

3.6.2 Avaliação de compostos fenólicos: método de Folin-Ciocalteau	5 <i>1</i>
3.6.3 Avaliação de atividade antioxidante: método de redução do radical DP.	PH52
3.6.4 Avaliação de atividade antioxidante: método FRAP	53
3.7 PERFIS DE COMPOSTOS FENÓLICOS E ÁCIDOS ORGÂNICOS	54
3.7.1 LC-ESI-MS/MS: compostos fenólicos e ácidos orgânicos	54
3.7.2 Eletroforese capilar: ácidos orgânicos alifáticos	55
3.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA	56
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS, DE COR E RENDIMENTOS	57
4.2 CONTEÚDO TOTAL DE BETALAÍNAS	59
4.3 TEOR DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS E ATIVIDADES ANTI	
4.4 COMPARAÇÃO ENTRE OS PERFIS DE COMPOSTOS FENÓLICOS	
4.5 COMPARAÇÃO ENTRE OS PERFIS DE ÁCIDOS ORGÂNICOS	64
	67
5 CONCLUSÃO	
5 CONCLUSÃO REFERÊNCIAS CAPÍTULO 3 – EMPREGO DE MÉTODOS DE DESIDRATAÇÃO PAR	68 RA
5 CONCLUSÃOREFERÊNCIAS	68 RA POLPA ROXA A ENTRE
5 CONCLUSÃO REFERÊNCIAS CAPÍTULO 3 – EMPREGO DE MÉTODOS DE DESIDRATAÇÃO PAR EXPLORAÇÃO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE PITAYAS DE (HYLOCEREUS POLYRHIZUS): UMA ABORDAGEM COMPARATIV	68 RA POLPA ROXA A ENTRE 74
5 CONCLUSÃO REFERÊNCIAS CAPÍTULO 3 – EMPREGO DE MÉTODOS DE DESIDRATAÇÃO PAR EXPLORAÇÃO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE PITAYAS DE (HYLOCEREUS POLYRHIZUS): UMA ABORDAGEM COMPARATIV PROCESSOS E PRODUTOS	68 RA POLPA ROXA A ENTRE74
5 CONCLUSÃO	68 RA POLPA ROXA A ENTRE7475
5 CONCLUSÃO REFERÊNCIAS CAPÍTULO 3 – EMPREGO DE MÉTODOS DE DESIDRATAÇÃO PAREXPLORAÇÃO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE PITAYAS DE (HYLOCEREUS POLYRHIZUS): UMA ABORDAGEM COMPARATIVA PROCESSOS E PRODUTOS	68 RA POLPA ROXA A ENTRE7475
5 CONCLUSÃO REFERÊNCIAS CAPÍTULO 3 – EMPREGO DE MÉTODOS DE DESIDRATAÇÃO PAREXPLORAÇÃO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE PITAYAS DE (HYLOCEREUS POLYRHIZUS): UMA ABORDAGEM COMPARATIVA PROCESSOS E PRODUTOS	68 RA POLPA ROXA A ENTRE747576
5 CONCLUSÃO	68 RA POLPA ROXA A ENTRE74757677
5 CONCLUSÃO	
REFERÊNCIAS	
S CONCLUSÃO	

3.3. CARACTERIZAÇÃO DOS PRODUTOS DESIDRATADOS	83
3.3.1. Cor	83
3.3.2. Capacidade de retenção de água (CRA) e índice de solubilidade (IS)	83
3.3.3. Capacidade de retenção de óleo (CRO)	83
3.3.4. Isotermas de adsorção de umidade a 25 °C	83
3.4. AVALIAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS E ATIVIDADE ANTIOXIDAN	NTE84
3.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA	84
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	86
4.1. DESIDRATAÇÃO DA POLPA	86
4.1.1. Estabilidade da espuma	86
4.1.2. Modelagem matemática para cinéticas de secagem	86
4.1.3. Microscopia eletrônica de varredura dos leitos de secagem	92
4.1.4. Comparação de viabilidade econômica entre os processos empregados em esclaboratorial	
4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS PRODUTOS DESIDRATADOS	96
4.2.1. Cor	96
4.2.2. Capacidade de retenção de água (CRA), de óleo (CRO) e índice de solubilidad	le (IS) . 97
4.2.3. Isotermas de adsorção de umidade a 25 °C	98
4.3. AVALIAÇÃO DE TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS E ATIVIDADE ANTIOXI	
5. CONCLUSÃO	
REFERÊNCIAS	105
CONSIDERAÇÕES FINAIS	
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	114
APÊNDICE A – CURVA-PADRÃO DE ÁCIDO GÁLICO PARA ANÁLISE DI PELO MÉTODO DE FOLIN-CIOCALTEAU	E TFT 115
APÊNDICE B - CURVA-PADRÃO DE TROLOX PARA ANÁLISE DE ATIVI ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO DPPH	
APÊNDICE C - CURVA-PADRÃO DE TROLOX PARA ANÁLISE DE ATIVI ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO FRAP	
ANEXO A - CARTA PSICROMÉTRICA	118

INTRODUÇÃO GERAL E ESTADO DA ARTE

O termo "superfruta" é relativamente recente, tendo origem no livro *SuperFood Rx:* Fourteen Foods That Will Change Your Life (PRATT; MATTHEWS, 2004). Trata-se de uma abordagem essencialmente mercadológica para promover frutas utilizadas como matérias-primas ou ingredientes pela indústria de alimentos funcionais e leva em conta quatro aspectos fundamentais: conteúdo nutricional, capacidades antioxidantes, evidências médicas e disponibilidade comercial.

Uma pesquisa por "superfruit*" na base de dados científica Scopus retorna 75 trabalhos, todos realizados a partir de 2007. Na base Web of Science, esse número é de 53, datados de 2009 em diante. O primeiro desses trabalhos é intitulado "Native Australian fruits - a novel source of antioxidants for food", realizado por Netzel *et al.* (2007). Nele, o termo "superfruta" surge com intuito de destacar frutas consideradas exóticas e com potencial bioativo promissor, tais como o açaí amazônico, principal exemplo da nova classe, e outras frutas pigmentadas.

Outra pesquisa, esta associando o termo "superfruit*" com "pitaya", "dragon fruit" ou "Hylocereus" nas mesmas bases, no entanto, não retorna nenhum documento, indicando que a fruta ainda não foi consolidada no novo *status* pela comunidade científica, apesar de ser apontada como tal em fontes populares. Tendo em conta os estudos que associam os frutos de *Hylocereus spp.* com atividades biológicas e compostos antioxidantes, mesmo que ainda incipientes, entende-se que os mesmos podem também ser categorizados como superfrutas e, desta forma, têm potencial de exploração por esse mercado.

Uma das estratégias para aproveitamento de frutos, bem como de outras matrizes vegetais, envolve a elaboração de produtos desidratados através de processos, idealmente, de baixo custo e capazes de render produtos de boa qualidade tanto nutricional quanto tecnológica – características que podem ser mensuradas, por exemplo, através das atividades antioxidantes dos produtos, seus potenciais de incorporação em diferentes matrizes, entre outros parâmetros.

Dentre os processos de desidratação destacam-se a liofilização (*freeze-drying*) que, normalmente, rende produtos de excelente qualidade segundo os parâmetros supracitados, no entanto envolve altos custos energéticos e de equipamento; a desidratação convectiva tradicional em estufa (*convective drying*) que, normalmente, envolve baixos custos e perdas de qualidade; e a desidratação convectiva em leito de espuma (*foam-mat drying*), cujo processo normalmente permite o emprego de baixas temperaturas e a obtenção de produtos com alta

porosidade, ou seja, produtos de qualidade comparável aos obtidos por liofilização. O emprego desses processos sobre pitayas ainda é pouco reportado na literatura científica. De fato, uma busca nas bases mencionadas anteriormente envolvendo as palavras "pitaya" ou "Hylocereus" ou "dragon fruit" e "foam-mat" não retorna nenhum trabalho (em relação a "freeze dry* OR freeze-dry*" verificam-se 7 e a "convective dry*", 1). Ainda, quando se associa as palavras referentes à fruta com "dry*" e "bioact*", também não se observam trabalhos – o que indica uma lacuna na investigação das propriedades bioativas desses produtos desidratados, independente dos processos de desidratação empregados.

Desta forma, considerando ainda a crescente produção de pitaya catarinense, estre trabalho objetiva, em sua primeira parte, caracterizar o potencial bioativo de frutos de *Hylocereus undatus* (pitaya de polpa branca) e *Hylocereus polyrhizus* (pitaya de polpa roxa) e, com isso, escolher uma das duas espécies à elaboração de produtos desidratados potencialmente bioativos na segunda parte.

CAPÍTULO 1 – REVISÃO DA LITERATURA

1. PITAYA (Hylocereus spp.)

A pitaya, também conhecida como *pitahaya*, *pitajaya*, *pitajuia*, *pitalla*, *pithaya* ou *dragon fruit*, é uma fruta da espécie *Hylocereus*, pertencente à família *Cactaceae* e originária das Américas Tropical e Subtropical. A *Hylocereus spp*. ocupa um nicho crescente no mercado de frutos exóticos, com produção destacada em países como Vietnam, Malásia, Colômbia, México, Costa Rica, Nicarágua e Israel. As espécies mais comumente encontradas no mercado brasileiro, ilustradas na figura 1, são a *Hylocereus polyrhizus*, cujas casca e polpa são roxas, e a *Hylocereus undatus*, caracterizada por sua casca arroxeada e polpa branca (BELLEC; VAILLANT, 2011; WICHIENCHOT *et al.*, 2009).



Figura 1 – *Hylocereus polyrhizus* (a) e *Hylocereus undatus* (b)

Fonte: Adaptado de Pitaya do Brasil (2018)

A grande variedade de espécies de *Hylocereus* reflete sua alta capacidade de resposta a diferentes tipos de estresse e sua adaptabilidade a diferentes tipos de clima e solo. Sua biologia reprodutiva pode envolver polinização auto-compatível ou auto-incompatível, com habilidade para cruzas intra ou interespecíficas e, ainda, gerar híbridos com cruzas entre diferentes gêneros, o que permite o desenvolvimento de híbridos com alta capacidade produtiva (com rendimentos de até 45 toneladas por hectare plantado) e boa adaptação ao cultivo orgânico (MERCADO-SILVA, 2018). Essas características favoráveis contribuíram para que, em 2012, a pitaya representasse sozinha pouco mais de 50 % da arrecadação proveniente de exportação de frutas frescas no Vietnam, o maior produtor mundial (LAP, 2013).

A proveniência das pitayas consumidas no Brasil nos últimos cinco anos é apresentada na figura 2, segundo dados fornecidos pela Companhia Nacional de Abastecimento (BRASIL,

2020), sem distinção entre as espécies. Observa-se que, nesse período, o consumo da fruta triplicou e sua produção mais expoente foi efetuada no estado de São Paulo, representando 43 % da produção total no ano de 2019. No entanto, nos últimos três anos, os estados do sul do país, em especial Santa Catarina e Rio Grande do Sul, ganharam destaque e representaram, juntos, cerca de 30 % da produção nacional de pitaya em 2019. Em relação a 2018, a produção catarinense no ano de 2019 aumentou aproximadamente sete vezes, o que caracterizou o maior aumento proporcional entre as unidades da federação produtoras de pitaya. Essa produção é mais expressiva no sul do estado e é executada primordialmente pela agricultura familiar local (SANTA CATARINA, 2019).

1600 Outras UF 1336,811 1400 Produção nacional de pitaya (ton) >>>>> Importados 1200 ES 969.755 IIIIIIIII PR 1000 ENDER CE 800 695,502 //////// MG 600 501,297 ■ PA 475.986 400 SC 200 .IIIIIIIII SP ----- Total Geral 2015 2016 2017 2018 2019

Figura 2 - Proveniência dos frutos de pitaya consumidos no Brasil - evolução entre 2015 e 2019

Fonte: Adaptado de Brasil (2020)

A *Hylocereus undatus*, representante mais cosmopolita da espécie, apresenta longos caules verdes, flores que chegam ao comprimento de 30 cm, segmentos de perianto externo verdes ou amarelo-esverdeados e periantos internos totalmente brancos. Seu fruto vermelhorosado apresenta comprimento médio entre 15 e 22 cm e massa de 300 a 800 g, sendo oblongo e coberto com escamas grandes e compridas, vermelhas e verdes nas pontas; sua polpa é branca e com muitas pequenas sementes pretas, textura agradável (semelhante à do kiwi) e sabor adocicado. A parte comestível da pitaya, correspondente ao mesocarpo, rende uma polpa viscosa contendo inúmeras pequenas sementes e representa de 60 a 80 % da massa total do

fruto. Sua composição média apresenta cerca de 85 % de água, sólidos solúveis entre 12 e 14 °Brix, acidez próxima a 350 mg_{ácido málico}· 100 g⁻¹_{polpa fresca} e pH em torno de 4,5 (BELLEC; VAILLANT, 2011; MERCADO-SILVA, 2018; FREITAS; MITCHAM, 2013). A *Hylocereus polyrhizus*, por sua vez, difere da anterior em tamanho, sendo normalmente menor, menos ácida (pH de até 4,98 e acidez aproximada de 250 mg_{ácido málico}· 100 g⁻¹_{polpa fresca}) e na coloração da polpa, devido à presença de betalaínas também no mesocarpo (enquanto a *Hylocereus undatus* apresenta o pigmento apenas na casca) (ESQUIVEL; STINTZING; CARLE, 2007; FERNANDES *et al.*; 2018; SUH *et al.*, 2014).

Inúmeros benefícios são relacionados ao consumo cotidiano de pitaya, reportada como fonte de vitamina C e outros compostos antioxidantes, além de possuir conteúdos expressivos de minerais (JAAFAR *et al.*, 2009). Relata-se também a presença relevante de oligossacarídeos resistentes à ação das enzimas α-amilase e do suco gástrico humanos, o que caracteriza sua ação como alimento prebiótico (WICHIENCHOT *et al.*, 2010). Testes realizados *in vivo* relacionam, ainda, o consumo de suco de pitaya à atenuação da esteatose hepática induzida pela dieta e melhora da resistência e sensibilidade à insulina (SONG *et al.*, 2016). Reporta-se, também, atividade antiproliferativa sobre células MCF-7 (relacionadas ao câncer de mama humano) atribuída ao conteúdo de compostos fenólicos e flavonoides existentes na polpa de *Hylocereus undatus*. (JAYAKUMAR; KANTHIMATHI, 2011).

O conjunto de fatores favoráveis que caracterizam as pitayas em todos os âmbitos, desde a produção até os efeitos benéficos à saúde, indica um grande potencial a ser explorado. A popularização das frutas, no entanto, necessita de conhecimento íntimo de suas propriedades, tanto nutricionais quanto tecnológicas, ainda pouco estudadas.

2. BIOATIVIDADE DE COMPOSTOS NATURAIS

O consumo de frutas e produtos delas derivados, devido a sua composição complexa e diversa, tem sido associado à redução dos efeitos causados pelo estresse oxidativo, o que se atribui à presença de compostos bioativos. Os compostos bioativos alimentares são, por definição, substâncias essenciais ou não, tais como polifenóis, carotenoides e vitaminas, que ocorrem naturalmente, são parte da cadeia alimentar e que apresentam efeitos benéficos na saúde humana (BIESALSKI *et al.*, 2009). Suas origens quase sempre estão relacionadas ao metabolismo secundário dos organismos, ou seja, não estão diretamente envolvidos no seu crescimento e desenvolvimento mas são indispensáveis para sua sobrevivência, sendo

particularmente importantes em plantas e amplamente encontrados em extratos de bulbos, flores, frutos, folhas, sementes e hastes (MUNIZ *et al.*, 2013; MEIRELLES, 2009).

O interesse nesses compostos é historicamente fundamentado por dados epidemiológicos e remete à própria evolução da espécie humana, que tem no domínio do uso de plantas, tanto como alimento quanto para aliviar desconfortos e doenças, uma de suas maiores heranças (MUNIZ et al., 2013; BIESALSKI et al., 2009). Atualmente, com a crescente preocupação da população com os benefícios de uma dieta balanceada, os pesquisadores estão buscando utilizar compostos bioativos que atendam também às necessidades tecnológicas e funcionais do alimento (MEIRELLES, 2009).

2.1. COMPOSTOS FENÓLICOS

Os compostos fenólicos ocorrem como metabólitos secundários em todas as plantas, abrangendo uma gama considerável de substâncias que possuem um anel aromático onde se situam um ou mais substituintes hidroxila, podendo variar de uma simples estrutura fenólica até estruturas poliméricas de elevada massa molar. Os compostos fenólicos são divididos em flavonoides (contemplando compostos como as antocianinas, os flavonóis e seus derivados, constituídos por compostos de baixa massa molar, com 15 átomos de carbono cuja estrutura química é formada por dois anéis aromáticos unidos por três carbonos formando um anel heterocíclico), ácidos fenólicos simples, ácidos benzoicos, taninos hidrolisáveis, taninos condensáveis, acetofenonas, tocoferóis, ácido fenilacético, ácido cinâmico, cumarinas, benzofenonas, xantonas, estibenos, lignanas, seroiridoides, entre outros (ANGELO; JORGE, 2007). Muitos desses compostos podem estar envolvidos no metabolismo primário de plantas, enquanto outros têm efeito sobre o crescimento ou atuam como protetores de constituintes celulares mais vulneráveis contra a fotoxidação pela luz ultravioleta (ANTOLOVICH *et al.*, 2000).

A atividade fisiológica dos compostos fenólicos depende de sua atividade antioxidante, da capacidade de absorver espécies ativas de oxigênio e eletrófilos, da capacidade de inibir a nitrosação e quelar íons metálicos, do potencial de auto oxidação e da capacidade de modular certas atividades enzimáticas celulares. A capacidade antioxidante depende do número e da posição dos grupos hidroxila (apresentando maior potencial quando há duas hidroxilas nas posições meta e para do anel) e do pH (sendo, frequentemente, menor em meios ácidos e maior em meios alcalinos, quando ocorre a fenolação). O efeito acontece porque a molécula fenólica é capaz de estabilizar, por ressonância aromática, os radicais livres de um meio, evitando sua

propagação (ANTOLOVICH *et al.*, 2000; BELITZ, 2009; MARINOVA; YANISHLIEVA, 1992).

No quadro 1 são apresentados alguns dos compostos fenólicos mais comuns em alimentos, bem como suas estruturas e os produtos onde se encontram. É importante ressaltar que esses compostos variam em composição e concentração com diversos fatores intrínsecos ou extrínsecos, tais como o grau de maturação dos frutos, condições climáticas e do solo, injúrias, dentre outros fatores (MACHEIX *et al.*, 2018).

Quadro 1 - Exemplos de compostos fenólicos presentes em produtos alimentícios.

Número de átomos de carbono	Esqueleto molecular básico	Classe	Exemplo	Produto representativo
7	C ₆ -C ₁	Ácidos hidroxibenzóicos	p-hidroxibenzóico	Morango
9	C ₆ -C ₃	Ácidos hidroxicinâmicos	Cafeico	Maçã
		Cumarinas	Escopolina	Cítricos
10	C ₆ -C ₄	Naftoquinonas	Juglona	Noz
13	C_6 - C_1 - C_6	Xantonas	Mangiferina	Manga
14	C_6 - C_2 - C_6	Estilbenos	Resveratrol	Uva
15	C ₆ -C ₃ -C ₆	Flavonoides	Quercetina, cianidina	Cereja
		Isoflavonoides	Daidzeína	Feijão
n		Ligninas		Drupas
n		Taninos		Caqui

Fonte: Adaptado de Macheix et al. (2018).

A presença de compostos fenólicos em frutas tem diversas implicações tecnológicas, tais como a possibilidade de escurecimento enzimático via ação de enzimas o-difenol-oxidase (o-DPO, grupo de enzimas polifenol oxidase mais relacionadas ao escurecimento enzimático em frutas), a produção de *off-flavors* por ação de peroxidases, a descoloração pela formação de complexos metálicos e turbidez por complexação de proteínas. Quanto à preferência por substrato, a ação das o-DPO é mais pronunciada sobre os ácidos clorogênico, cafeico e as catequinas além de ser facilitada pela esterificação dos grupos carboxil dos compostos fenólicos com ácidos quínicos ou tartáricos. De modo geral, substratos com grupos substituintes molarmente menores no anel de difenóis são oxidados em uma taxa mais rápida do que aqueles com grupos substituintes maiores. Flavonoides e derivados, embora abundantes em frutas, também demonstram não ser bons substratos para a ação dessas enzimas (MACHEIX *et al.*, 2018; BELITZ *et al.*, 2009).

Na dieta, os compostos fenólicos são relacionados a inúmeros benefícios à saúde, tais como atividades anticarcinogênicas sobre cânceres de cólon (YI *et al.*, 2005), esôfago (STONER *et al.*, 2010), mama (JAYAKUMAR; KANTHIMATHI, 2011), fígado (GREY *et al.*, 2010), pulmão e pele (ATHAR *et al.*, 1989). Demonstram, ainda, potencial para prevenir e tratar muitas doenças relacionadas ao estresse oxidativo, tais como doenças cardiovasculares (CROFT *et al.*, 2018) e diabetes (LV *et al.*, 2019).

2.2. BETALAÍNAS

As betalaínas são compostos pigmentados N-heterocíclicos hidrossolúveis que contêm o ácido betalâmico como grupo cromóforo. Sua presença é mais comumente relacionada a espécies da ordem *Caryophyllales* (classicamente representada pela beterraba), em resposta à ausência de antocianinas nesse grupo (KHAN *et al.*, 2012). A estrutura geral das betalaínas contém um ácido betalâmico acompanhado de um radical R1 ou R2, como representado na figura 3. As variações nesses grupos determinam a tonalidade e a estabilidade do pigmento, resultando em dois grandes grupos estruturais: betacianinas (coloração vermelha a vermelhovioleta, onde os radicais podem ser glicose ou ácido glucurônico) e betaxantinas (coloração amarelada, possuindo um anel di-hidropirínico como radical) (VOLP *et al.*, 2009).

Figura 3 - Estrutura química geral da betalaína (A: ácido betalâmico; B: caracteriza betacianinas ou betaxantinas, dependendo da identidade dos radicais R1 e R2).

$$R_1 \oplus R_2 \oplus B$$

A

HOOC

N

COOH

Fonte: Volp *et al.* (2009)

Dentre suas propriedades funcionais, as betalaínas são identificadas como antioxidantes naturais e demonstram potencial bioativo promissor. Efeito de quimioprevenção *in vitro* foi observado sobre diversas células, tais como Hep-G2, relacionadas ao câncer de fígado (KHAN *et al.*, 2012), e Caco-2, relacionadas a câncer colorretal (FARABEGOLI *et al.*, 2017). O efeito

antioxidante também é observado sobre a proteção de partículas de LDL-colesterol *ex vivo*, cuja oxidação é positivamente relacionada a doenças cardiovasculares (TESORIERE *et al.*, 2004). A capacidade antioxidante das betalaínas, verificada tanto *in vitro* quanto *in vivo* (VULIĆ *et al.*, 2014), tal como a dos compostos fenólicos, apresenta dependência do pH do meio, indicando a existência de um equilíbrio de desprotonação relevante na expressão da atividade (GLISZCZYŃSKA-ŚWIGłO; SZYMUSIAK; MALINOWSKA, 2006).

São fontes comestíveis conhecidas de betalaínas, além da beterraba, os frutos de cactos do gênero *Opuntia* (principalmente *Opuntia ficus indica*), a acelga e as pitayas (principalmente da espécie *Hylocereus polyrhizus*, conhecida como pitaya roxa) (GANDÍA-HERRERO; ESCRIBANO; GARCÍA-CARMONA, 2014). Diversos tipos de betalaínas já foram identificadas nessas últimas, tais como bougainvillein-r-I, betanina, isobetanina, filocactina, iso-filocactina, (6'-O-3-hidroxi-3-metil-glutaril)-betanina, seu C15-estereoisômero e (6'-O-3-hidroxi-3-butiril)-betanina. Além disso, a presença de betacianinas apiofuranosil é reportada tanto em polpas quanto em cascas de *Hylocereus spp*. (MERCADO-SILVA, 2018).

Enquanto pigmento, as betalaínas são reconhecidas por serem globalmente mais estáveis do que suas isocromáticas antocianinas que, em valores de pH acima de 3,5, apresentam coloração completamente diversa do arroxeado original, enquanto as primeiras são cromaticamente estáveis em uma faixa de pH que vai de 3 a 7, além de serem mais solúveis em água (HUSSAIN *et al.*, 2018). Além do pH, outros fatores influenciam positivamente a estabilidade das betalaínas, tais como o aumento de sua concentração, altos graus de glicosilação e acilação, baixas atividades de água (<0,63), presença de antioxidantes e agentes quelantes, baixas temperaturas, proteção de radiação UV e atmosfera nitrogenada. Ao contrário, fatores que diminuem sua estabilidade são a presença de enzimas degradantes (tais como peroxidases, polifenol oxidases e glucosidases), presença de cátions metálicos e altas concentrações de peróxidos (RODRIGUEZ-AMAYA, 2018). Betalaínas provenientes da casca de pitaya branca se mostraram estáveis em valores de pH entre 3,2 e 7,0 sob temperatura ambiente, resistindo também a temperaturas de 100 °C por 10 min e pH entre 3,7 e 5,5 (MELLO *et al.*, 2015).

3. ÁCIDOS ORGÂNICOS EM FRUTAS

As frutas, *in natura* ou processadas, têm valor comercial, nutricional e até mesmo cultural consideráveis, apresentando papéis importantes nos hábitos alimentares humanos. Seus conteúdos de ácidos orgânicos influenciam significativamente a dieta, as características

organolépticas da fruta e, em alguns casos, sua adequação para o processamento (WALKER; FAMIANI, 2018). A partir do seu papel na saúde humana, podemos destacar dois grupos de ácidos orgânicos importantes presentes em frutas e vegetais: o ácido ascórbico (vitamina C) e os ácidos clorogênicos (CGAs). Nas plantas, o ácido ascórbico funciona como antioxidante e cofator enzimático, desempenhando funções importantes em muitos processos fisiológicos, tais como crescimento e desenvolvimento, fotossíntese, foto-proteção, resistência ao estresse, controle do crescimento celular e biossíntese de hormônios e constituintes da parede celular. Os CGAs, por sua vez, são importantes por suas propriedades antioxidantes, constituindo os principais compostos fenólicos de produtos como café, morangos, abacaxi, maçã, girassol e mirtilo. (VALLARINO; OSORIO, 2019). Os ácidos mais frequentemente reportados como majoritários para frutas, no entanto, são os ácidos cítrico e málico, seguidos pelos ácidos quínico, tartárico e oxálico (WALKER; FAMIANI, 2018). Deve-se observar, ainda, que os perfis de ácidos orgânicos também variam conforme o grau de maturação dos frutos, seguindo uma tendência normalmente decrescente (WU *et al.*, 2019).

Em frutas como limão a concentração de ácido cítrico pode superar 5000 mg·100 g⁻¹_{massa} fresca enquanto, para pêssegos, o ácido majoritário é o málico e pode ultrapassar 2000 mg·100 g⁻¹_{massa fresca} e, em uvas, observa-se valores superiores a 1000 mg·100 g⁻¹_{massa fresca} tanto para o ácido málico quanto para o tartárico. Nas mesmas frutas, pode-se observar concentrações menores (0,05 – 75 mg·100 g ⁻¹_{massa fresca}) dos ácidos glutâmico, quínico, malônico, chiquímico, α-cetoglutárico, fumárico e succínico, contribuindo para a complexidade dos perfis (FLORES *et al.*, 2012). Servillo *et al.* (2011) reportam, ainda, presença de ácido pipecólico em frutas cítricas como limão, laranja e bergamota.

Dadas as suas importâncias destacadas anteriormente, a investigação dos ácidos orgânicos presentes em frutas, mesmo os minoritários e/ou menos reportados, é primordial para a compreensão da composição global do alimento, tanto se pensado para consumo *in natura* quanto se visado para o processamento.

4. PROCESSOS DE DESIDRATAÇÃO

Os processos de desidratação, termo utilizado para designar os métodos de secagem sob condições controladas, constituem o mais versátil conjunto de operações unitárias da engenharia de alimentos, sendo aplicáveis a materiais particulados, sólidos, pastosos e soluções. Com propósito principal de diminuir atividade de água, a atividade microbiológica e, como consequência, prolongar a vida útil, comercialmente o emprego desses processos serve a outros

interesses tecnológicos, tais como elaboração de ingredientes e diminuição do custo de logística, tendo como expoentes as bebidas instantâneas em pó, misturas secas para sopas, temperos, café e ingredientes em geral (ARAYA-FARIAS; RATTI, 2009). Visto suas múltiplas aplicabilidades, os processos de desidratação servem, ainda, como alternativa para diminuição do desperdício de produtos vegetais fora do padrão para comércio *in natura*.

A estratégia de remoção da água de alimentos como método de conservação data de mais de 5 mil anos atrás, quando populações chinesas e persas costumavam secar frutas e vegetais ao sol. Há indícios, ainda, que o *chuño*, preparado com batatas liofilizadas, tenha sido inventado há cerca de 3 mil anos na região dos Andes, considerado o primeiro produto alimentar processado por humanos (ARAYA-FARIAS; RATTI, 2009).

O mercado de frutas desidratadas, liderado pelas uvas secas, verificou na última década um crescimento médio de 16%, tendo ultrapassado 2,8 milhões de toneladas em 2017 – dos quais 42 % são correspondentes às uvas, seguidas pelas tâmaras com 36 %. A produção dessas frutas está concentrada em países tidos como "economias de renda média", ou seja, países cujas rendas *per capita* médias variam entre US\$ 1 046,00 e US\$ 12 746,00, tais como China, África do Sul, Costa do Marfim e Índia. Os maiores consumidores, no entanto, são economias de elevada renda média (rendas *per capita* anuais superiores a US\$ 12 746,00), tais como Estados Unidos, Austrália, países da Europa e Chile. O Brasil, apesar de apresentar grande diversidade de frutas e se enquadrar no padrão econômico dos maiores produtores, não apresenta posição de destaque nesse sentido, figurando apenas como importador de produtos argentinos (INC, 2017).

O grande potencial natural brasileiro, representado por sua abundância de espécies de frutas, e o crescente mercado observado para frutas desidratadas indicam um grande potencial a ser explorado, principalmente no que tange às frutas exóticas.

4.1. LIOFILIZAÇÃO

O processo de liofilização, embora considerado uma tecnologia inovadora, tem seus conceitos principais conhecidos pelos antigos incas peruanos dos Andes há cerca de 5 mil anos. Os Incas armazenavam batatas nas montanhas acima de Machu Picchu, onde as baixas temperaturas congelavam-nas e a água interna era, lentamente, eliminada por sublimação sob as baixas pressões do ar das altas altitudes (LOMBRAÑA, 2009). Por definição, a liofilização é o processo de desidratação onde a água é congelada e, posteriormente, sublimada diretamente da fase sólida para vapor através de aquecimento sob vácuo (HUA; LIU; ZHANG, 2010).

Como regra geral, a liofilização produz alimentos desidratados de melhor qualidade nutricional e tecnológica. Isto é atribuível à rigidez do estado congelado durante a remoção de água, uma vez que é, essencialmente, um processo de sublimação. O resultado é a aparição de uma matriz porosa que mantém a estrutura inicial e possibilita a reidratação completa e rápida, restabelecendo o alimento original, além de evitar a perda de voláteis e *flavors*. Ao mesmo tempo, as baixas temperaturas de processamento e a rápida transição do produto completo de uma estrutura hidratada inicial para a matriz desidratada minimiza as reações de deterioração que ocorrem durante a secagem convencional, como o escurecimento não-enzimático, reações enzimáticas e desnaturações proteicas (LOMBRAÑA, 2009).

O processo de liofilização compreende essencialmente três etapas: o congelamento da matriz, a sublimação da água não-ligada congelada e a evaporação da água ligada (BARBOSA-CÁNOVAS; VEGA-MERCADO, 1996). O comportamento genérico das etapas em relação a tempo e temperatura é exemplificado na figura 4.

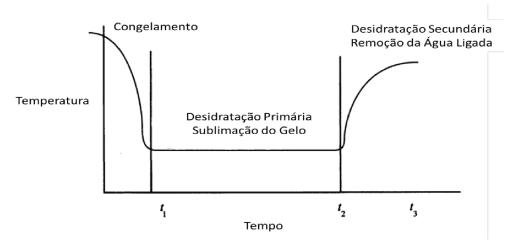


Figura 4 - Representação esquemática do comportamento de tempo e temperatura.

Fonte: Adaptado de Barbosa-Cánovas e Vega-Mercado (1996)

A temperatura e o tempo de congelamento são funções da concentração e da natureza dos solutos presentes na solução. No caso dos alimentos, a temperatura de congelamento é menor que a da água pura. Assim, como os solutos se tornam mais concentrados na porção não congelada da mistura, a temperatura do ponto de congelamento diminui continuamente até que toda a solução seja congelada. Na sequência tem início a desidratação primária, onde o calor latente de sublimação é fornecido por condução, radiação ou irradiação e a água livre é eliminada. Este processo é conduzido sob vácuo, de forma que o vapor de água gerado na interface de sublimação é removido através das camadas porosas externas do produto e

condensado, evitando seu retorno ao mesmo. Por fim, ocorre a eliminação da água não-congelável por evaporação. Nessa etapa deve-se controlar a taxa de calor fornecida, uma vez que a estrutura pode colapsar sob temperaturas muito elevadas (acima de 50 °C). Essa etapa leva cerca de um terço do tempo total de desidratação (BARBOSA-CÁNOVAS; VEGA-MERCADO, 1996).

Entre as vantagens do emprego do método de desidratação por liofilização se destacam a manutenção das características organolépticas e nutricionais, a facilidade de reidratação, a baixa densidade que resulta em menores custos de transporte e a não necessidade do emprego de aditivos. No entanto, a alta higroscopicidade do produto final torna necessário o uso de embalagens herméticas, sob vácuo ou gás inerte e que atuem como barreira à água. Além disso, a liofilização demanda um alto custo energético e um longo tempo de processamento, envolvendo também um elevado investimento inicial, o que aumenta substancialmente o custo do produto final (HUA; LIU; ZHANG, 2010).

Devido à alta qualidade dos produtos finais, o processo é reportado para elaboração de produtos com alto valor nutricional, sendo o método de desidratação onde mais se verificou retenção de compostos fenólicos para marmelos submetidos também a secagens convectivas e micro-ondas sob vácuo (SZYCHOWSKI et al., 2018), além de apresentar as melhores retenções de antocianinas para mirtilos, cerejas e morangos quando comparado com os métodos de secagem convectiva com ar quente e secagem por janela de refratância (NEMZER et al., 2018). O mesmo estudo, ainda, apontou superioridade dos produtos liofilizados em termos de compostos fenólicos, flavonoides, vitamina C e vitaminas do complexo B, além de menores perdas de cor, quando comparados às frutas desidratadas pelos outros métodos avaliados. Conclusões semelhantes foram obtidas a respeito da desidratação de toranjas em comparação a spray drying, onde as frutas liofilizadas apresentaram também melhores retenções de β-caroteno e α-tocoferol (AGUDELO et al., 2017). Pode-se dizer que há consenso quanto à liofilização ser um método capaz de produzir produtos desidratados de alta qualidade, no entanto os altos custos de processo dificultam a ampliação do uso para escala industrial no setor alimentício.

4.2. DESIDRATAÇÃO CONVECTIVA TRADICIONAL

A preservação de alimentos via secagem com ar é utilizada no mundo todo há séculos e continua sendo uma opção para suprir a demanda por alimentos desidratados de alta qualidade e prolongada vida útil. A desidratação convectiva é uma operação combinada de transferência de calor e massa. Sua modelagem e otimização requerem entendimento dos mecanismos de

transporte internos e interfaciais do alimento e do ar, além do conhecimento das propriedades termofísicas, de equilíbrio e de transporte. A transferência de energia depende primordialmente das temperaturas do ar e do alimento, do fluxo de ar e da superfície de contato do material. Internamente, a transferência de umidade é governada pela natureza do alimento, incluindo composição e estrutura, temperatura, pressão e conteúdo de água. A transferência de umidade do material para o ar, por sua vez, depende da atividade de água na superfície, da umidade e fluxo do ar, da área de exposição do alimento e da pressão (CARRÍN; CRAPISTE, 2006).

A configuração básica de um secador convectivo é uma câmara onde o alimento é posicionado, equipada com um soprador e dutos que permitem a circulação de ar (aquecido ou não) através do material. Esses secadores são amplamente utilizados na fabricação de *cookies*, frutas e vegetais desidratados e *pet foods* (BARBOSA-CÁNOVAS; VEGA-MERCADO, 1996).

As cinéticas de secagem convectiva são referentes às mudanças no conteúdo médio de umidade do material e na sua temperatura, em relação ao tempo. Elas são necessárias para calcular a quantidade de água evaporada, o tempo de secagem, o consumo energético e para avaliar a qualidade do produto (CARRÍN; CRAPISTE, 2006). Uma ilustração de curvas típicas de secagem para um processo de desidratação convectiva onde a temperatura inicial do produto é inferior à do processo é apresentada na figura 5.

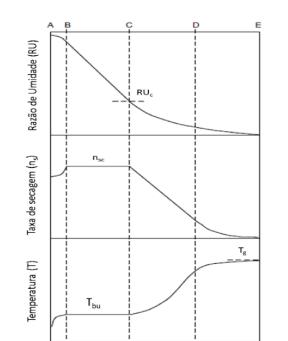


Figura 5 - Perfis típicos de umidade, taxa de secagem e temperatura durante desidratação de alimentos.

 RU_c : razão de umidade crítica; n_{sc} : taxa de secagem constante; T_{bu} : temperatura de bulbo úmido; T_g : temperatura do gás

Tempo (t)

Fonte: Adaptado de Carrín e Crapiste (2006)

A razão de umidade (RU, adimensional) e a taxa de secagem (n_s) são calculadas, respectivamente, como explicitado nas equações 1 e 2:

$$RU = \frac{X(t) - X_e}{X_0 - X_e} \tag{1}$$

onde X(t) é a umidade $(g_{\text{água}} \cdot g_{ss}^{-1})$ do produto no tempo t, X_e é a umidade de equilíbrio e X_0 é a umidade inicial;

$$n_s = -\frac{m_s}{A_s} \frac{dX}{dt} = -\frac{\rho_s}{a_v} \frac{dX}{dt}$$
 (2)

onde m_s é a massa do sólido seco, ρ_s é a densidade do sólido seco, A_s é a área externa exposta à secagem e a_v é área por unidade de volume. Desta forma, n_s tem dimensões de massa de água por unidade de área multiplicada por unidade de tempo.

A linha A-B representa o início do processo de secagem, onde o material é aquecido e a umidade da superfície começa a evaporar. O período B-C consiste no primeiro período de secagem, também chamado de período de taxa de secagem constante, quando a umidade do produto decresce linearmente com o tempo e a taxa de secagem corresponde à inclinação dessa linha. O ponto C, onde ocorre a inflexão da curva, é chamado de ponto crítico, e corresponde ao momento em que a umidade da superfície começa a diminuir. O segundo período de secagem, ou período de taxa de secagem decrescente, representado pelas linhas C-D-E, é caracterizado pela aproximação assintótica da razão de umidade à umidade de equilíbrio. O período C-D é chamado de primeiro período de taxa decrescente, sendo o ponto D caracterizado pela superfície externa completamente seca. Em alguns casos, nenhuma descontinuidade acentuada ocorre no ponto D, e a mudança de parcialmente molhada para condições completamente secas na superfície é tão gradual que nenhuma mudança brusca é detectável. O segundo período de taxa decrescente começa neste ponto quando a superfície está completamente seca. O plano de evaporação recua lentamente da superfície e, à medida que o teor de umidade diminui, a resistência interna para transferência de massa aumenta podendo, então, se tornar a etapa predominante enquanto a temperatura do produto se aproxima da temperatura de bulbo seco do ar. O teor de umidade atinge, assintoticamente, o valor de equilíbrio na umidade relativa e temperatura do ar (CARRÍN; CRAPISTE, 2006).

A secagem convectiva tende a continuar entre as principais técnicas de desidratação em nível industrial, principalmente devido ao seu baixo custo e facilidade de controle do processo. No entanto, o aprimoramento de técnicas, de equipamentos e de pré-tratamentos é primordial para contornar problemas recorrentes nesse tipo de processo, tais como a degradação de compostos voláteis e vitaminas e alterações de cor associadas à utilização de temperaturas elevadas e a não-uniformidade do processo em todo o volume do produto (BARBOSA-CÁNOVAS; VEGA-MERCADO, 1996).

Mesmo sendo o mais simples dos processos de desidratação, a secagem convectiva ainda é reportada como uma tecnologia que fornece resultados interessantes no setor alimentício no que tange à qualidade dos produtos obtidos. Seu emprego no processamento de resíduos (casca e semente) de abacate, em condições de desidratação otimizadas, resulta em produtos com cerca de 70 % de retenção de compostos fenólicos e atividade antioxidante, representando uma alternativa econômica para valorização daqueles resíduos (SAAVEDRA *et al.*, 2017). O processo também foi proposto para valorização de resíduos de manga (WILKINS *et al.*, 2018),

para desidratação de cerejas marroquinas (OUAABOU *et al.*, 2018) e de fruta do espinheiro, atingindo características satisfatórias de reidratação e *shrinkage* (ARAL; BESE, 2016).

4.3. DESIDRATAÇÃO CONVECTIVA EM LEITO DE ESPUMA

Segundo Bender (2006), a secagem em leito de espuma é definida como um "processo onde um concentrado líquido é batido em espuma com a ajuda de um agente espumante, espalhado em uma bandeja e seco em uma corrente de ar quente. O produto obtido pode ser reconstituído muito rapidamente com água devido à estrutura fina da espuma". Este processo (foam-mat drying) foi patenteado por Morgan, Randall e Graham em 1958, com patente concedida em 1961. A estrutura da espuma permite uma maior superfície de contato com o ar, resultando em um processo de transferência mais rápido, homogêneo e eficiente, permitindo o uso de temperaturas mais brandas e, consequentemente, a obtenção de produtos de maior qualidade (KUDRA, 2006).

O líquido a ser submetido à secagem em leito de espuma deve apresentar concentrações de sólidos e/ou proteínas que garantam a formação de uma espuma estável. Este requisito pode ser alcançado através da adição de agentes espumantes de fonte proteica, tais como ovoalbumina e soro de leite e/ou de polímeros comestíveis, como alginato, carboximetilcelulose, entre outros. A proporção de agente espumante adicionado varia entre 0,1 e 2 % em base úmida e a concentração de sólidos mínima recomendada pelos elaboradores da patente é de 20 % em massa (EIBAK *et al.*, 2012; KANDASAMY *et al.*, 2012; SEERANGURAYAR *et al.*, 2017; MORGAN *et al.*, 1961).

A formação da espuma dá-se mais comumente através de três métodos distintos (A *et al.*, 2015):

- Borbulhamento (bubbling ou sparging): consiste em borbulhar ar, através de um orifício, em um líquido. Nesse caso, o tamanho das bolhas é definido pelo diâmetro do orifício por onde o ar é soprado;
- Batimento (whipping ou beating): consiste na incorporação de um grande volume de ar em uma certa quantidade de líquido, através da ação de um agitador mecânico, de tal forma que o ar seja aprisionado na forma de grandes bolhas e estas, subsequentemente, sejam quebradas em bolhas menores, resultando em uma dispersão homogênea do ar em todo o volume do líquido. O tamanho final das bolhas depende das propriedades reológicas do líquido, da velocidade do agitador e da geometria do equipamento;

 Agitação (shaking): consiste na agitação vigorosa do líquido, onde o volume de ar incorporado depende da frequência e da amplitude da agitação, da forma do recipiente, da temperatura e da composição do líquido. Nesse processo a incorporação é mais lenta do que nos demais citados, sendo preterido para aplicação em larga escala.

Normalmente, é desejável limitar o aumento de volume a cerca de 5 vezes o volume de concentrado original para evitar que os produtos tenham uma densidade aparente muito baixa. Isto é, se forem adicionadas quantidades excessivas de gás ao concentrado, os produtos desidratados, apesar de serem completamente adequados do ponto de vista da reidratação, sabor e cor, exigirão um recipiente demasiado grande para embalar um peso unitário do produto (MORGAN *et al.*, 1961).

A estratégia de espumar um material líquido ou semilíquido antes da submissão ao processo de desidratação também serve a fins econômicos, uma vez que diminui a demanda energética da operação em termos de tempo e temperatura, o que destaca o método como alternativa economicamente mais viável do que a liofilização e, ao mesmo tempo, termicamente menos agressiva do que a secagem convectiva tradicional (A *et al.*, 2015).

O processo foi utilizado com sucesso para o desenvolvimento de um pó de beterraba, com o emprego de ovoalbumina e gelatina de peixe como agentes espumantes e resultou em um produto com boas características de higroscopicidade, atividade de água e cor (NG; SULAIMAN, 2018). Também foi utilizado para desidratação de suco de limão utilizando ovoalbumina como agente espumante (DEHGHANNYA et al., 2018) e para desidratação de suco de yacon com ovoalbumina como agente espumante (FRANCO et al., 2015), ambos apontando resultados favoráveis quanto à qualidade dos produtos obtidos. Ainda, reporta-se pouca perda relativa de atividade antioxidante entre a desidratação de suco de jambolão por liofilização e em leito de espuma com Emustab, Super Liga Neutra e maltodextrina como agentes espumantes (CARVALHO et al., 2017), indicando que o processo pode ser uma alternativa mais viável à liofilização sem impacto significativo na qualidade dos produtos finais.

REFERÊNCIAS

A, S.; VENKATACHALAM, S.; JOHN, S.G.; KUPPUSWAMY, K. Foam Mat Drying of Food Materials: A Review. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 39, n. 6, p. 3165–3174, 2015

AGUDELO, C.; BARROS, L.; SANTOS-BUELGA, C. Phytochemical content and antioxidant activity of grapefruit (Star Ruby): A comparison between fresh freeze-dried fruits and different powder formulations. **LWT**, [s.l.], v. 80, p.106-112, jul. 2017. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2017.02.006.

ARAL, S.; BESE, A. V. Convective drying of hawthorn fruit (Crataegus spp.): Effect of experimental parameters on drying kinetics, color, shrinkage, and rehydration capacity. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 210, p.577-584, nov. 2016. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.04.128.

ARAYA-FARIAS, M.; RATTI, C. Dehydration of Foods: General Concepts. In: RATTI, Cristina. **ADVANCES in FOOD DEHYDRATION.** Boca Raton: CRC Press, 2009. Cap. 1. p. 1-36

BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; VEGA-MERCADO, H. **DEHYDRATION OF FOODS.** Dordrecht: Springer, 1996. 340 p.

BELLEC, F. L.; VAILLANT, F. Pitahaya (pitaya) (Hylocereus spp.). In: YAHIA,

Elhadi. **Postharvest Biology and Technology of Tropical and Subtropical Fruits:** Volume 4: Mangosteen to White Sapote. Oxford: Woodhead Publishing Limited, 2011. Cap. 12. p. 247-273.

BENDER, D. A. **Benders' dictionary of nutrition and food technology.** 8. ed. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2006. 550 p.

BRASIL. COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Prohort.** 2020. Disponível em: http://dw.ceasa.gov.br. Acesso em: 29 jan. 2020.

CARRÍN, M. E.; CRAPISTE, G. H. Convective Drying of Foods. In: RATTI, Cristina. **ADVANCES in FOOD DEHYDRATION.** Boca Raton: CRC Press, 2006. Cap. 5. p. 123-147.

CARVALHO, T. I. M.; NOGUEIRA, T. Y. K.; MAURO, M. A. Dehydration of jambolan [Syzygium cumini (L.)] juice during foam mat drying: Quantitative and qualitative changes of the phenolic compounds. **Food Research International**, [s.l.], v. 102, p.32-42, dez. 2017. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.068.

CROFT, Kevin D.; YAMASHITA, Yoko; O'DONOGHUE, Helen; SHIRASAYA, Daishi; WARD, Natalie C.; ASHIDA, Hitoshi. Screening plant derived dietary phenolic compounds for bioactivity related to cardiovascular disease. **Fitoterapia**, [s.l.], v. 126, p.22-28, abr. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.fitote.2017.12.002.

DEHGHANNYA, J.; POURAHMAD, M.; GHANBARZADEH, B. Influence of foam thickness on production of lime juice powder during foam-mat drying: Experimental and numerical investigation. **Powder Technology**, [s.l.], v. 328, p.470-484, abr. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2018.01.034.

EIBAK, L. E. E.; HEGGE, A. B.; RASMUSSEN, K. E.; PEDERSEN-BJEERGAARD, S. GJELSTAD, A. Alginate and Chitosan Foam Combined with Electromembrane Extraction for Dried Blood Spot Analysis. **Analytical Chemistry**, [s.l.], v. 84, n. 20, p.8783-8789, 2012.

ESQUIVEL, P.; STINTZING, F.; CARLE, R.. Comparison of morphological and chemical fruit traits from different pitaya genotypes (Hylocereus sp.) grown in Costa Rica. **Journal Of Applied Botany And Food Quality**, [s.l.], n. 85, p.7-14, 2007.

FARABEGOLI, F. *et al.* Betalains increase vitexin-2-O-xyloside cytotoxicity in CaCo-2 cancer cells. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 218, p.356-364, mar. 2017. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.09.112.

FERNANDES, Denison Ramalho; MOREIRA, Rodrigo Amato; CRUZ, Maria do Céu Monteiro da; RABELO, Josimara Mendes; OLIVEIRA, Jéssica de. Improvement of production and fruit quality of pitayas with potassium fertilization. **Acta Scientiarum. Agronomy**, [s.l.], v. 40, n. 1, p.1-9, 1 mar. 2018. Universidade Estadual de Maringa. http://dx.doi.org/10.4025/actasciagron.v40i1.35290.

FLORES, Pilar; HELLÍN, Pilar; FENOLL, José. Determination of organic acids in fruits and vegetables by liquid chromatography with tandem-mass spectrometry. **Food Chemistry**,

[s.l.], v. 132, n. 2, p.1049-1054, maio 2012. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.10.064.

FRANCO, T. S.; PERUSSELLO, C. A.; ELLENDERSEN, L. S. N. Foam mat drying of yacon juice: Experimental analysis and computer simulation. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 158, p.48-57, ago. 2015. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.02.030.

FREITAS, Sérgio Tonetto de; MITCHAM, Elizabeth Jeanne. Quality of pitaya fruit (Hylocereus undatus) as influenced by storage temperature and packaging. **Scientia Agricola**, [s.l.], v. 70, n. 4, p.257-262, ago. 2013. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/s0103-90162013000400006.

GANDÍA-HERRERO, Fernando; ESCRIBANO, Josefa; GARCÍA-CARMONA, Francisco. Biological Activities of Plant Pigments Betalains. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [s.l.], v. 56, n. 6, p.937-945, 13 ago. 2014. Informa UK Limited. http://dx.doi.org/10.1080/10408398.2012.740103.

GLISZCZYŃSKA-ŚWIGłO, A.; SZYMUSIAK, H.; MALINOWSKA, P.. Betanin, the main pigment of red beet: Molecular origin of its exceptionally high free radical-scavenging activity. **Food Additives And Contaminants**, [s.l.], v. 23, n. 11, p.1079-1087, nov. 2006. Informa UK Limited. http://dx.doi.org/10.1080/02652030600986032.

GREY, Carl; WIDÉN, Cecilia; ADLERCREUTZ, Patrick; RUMPUNEN, Kimmo; DUAN, Rui-Dong. Antiproliferative effects of sea buckthorn (Hippophae rhamnoides L.) extracts on human colon and liver cancer cell lines. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 120, n. 4, p.1004-1010, jun. 2010. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.11.039.

HUA, T.-C.; LIU, B.-L.; ZHANG, H. Freeze-drying of pharmaceutical and food products. Beijing, China: CRC Press, 2010. 274 p.

HUSSAIN, E. A.; SADIQ, Z.; ZIA-UL-HAQ, M. Chemistry of Betalains. **Betalains**: Biomolecular Aspects, [s.l.], p.33-56, maio 2018. Springer International Publishing. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-95624-4 3.

INTERNATIONAL NUT AND DRIED FRUIT COUNCIL - INC. **STATISTICAL YEARBOOK 2017/2018.** Reus, Spain: Inc, 2017. 76 p. Disponível em:

https://www.nutfruit.org/files/tech/1524481168_INC_Statistical_Yearbook_2017-2018.pdf>. Acesso em: 13 ago. 2018.

JAAFAR, Ruzainah Ali; RAHM, Ahmad Ridhwan Bin Abdul; MAHMOD, Nor Zaini Che. Proximate Analysis of Dragon Fruit (Hylecereus polyhizus). **American Journal Of Applied Sciences**, [s.l.], v. 6, n. 7, p.1341-1346, 1 jul. 2009. Science Publications. http://dx.doi.org/10.3844/ajassp.2009.1341.1346.

JAYAKUMAR, Rajarajeswaran; KANTHIMATHI, M.s.. Inhibitory effects of fruit extracts on nitric oxide-induced proliferation in MCF-7 cells. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 126, n. 3, p.956-960, jun. 2011. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.093.

KANDASAMY, P.; VARADHARAJU, N.; KALEMULLAH, S.; MALADHI, D. Optimization of process parameters for foam-mat drying of papaya pulp. **Journal of Food Science and Technology**, [s.l.], v. 51, n. 10, p.2526-2534, 23 ago. 2012.

KHAN, Mohammad Imtiyaj *et al.* Pigment identification, nutritional composition, bioactivity, and in vitro cancer cell cytotoxicity of Rivina humilis L. berries, potential source of betalains. **Lwt**, [s.l.], v. 47, n. 2, p.315-323, jul. 2012. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2012.01.025.

KUDRA, T. Energy Aspects in Food Dehydration. In: RATTI, Cristina. **ADVANCES in FOOD DEHYDRATION.** Boca Raton: CRC Press, 2006. Cap. 14. p. 423-443.

LAP, L. N. T. Demand Trend, Market, Price Development and Promotional Requirements for Dragon Fruit. In: International Symposium on Superfruits: Myth or Truth?, 1., 2013, Ho Chi Minh City. **Proceedings...** Ho Chi Minh City, Vietnam: Food and Agriculture Organization of The United Nations (FAO), 2013. p. 1 - 31. Disponível em: http://www.itfnet.org/Download/Superfruit2013/Main_Session_2/LAP_Market_for_dragonfruit.pdf. Acesso em: 16 jul. 2018.

LOMBRAÑA, J.I. Tendencies in Freeze-Drying of Foods. In: RATTI, Cristina. **ADVANCES** in FOOD DEHYDRATION. Boca Raton: CRC Press, 2009. Cap. 8. p. 209-233.

LV, Yibing; HAO, Ji; LIU, Chang; HUANG, Huiqi; MA, Yuanren; YANG, Xinzhou; TANG, Li. Anti-diabetic effects of a phenolic-rich extract from *Hypericum attenuatum* Choisy in KK-

Ay mice mediated through AMPK /PI3K/Akt/GSK3β signaling and GLUT4, PPARγ, and PPARα expression. **Journal Of Functional Foods**, [s.l.], v. 61, p.1-13, out. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jff.2019.103506.

MELLO, F. R.; BERNARDO, C.; DIAS, C. O.; GONZAGA, L.; AMANTE, E. R.; FETT, R.; CANDIDO, L. M. B. Antioxidant properties, quantification and stability of betalains from pitaya (Hylocereus undatus) peel. **Ciência Rural**, [s.l.], v. 45, n. 2, p.323-328, 21 fev. 2015. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/0103-8478cr20140548.

MERCADO-SILVA, Edmundo M., Pitaya— Hylocereus undatus (Haw). **Exotic Fruits**, [s.l.], p.339-349, 2018. Elsevier. http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-803138-4.00045-9.

MORGAN, A. I.; RANDALL, J. M.; GRAHAM, R. P. **PROCESS OF DEHYDRATING FRUIT AND VEGETABLE JUICES**. US n° 2967109, 30 out. 1958, 03 jan. 1961. United States Patent Office, 1961

NEMZER, B.; VARGAS, L.; XIA, X. Phytochemical and physical properties of blueberries, tart cherries, strawberries, and cranberries as affected by different drying methods. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 262, p.242-250, out. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.04.047.

NG, M. L.; SULAIMAN, R. Development of beetroot (*Beta vulgaris*) powder using foam mat drying. **Lwt**, [s.l.], v. 88, p.80-86, fev. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2017.08.032.

OUAABOU, R.; NABIL, B.; HIDAR, N. Valorization of solar drying process in the production of dried Moroccan sweet cherries. **Solar Energy**, [s.l.], p.1-7, jul. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.solener.2018.05.079.

PITAYA DO BRASIL. **Sobre a Pitaya.** 2018. Disponível em: https://www.pitayadobrasil.com.br>. Acesso em: 25 ago. 2018.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Betalains. **Reference Module In Food Science**, [s.l.], p.1-6, jun. 2018. Elsevier. http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-08-100596-5.21607-7.

SAAVEDRA, J.; CÓRDOVA, A.; NAVARRO, R. Industrial avocado waste: Functional compounds preservation by convective drying process. **Journal of Food Engineering**, [s.l.], v. 198, p.81-90, abr. 2017. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2016.11.018.

SANTA CATARINA. EMPRESA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. . **A Pitaya na agricultura familiar.** 2019. Disponível em:

https://www.epagri.sc.gov.br/index.php/2019/03/05/a-pitaya-na-agricultura-familiar/. Acesso em: 29 jan. 2020.

SEERANGURAYAR, T.; MANICKAVASAGAN, A.; AL-ISMAILI, A. M. Effect of carrier agents on flowability and microstructural properties of foam-mat freeze-dried date powder. **Journal of Food Engineering**, [s.l.], v. 215, p.33-43, dez. 2017.

SERVILLO, Luigi *et al.* Occurrence of Pipecolic Acid and Pipecolic Acid Betaine (Homostachydrine) in Citrus Genus Plants. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [s.l.], v. 60, n. 1, p.315-321, 29 dez. 2011. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/jf204286r.

SONG, H.; ZHENG, Z.; WU, J.; LAI, J.; CHU, Q.; ZHENG, X. White Pitaya (Hylocereus undatus) Juice Attenuates Insulin Resistance and Hepatic Steatosis in Diet-Induced Obese Mice. **Plos One**, [s.l.], v. 11, n. 2, p.1-14, 25 fev. 2016. Public Library of Science (PLoS). http://dx.doi.org/10.1371/journal.pone.0149670

SUH, Dong Ho; LEE, Sunmin; HEO, Do Yeon; KIM, Young-Suk; CHO, Somi Kim; LEE, Sarah; LEE, Choong Hwan. Metabolite Profiling of Red and White Pitayas (Hylocereus polyrhizus and Hylocereus undatus) for Comparing Betalain Biosynthesis and Antioxidant Activity. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [s.l.], v. 62, n. 34, p.8764-8771, 14 ago. 2014. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/jf5020704.

SZYCHOWSKI, P. J.; LECH, K.; SENDRA-NADAL, E. Kinetics, biocompounds, antioxidant activity, and sensory attributes of quinces as affected by drying method. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 255, p.157-164, jul. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.02.075.

TESORIERE, Luisa *et al.* Absorption, excretion, and distribution of dietary antioxidant betalains in LDLs: potential health effects of betalains in humans. **The American Journal Of**

Clinical Nutrition, [s.l.], v. 80, n. 4, p.941-945, 1 out. 2004. Oxford University Press (OUP). http://dx.doi.org/10.1093/ajcn/80.4.941.

VALLARINO, José G.; OSORIO, Sonia. Organic Acids. **Postharvest Physiology And Biochemistry Of Fruits And Vegetables**, [s.l.], p.207-224, 2019. Elsevier. http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-813278-4.00010-5.

VULIĆ, Jelena J. *et al.* In vivo and in vitro antioxidant effects of beetroot pomace extracts. **Journal Of Functional Foods**, [s.l.], v. 6, p.168-175, jan. 2014. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jff.2013.10.003.

WALKER, R.; FAMIANI, F.. Organic Acids in Fruits: Metabolism, Functions and Contents. In: WARRINGTON, I.. **Horticultural Reviews, Volume 45.** [s.l.]: John Wiley & Sons, Inc, 2018. p. 371-431

WICHIENCHOT, S.; JATUPORNPIPAT, M.; RASTALL, R. A. Oligosaccharides of pitaya (dragon fruit) flesh and their prebiotic properties. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 120, n. 3, p.850-857, jun. 2010. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.11.026.

WILKINS, R.; BRUSEY, J.; GAURA, E. Modelling uncontrolled solar drying of mango waste. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 237, p.44-51, nov. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.05.012.

WU, Yawei *et al.* Metabolic Profiling of Pitaya (Hylocereus polyrhizus) during Fruit Development and Maturation. **Molecules**, [s.l.], v. 24, n. 6, p.1114-1130, 20 mar. 2019. MDPI AG. http://dx.doi.org/10.3390/molecules24061114.

CAPÍTULO 2 – POTENCIAL BIOATIVO DE POLPAS FRESCAS DE PITAYA

BRANCA (*Hylocereus undatus*) E ROXA (*Hylocereus polyrhizus*): caracterização, perfis
de compostos bioativos e atividade antioxidante

RESUMO

O presente estudo identificou diferenças significativas entre as polpas de Hylocereus undatus (pitaya de polpa branca) e *Hylocereus polyrhizus* (pitaya de polpa roxa), orgânicas e cultivadas sob mesmas condições edafoclimáticas. A primeira apresentou maiores rendimentos de polpa descaroçada (64 % m/m) frente a segunda (46 % m/m), refletindo o menor tamanho dos frutos de polpa roxa. Também foram observadas diferenças relevantes entre os valores de pH (4,24 e 4,77) e acidez total titulável (491,45 e 273,71 mgácido málico 100g-1 massa seca), além da esperada diferença entre as colorações. Identificou-se uma diferença significativa entre o conteúdo fenólico total da polpa roxa (3,66 mg_{GAE}·g⁻¹_{massa seca}) em relação ao da branca (0,92 mg_{gae}·g⁻¹ ¹_{massa seca}), que foi confirmada pelo ensaio de atividade antioxidante pelo método FRAP (11,84 versus 2,91 µmol_{Trolox}·g_{massa seca}). O ensaio através do método DPPH, no entanto, não demonstrou diferença significativa (6,31 versus 5,16 µmol_{Trolox}·g_{massa seca}). A polpa roxa apresentou, ainda, teor de betalaínas de 389,68 mg_{betanina}· 100 g⁻¹_{matéria seca}, enquanto a branca não apresenta o pigmento. Os perfis de compostos fenólicos entre as duas polpas foram expressivamente distintos, tendo a polpa roxa os compostos rutina, hesperidina, ácido ferúlico, ácido sinápico e isoquercetina como majoritários, enquanto na branca identificou-se predominantemente ácido clorogênico, rutina, hesperidina, ácido sinápico e pinocembrim. Em relação aos perfis de ácidos orgânicos, as pitayas se diferem em relação aos ácidos láctico e glucônico (observados apenas na polpa roxa) e nas concentrações dos demais (ácidos pipecólico, ascórbico, propiônico, fórmico, cítrico e málico – sendo este último o majoritário em ambas). Ainda, o relato de ácido pipecólico na pitaya de polpa roxa, assim como na família Cactaceae em geral, não tem precedentes na literatura. Esses resultados colaboram significativamente para o banco de dados de conhecimento sobre a composição dos frutos das duas espécies de Hylocereus estudadas, contribuindo para a consolidação de seus status como produtos exóticos interessantes nutricional e tecnologicamente.

Palavras-chave: Superfruta. Compostos fenólicos. Ácidos orgânicos. Betalaínas. Ácido pipecólico. Rutina. Hesperidina. Ácido clorogênico.

ABSTRACT

The present study identified significant differences between the pulps of Hylocereus undatus (white pulp Dragon fruit) and Hylocereus polyrhizus (purple pulp Dragon fruit), both organic and grown under the same edaphoclimatic conditions. The first showed higher yields of ginned pulp (64 % w / w) compared to the second (46 % w / w), reflecting the smaller size of the purple pulp Dragon fruits. Significant differences were also observed between pH values (4.24 and 4.77) and total titratable acidity (491.45 and 273.71 mg malic acid · 100g⁻¹_{dry mass}), in addition to the expected difference between its' colors. A significant difference was identified between the total phenolic content of the purple pulp (3.66 mg_{GAE}·g⁻¹_{dry mass}) compared to that of the white pulp (0.92 mg_{GAE}·g⁻¹_{dry mass}), which was confirmed by the antioxidant activity test by the FRAP method (11.84 versus 2.91 µmol_{Trolox}·g⁻¹_{dry mass}). The test using the DPPH method, however, showed no significant difference (6.31 versus 5.16 μmol_{Trolox}· g⁻¹_{dry mass}). The purple pulp also had a betalain content of 389.68 mg_{betanine}· 100 g⁻¹_{dry matter}, while the white one does not have the pigment. The profiles of phenolic compounds between the two pulps were significantly different, with the purple pulp showing the compounds rutin, hesperidin, ferulic acid, synapic acid and isoquercetin as major, while in white it were predominantly identified chlorogenic acid, rutin, hesperidin, synapic acid and pinocembrim. Regarding the organic acid profiles, Dragon fruits differ in relation to lactic and gluconic acids (observed only in the purple pulp) and in the concentrations of the others (pipecolic, ascorbic, propionic, formic, citric and malic acids - the latter being the majority in both). Furthermore, the report of pipecolic acid principally in the purple pulp Dragon fruit, as well as in the Cactaceae family in general, has no precedent in the literature. These results contribute significantly to the knowledge database on the composition of the fruits from the two species of *Hylocereus* studied, contributing to the consolidation of their status as nutritionally and technologically interesting exotic products.

Keywords: Superfruit. Phenolic compounds. Organic acids. Betalains. Pipecolic acid. Rutin. Hesperidin. Chlorogenic acid.

1. INTRODUÇÃO

A pitaya (*Hylocereus spp*.), também conhecida como *dragon fruit*, *pitahaya*, *pitajaya*, *pitajuia*, *pitalla* ou *pithaya*, pertence à família *Cactaceae* e é originária das Américas Tropicais e Subtropicais. Dentre as espécies comercializadas se destacam a *Hylocereus polyrhizus*, cuja casca e polpa são roxas, e a *Hylocereus undatus*, caracterizada por sua casca avermelhada e polpa branca (YAHIA, 2011). Apesar do crescimento do mercado de frutas exóticas, há poucas informações sobre a composição da polpa, no entanto estudos insipientes indicam que é uma fonte promissora de compostos bioativos, além de polissacarídeos que atuam como fibra alimentar. Inúmeros benefícios já foram relacionados ao consumo diário de pitaya, relatada como fonte de vitamina C e outros antioxidantes, principalmente compostos fenólicos e betalaínas (MERCADO-SILVA, 2018).

Os compostos fenólicos são os metabólitos secundários mais abundantes nas frutas, possuindo um anel aromático com um ou mais substituintes hidroxila e compreendendo uma gama considerável de substâncias (MACHEIX et al., 1990). Sua presença em polpas de pitaya branca já foi associada à atividade antiproliferativa sobre células MCF-7, relacionadas ao câncer de mama humano (JAYAKUMAR; KANTHIMATHI, 2011). A literatura disponível aponta que o conteúdo fenólico total das frutas está intimamente relacionado à sua capacidade antioxidante e a efeitos positivos à saúde, embora as informações sobre seus perfis ainda sejam escassas.

Como afirmado anteriormente, a pitaya é rica em betalaínas, compostos pigmentados N-heterocíclicos solúveis em água que contêm ácido betalâmico como grupo cromóforo e, tal como os compostos fenólicos, exibem expressiva atividade antioxidante (KHAN *et al.*, 2012; GANDÍA-HERRERO; ESCRIBANO; GARCÍA-CARMONA, 2014). Eles estão presentes em alguns vegetais comestíveis como beterraba, figo-da-Índia, amaranto e pitaya, todos da ordem *Caryophyllales* (KOSS-MIKOŁAJCZYK *et al.*, 2019; WU *et al.*, 2019).

Além dos compostos supracitados, os ácidos orgânicos também têm importantes efeitos na dieta, afetam o sabor da fruta e, em alguns casos, sua adequação para o processamento. Dentre os ácidos mais frequentemente reportados em frutas se encontram o cítrico, málico, tartárico, oxálico e ascórbico e desempenham um papel importante na palatabilidade e aceitação dos produtos delas derivados (WALKER; FAMIANI, 2018). Por outro lado, a investigação de ácidos menos frequentemente reportados, como o ácido pipecólico, também é relevante, uma

vez que existem lacunas na literatura em relação à sua presença em frutas, tanto *in natura* quanto processadas.

É importante ressaltar que todos os parâmetros avaliados podem variar conforme a safra, região, época, clima, solo, entre outros parâmetros de cultivo (ALVES *et al.*, 2008). Sendo assim, para que uma comparação entre espécies distintas seja mais representativa, a influência dessa variável pode ser minimizada ao se avaliar frutos obtidos sob as mesmas condições edafoclimáticas – ou seja, provenientes do mesmo local, na mesma época. Por conseguinte, o presente estudo propõe uma investigação comparativa entre polpas de pitaya branca (*Hylocereus undatus*) e roxa (*Hylocereus polyrhizus*), provenientes da mesma zona edafoclimática, em termos de propriedades físico-químicas globais, conteúdo e atividades antioxidantes, perfis de compostos fenólicos e perfis de ácidos orgânicos visando, assim, contribuir para o conhecimento sobre a composição das pitayas e fornecer informações potencialmente úteis para aplicações alimentares e/ou farmacológicas.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é realizar uma investigação comparativa entre a composição e teor de compostos bioativos, bem como atividade antioxidante, de polpas de pitaya branca (*Hylocereus undatus*) e roxa (*Hylocereus polyrhizus*) cultivados sob as mesmas condições edafoclimáticas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos do presente estudo são:

- a) Comparar os rendimentos e características de cor entre as polpas;
- b) Quantificar e comparar propriedades físico-químicas das polpas em termos de pH, acidez titulável e umidade;
- c) Quantificar e comparar os teores de compostos fenólicos totais e betalaínas presentes nas polpas;
- d) Determinar a capacidade antioxidante das polpas através de métodos de redução radicalar (DPPH) e do ferro (FRAP);
- e) Identificar compostos fenólicos presentes e comparar os perfis obtidos;
- f) Identificar ácidos orgânicos presentes e comparar os perfis obtidos;
- g) Selecionar uma das polpas (branca ou roxa) para avaliação do potencial tecnológico voltado à desidratação.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATÉRIAS-PRIMAS E REAGENTES

As pitayas brancas e roxas (28 frutos) foram doadas por produtores orgânicos de Turvo/SC (latitude 28° 75'34" S, longitude 49° 40'45" W) da fazenda Recanto das Pitayas e colhidos 34 dias após a floração, entre dezembro de 2018 e fevereiro de 2019.

Os reagentes de Folin-Ciocalteu, 1,1-difenil-2-picril-hidrazil (DPPH), ácido 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcroman-2-carboxílico (Trolox) e 2,4,6-tris (2 - piridil) -s-triazina (TPTZ) foram adquiridos na Sigma-Aldrich (Brasil). Carbonato de sódio, ácido gálico, ácido clorídrico, metanol P.A. e cloreto de ferro (III) foram adquiridos da Neon (Brasil).

3.2 PRÉ-TRATAMENTO E RENDIMENTOS DAS PITAYAS

Os frutos foram higienizados em solução de hipoclorito de sódio (2,0-2,5 %), descascados e despolpados manualmente. As sementes foram separadas por prensagem em filtro de *voil* e as polpas sem sementes foram armazenadas a -20 °C em embalagens de polietileno hermeticamente fechadas. Efetuou-se pesagem dos frutos, das polpas e dos descartes para fins de determinação de rendimento.

3.3 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS: pH, ACIDEZ TITULÁVEL E UMIDADE

As avaliações de pH, acidez total e umidade foram realizadas sobre as polpas frescas sem sementes.

O pH foi determinado por medição direta em um potenciômetro digital de bancada (Quimis, Q-400^a, Brasil), previamente calibrado com soluções tampão de pH 4,0 e 7,0.

O teste de acidez total titulável (ATT) foi realizado de acordo com a metodologia descrita por MAPA (1986) de forma que 10 g de cada polpa fresca foram diluídos em 90 mL de água destilada, homogeneizadas manualmente e as misturas resultantes foram tituladas sob agitação com solução de NaOH 0,1 M até pH de 8,2-8,4. Os resultados foram calculados conforme equação 1 e expressos em mg de ácido málico por 100 g de matéria seca (MS).

$$TTA = \frac{V \cdot M \cdot Eq}{10 \cdot W} \cdot 1000 \tag{1}$$

Onde "V" é o volume utilizado (em mL), "M" é a molaridade da solução de NaOH, "Eq" é o equivalente em grama do ácido málico (67,04) e "W" o peso da polpa seca.

A umidade (h) foi determinada por liofilização (MicroModulyo 1,5 litro, Thermo Electron, EUA), avaliando-se a perda de massa durante o processo até a verificação de massa constante.

3.4 AVALIAÇÃO DE COR

A cor da polpa foi avaliada, a partir de frutas recém-cortadas, utilizando um colorímetro (Minolta Chroma Meter CR-400, Osaka, Japão), cujo iluminante e ângulo de visão foram previamente calibrados em D65 e 10 °, respectivamente. Os parâmetros L* (0-100, indicando brilho), a* (+1 a -1, indicando a variação entre vermelho e verde, respectivamente) e b* (+1 a -1, indicando a variação entre amarelo e azul, respectivamente) foram calculados a partir da escala de cores CIELab. Também foram calculados o ângulo Hue (H°, equação 2) e o parâmetro Chroma (C*, equação 3) que definem o tom e a intensidade da cor, respectivamente (Minolta, 2007).

$$H^{\circ} = \tan^{-1} \frac{b^*}{a^*} \tag{2}$$

$$C^* = \sqrt{a^2 - b^2} \tag{3}$$

3.5 TEOR TOTAL DE BETALAÍNAS

A quantificação do teor total de betalaínas foi realizada de acordo com a metodologia proposta por Tang & Norziah (2007) com adaptações. Neste ensaio, 1 g de polpa fresca descaroçada foi diluída em 100 mL de água destilada, homogeneizada e, posteriormente, centrifugada a 3488 g de força (Megafuge 40R, Heraeus, Thermo Scientific, EUA). Em seguida, a absorbância (Abs) do sobrenadante foi lida a 536 nm em um espectrofotômetro UV-Visible (Evolution 60S, Thermo Scientific, EUA). Os valores Abs foram aplicados à equação 4:

$$BE = \frac{Abs \cdot D \cdot MM \cdot 10^8}{\varepsilon \cdot l \cdot (1 - h)} \tag{4}$$

onde "D" é o fator de diluição empregado, "MM" é a massa molar da betanina (550 g·mol⁻¹), "ε" é o coeficiente de extinção molar da betanina (60.000 L·mol⁻¹·cm⁻¹), "l" é o a largura da cubeta, "h" é a fração de umidade (determinada conforme item 4.3) e "BE" é o equivalente de betanina (mg_{betanina}·100 g⁻¹_{massa seca}).

3.6 TEOR DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS E ATIVIDADES ANTIOXIDANTES

3.6.1 Preparo das amostras para avaliação de teor de fenólicos totais e atividades antioxidantes

As polpas foram liofilizadas (MicroModulyo 1,5 litro, Thermo Electron, EUA) e parte foi destinada à elaboração de um extrato aquoso, ou seja, diluída em água destilada com o auxílio de um banho ultrassônico, filtrada para remover partículas sólidas e, então, avaliada de acordo com os métodos descritos nos itens 4.6.2 a 4.6.4.

Outra parte das polpas liofilizadas foi submetida a uma extração metanólica por maceração ultrassônica (Sonica Modelo 2200 EP, Sistema de varredura, Ultrasonic Cleaner, Softec, EUA), conforme descrito por Borges *et al.* (2013) com adaptações. Foram realizadas extrações na proporção de 3 g de massa seca para 50 mL de solvente, submetidas a três ciclos de maceração de 30 minutos cada. As misturas foram centrifugadas a 3488 g (Megafuge 40R, Heraeus, Thermo Scientific, EUA), separando o sobrenadante. O solvente foi eliminado a 25 ± 2 °C sob fluxo de ar e os extratos foram estocados a -20 °C, em frascos de vidro âmbar, protegidos da luz. Os extratos foram diluídos em metanol e avaliados de acordo com os métodos descritos nos itens 3.6.2 a 3.6.4.

3.6.2 Avaliação de compostos fenólicos: método de Folin-Ciocalteau

A avaliação do teor de fenólicos totais (TFT) foi realizada através do método de Folin-Ciocalteau, descrito por Singleton e Rossi (1965). A reação com o reagente de Folin-Ciocalteau baseia-se no princípio que, em meio alcalino, os compostos fenólicos presentes na amostra são energicamente oxidados pela mistura dos ácidos fosfotunguísticos e fosfomolibídicos, componentes do reagente supracitado, em óxidos de tungstênio e molibdênio, apresentando coloração final azulada. Desta forma, é possível realizar leituras de absorbância a 760 nm, na faixa do espectro visível.

Os resultados foram obtidos através de uma curva de calibração de ácido gálico. Para tal, dissolveu-se 0,5 g de ácido gálico em água destilada, de modo a obter uma solução de concentração 5 g·L⁻¹ de ácido gálico. A partir desta solução estoque, foram preparadas, em balões volumétricos de 100 mL, soluções de concentrações crescentes de 0, 50, 100, 150, 250 e 500 μg·mL⁻¹. A reação de oxidação foi realizada em balões volumétricos de 10 mL, sendo transferido para estes 100 μL de cada uma das diluições, aos quais foram adicionados 2 mL de água destilada e 0,5 mL do reativo de Folin-Ciocalteau. Após 30 segundos e antes de 8 minutos da adição do reativo, adicionou-se 1,5 mL de uma solução aquosa de carbonato de sódio a 20%

(m/v). Os balões foram completados com água destilada até a marca de 10 mL, agitados e deixados em repouso, ao abrigo da luz e em temperatura ambiente por 2 horas, para que a reação ocorresse. A absorbância de cada uma das soluções foi medida em espectrofotômetro (8500II UV/VIS, Techcomp Ltda., Kowloon, Hong Kong), sendo o branco realizado com todos os reagentes exceto amostra. O teor de fenólicos total (TFT) foi determinado através da substituição direta dos valores de absorbância na curva-padrão de ácido gálico (Apêndice A), com resultados expressos em miligramas de equivalentes em ácido gálico por grama de produto seco (mg_{GAE}·g⁻¹_{massa seca}).

3.6.3 Avaliação de atividade antioxidante: método de redução do radical DPPH

Um método amplamente utilizado para determinar a atividade antioxidante em amostras de origem vegetal baseia-se na redução do radical DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl), uma vez que, pela disponibilidade de grupos hidroxila, os compostos fenólicos são capazes de sequestrar radicais através de transferência de elétrons. O radical DPPH, estável à temperatura ambiente, produz uma coloração violeta quando em solução etanólica, tendo sua absorbância máxima em 517 nm. Quando esse composto recebe um elétron ou um radical hidrogênio, para se tornar um composto mais estável, sua coloração muda, passando do violeta original para um tom amarelado, diminuindo assim sua absorbância. Desta forma, a capacidade da amostra em reduzir o DPPH é evidenciada pela porcentagem de DPPH restante no sistema (MENSOR *et al.*, 2001).

A técnica, adaptada do método descrito por Brand-Willians, Cuvelier e Berset (1995), é baseada na reação por 30 minutos, à temperatura ambiente e ao abrigo da luz, do composto em análise (polpa liofilizada ou extrato metanólico) na concentração de aproximadamente 0,03 g·ml⁻¹ (em água ou metanol, respectivamente) com uma solução etanólica de DPPH na concentração de 0,3 mM, com posterior leitura da absorbância em espectrofotômetro (8500II-UV/VIS, Techcomp Ltda., Kowloon, Hong Kong). Quanto maior a atividade antioxidante da amostra testada, mais estável o radical DPPH se torna, ou seja, mais descolorida a solução final. Deste modo, o percentual de inibição das amostras testadas sobre o radical DPPH pode ser calculado a partir das absorbâncias inicial e após 30 minutos (Abs₀ e Abs₃₀, respectivamente), conforme a equação 5.

Inibição % =
$$100 - \frac{(Abs_{30} - Abs_0) \cdot 100}{Abs_0}$$
 (5)

Para expressar os resultados, elaborou-se uma curva-padrão de Trolox (Apêndice B), através da repetição do procedimento descrito acima com a amostra substituída por soluções de Trolox em diferentes concentrações (0, 100, 200, 400 e 800 μ M), diluídas em etanol PA. A curva foi traçada na forma de Inibição % em função da concentração de Trolox. Os resultados obtidos através da comparação com a curva, fornecidos em μ mol $_{Trolox}$ · L^{-1} (C), foram convertidos para unidades mássicas (μ mol $_{Trolox}$ · $g^{-1}_{massa seca}$) através da equação 6:

$$TEAC_{\mu mol\ Trolox \cdot g^{-1}_{amostra}} = \frac{C_{\mu M_{Trolox}}}{D}$$
 (6)

onde TEAC é a capacidade antioxidante equivalente ao Trolox (da sigla em inglês para Trolox equivalent antioxidant capacity) e D é a diluição utilizada (em $g_{amostra} \cdot L^{-1}$).

3.6.4 Avaliação de atividade antioxidante: método FRAP

O método FRAP, do inglês *Ferric Reducing Ability of Plasma* (ou seja, "habilidade de redução férrica do plasma") avalia o potencial antioxidante de um dado extrato pela redução do ferro em pH ácido, reduzindo o íon férrico do complexo férrico-tripiridiltriazina (Fe³⁺/TPTZ) para o íon ferroso (Fe²⁺), promovendo uma coloração azul na presença do antioxidante, cuja absorbância pode ser medida a 620 nm. No experimento, o íon férrico é utilizado em excesso para que a redução a íon ferroso e a mudança da coloração sejam controladas pela capacidade antioxidante da amostra (BENZIE; STRAIN, 1996).

No procedimento experimental, descrito por Benzie e Strain (1996) e adaptado por Arnous *et al.* (2002), preparou-se uma solução de cloreto férrico 3 mM diluída em uma solução de ácido cítrico 5 mM (S_{FeCI3}) e uma solução de TPTZ 1 mM em HCl 50 mM (S_{TPTZ}). Alíquotas de 200 μL de amostra (preparadas como descrito no item anterior) foram colocadas em tubos de ensaio, onde foram acrescentados de 200 μL de S_{FeCI3} e, 200 μL de etanol PA. A seguir as soluções resultantes foram homogeneizadas e colocadas em banho térmico a 37 °C durante 30 minutos. Em seguida, os tubos foram adicionados de 3,6 mL da S_{TPTZ}, homogeneizados em vórtex e, em seguida, colocados em banho de água fria por 10 minutos. Por fim, a leitura foi realizada a 620 nm. O branco foi realizado com água destilada no lugar da amostra. Para expressar os resultados, elaborou-se uma curva-padrão de Trolox (Apêndice C), através da repetição do procedimento descrito acima com a amostra substituída por soluções de Trolox em diferentes concentrações (0, 100, 200, 400 e 800 μM), diluídas em etanol PA. A curva foi traçada na forma de absorbância em função da concentração. Os resultados obtidos através da

comparação com a curva, fornecidos em $\mu M_{Trolox} \cdot L^{-1}$, foram convertidos para unidades mássicas ($\mu M_{Trolox} \cdot g^{-1}$) através da equação 6, explicitada no item anterior.

3.7 PERFIS DE COMPOSTOS FENÓLICOS E ÁCIDOS ORGÂNICOS

Os perfis de compostos fenólicos e de ácidos orgânicos foram avaliados pela técnica de cromatografia líquida com ionização *electrospray* acoplada a espectrometria de massas em modo *tandem* (LC-ESI-MS/MS, do inglês *mass spectrometry in tandem by liquid chromatography with electrospray ionization*). Dada a diferença de sensibilidade e disponibilidade de padrões, a técnica de eletroforese capilar (EC) também foi empregada para identificação e quantificação de ácidos orgânicos.

3.7.1 LC-ESI-MS/MS: compostos fenólicos e ácidos orgânicos

3.7.1.1 Preparo das amostras para perfil de compostos fenólicos via LC-ESI-MS/MS

A identificação dos compostos fenólicos foi feita a partir dos extratos metanólicos obtidos tais como descrito no item 4.6.1.

3.7.1.2 Preparo das amostras para perfil de ácidos orgânicos via LC-ESI-MS/MS

A avaliação de ácidos orgânicos foi feita sobre as polpas frescas e sem sementes, não sendo executado qualquer outro pré-tratamento.

3.7.1.3 Execução das análises

O equipamento de cromatografia líquida (Agilent Technologies, 1290 Infinity Series, EUA) foi acoplado a um espectrômetro de massa (5500 QTRAP, Sciex, EUA) e a uma fonte de ionização por eletropulverização (ESI) (Turbo IonSpray). A ionização foi realizada nos modos positivo e negativo, trabalhando no modo de monitoramento de reação múltipla (MRM). A quantificação foi realizada por calibração externa com relação funcional linear, em triplicata. Os dados foram adquiridos e processados com os softwares Analyst 1.6.2 e MultiQuant (AB Sciex, Foster City, CA), respectivamente. As fases móveis "A" e "B" consistiram em água acidificada (0,1% v / v de ácido fórmico) e acetonitrila contendo 0,1% v / v de ácido fórmico, respectivamente.

A identificação e a quantificação de compostos fenólicos foram realizadas de acordo com Escher *et al.* (2018). A separação cromatográfica foi realizada com uma coluna C18 (Venusil, 100 mm x 2,1 mm, tamanho de partícula de 3 μm, Bonna-Agela Technologies, EUA), em fase reversa, a 40 °C, com volume de 5 μL e vazão de 300 μL·min⁻¹. O gradiente de eluição linear das fases móveis foi: 0-3 min 98% A, 3-10 min 80% A, 10-11 min 10% A e 11-13 min 98% A. Os compostos avaliados foram ácido p-aminobenzóico cumarina, siringaldeído, ácido ferúlico,

ácido siringírico, pinocembrim, galangina, apigenina, kaempferol, epicatequina, catequina, ácido clorogênico, hesperidina, ácido salicílico, 3,4-DHB, ácido p-cumarico, ácido vanílico, ácido gálico, 4-metilumberliferona, coniferaldeído, ácido cafeico, sinapaldeído, 3,5-DNB, ácido sináptico, crisina, naringenina, pinobanksin, quercetina, isorahmenetina, galato de epigalocatequina, isoquercetrina, naringina e rutina. O intervalo de detecção foi de 0,01 a 712,25 μg·100 g⁻¹_{massa seca}.

Os ácidos orgânicos foram avaliados conforme descrito por Molognoni *et al.* (2018). A separação cromatográfica foi realizada usando di-isopropil-3-aminopropil-silano ligado a sílica hidroxilada como fase estacionária (Zorbax 300 Stand Boat-CN, 150 mm × 4,6 mm d.i., 5 μm de tamanho de partícula, 300 Å) (Agilent Technologies, Inc., Santa Clara, EUA), a 40 °C, alíquotas de 10 μL e vazão de 0,5 mL·min⁻¹. A eluição gradiente linear das fases móveis foi: 0-1 min 90 % A, 2-3 min 80 % A, 4 min 70 % A, 5-6 min 50 % A, 7-8 min 10 % A, 9 min 50 % A, 10 min 90 % A e mantidos por 4 min para que o sistema atinja o equilíbrio. Os analitos testados foram ácidos pipecólico, oxálico, sórbico, benzóico, glutâmico, ascórbico e propiônico. O intervalo de detecção foi de 0,01 a 6040,0 μg·100 g⁻¹_{massa fresca}.

Os ensaios foram realizados no Laboratório Federal de Defesa Agropecuária (LFDA), na unidade avançada em Santa Catarina, vinculado ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA).

3.7.2 Eletroforese capilar: ácidos orgânicos alifáticos

3.7.2.1 Preparo das amostras para perfil de ácidos orgânicos via eletroforese capilar As amostras foram avaliadas preparadas como descrito no item 4.7.1.1.

3.7.2.2 Execução das análises

As análises foram realizadas de acordo com o método descrito por Brugnerotto *et al.* (2019). Nesse caso, uma massa de aproximadamente 0,9 g de cada amostra foi diluída em 5 mL de água ultra purificada Milli-Q® (Millipore, Bedford, MA, EUA). As amostras foram submetidas a um banho ultrassônico (Unique 1400A, São Paulo, Brasil) e, em seguida, o volume final foi transferido para microtubos de polipropileno (MiniSpin® Plus) e centrifugado a 9861 g por 10 min, a fim de precipitar partículas sólidas. Após a centrifugação, as amostras do sobrenadante foram transferidas para microtubos de polipropileno e foram feitas diluições para cada amostra, de acordo com a análise anterior, de modo que a área compreendesse a faixa linear da curva de calibração. Considerando as diferentes concentrações de analito nas amostras, foram realizadas diluições de 1:6 e 1:100 (m/v). A solução resultante foi diluída 9:1 (v/v) com

padrão interno, ácido glioxílico, a uma concentração final de 2 mM para injeção subsequente em um sistema de eletroforese capilar. O eletrólito de corrida consistiu em ácido ftálico 20,0 mM, TRIS 14,0 mM, CTAB 1,6 mM e CaCl₂ 1,0 mM, a pH 3,3. A curva de calibração foi construída com seis níveis de concentração diferentes, de acordo com o ácido orgânico testado (ácidos maleico, malônico, fumárico, tartárico, fórmico, cítrico, málico, glicólico, lático, glucônico, succínico, glutárico e acético). Os resultados foram expressos em mg·100 g⁻¹massa fresca.

3.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os experimentos dos itens 4.3 (pH e acidez), 4.5, 4.6 e 4.7.2 foram realizados em triplicatas, 4.3 (umidade) em duplicata, 4.4 e 4.5 em quadruplicata e 4.7.1 em sextuplicata. Os resultados foram expressos como média \pm desvio padrão, e as diferenças entre médias foram avaliadas pela análise de variância unidirecional (ANOVA), seguida pelo teste de Tukey com nível de significância de p \leq 0,05 (Statistica v. 13.0, Statsoft, Tulsa, OK, EUA).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS, DE COR E RENDIMENTOS

A comparação entre as polpas de pitayas roxas e brancas em termos de pH, acidez titulável, rendimento de polpa e cor é apresentada na tabela 1. Todos os parâmetros avaliados, exceto a umidade, foram estatisticamente diferentes entre as polpas. A diferença significativa (p < 0,05) observada para o pH e a acidez total titulável das amostras indica que a polpa de pitaya branca possui características mais ácidas que a polpa da pitaya roxa. A proporção de polpa descaroçada em relação à massa total revela uma diferença expressiva entre as espécies, indicando que a pitaya branca apresenta rendimento aproximadamente 20 % superior ao da pitaya roxa. As dimensões dos frutos também apresentam diferenças relevantes embora a colheita tenha sido realizada, para ambas frutas, após 34 dias da floração. As pitayas roxas apresentaram comprimentos entre 9 e 11 cm e larguras entre 7 e 9 cm, enquanto as pitayas brancas apresentaram entre 14 e 15 cm de comprimento e 9 e 10 cm de largura.

Tabela 1 – Resultados obtidos para os ensaios de pH, acidez total titulável (ATT), umidade (h), rendimento de polpa descaroçada (R) e parâmetros de cor na escala CIELab (L, a, b, Chroma e ângulo Hue) das polpas frescas.

	pН	ATT (mg ácido málico·100g-1 massa seca)	h (%)	R (%)	L	a	b	C	Н°
Roxa	4,77 ±	273,71 ±	88,35 ±	46,0	21,82 ±	6,67 ±	0,68 ±	6,70 ±	0,10 ±
	0,02 a	7,66 a	0,12 a		0,18 a	1,54 a	0,13 a	1,54 a	0,01 a
Branca	$4,24 \pm$	491,45 ±	$88,31 \pm$	64,4	$55,30 \pm$	$1,22 \pm$	$2,17 \pm$	$2,72 \pm$	$1,07 \pm$
	$0,02^{b}$	36,26 b	0,20 a	04,4	1,25 b	1,12 b	0,75 b	0,52 b	0,45 b

Letras diferentes nas colunas indicam diferença significativa (p < 0,05) pelo teste de Tukey. Fonte: Autoria própria (2020)

Esquivel *et al.* (2007), reportam valores de pH na faixa de 4,26 - 4,98 em cinco variedades de pitaya roxa e Islam *et al.* (2012), avaliando as propriedades físico-químicas de polpas de pitaya branca, citam valores de pH de 4,20 e umidade de 87,9 %, corroborando com os resultados encontrados neste estudo.

Em relação à ATT, encontra-se na literatura valores de 450 mgácido cítrico· 100 g⁻¹ massa seca e 140 mgácido cítrico· 100 g⁻¹ massa seca em polpas de pitaya roxa e amarela, respectivamente (ISLAM *et al.*, 2012; MEINHART *et al.*, 2019), o que é semelhante aos dados encontrados no presente estudo. Os mesmos autores também reportam para tangerina (*Citrus reticulate*) uma acidez próxima à encontrada no presente estudo para a pitaya de polpa branca (380 - 470 mgácido

cítrico· 100 g⁻¹_{massa seca}) e, para tomate (*Lycopersio esculentum*), próxima à quantificada para pitaya de polpa roxa (250 - 350 mg_{ácido cítrico}· 100 g⁻¹_{massa seca}). A expressão em ácido cítrico, no entanto, não condiz com o ácido majoritário (málico) nos frutos de *Hylocereus spp*. Freitas e Mitcham (2013) reportam, para pitaya de polpa branca, valores de 361 mg_{ácido málico}· 100 g⁻¹_{massa fresca} e Fernandes *et al.* (2018) reportam acidez média de 270 mg_{ácido málico}· 100 g⁻¹_{massa fresca} para pitayas de polpa roxa, ambos concordantes com os resultados obtidos no presente estudo.

Em relação à análise de cor, Wu et al. (2019) encontraram resultados semelhantes aos obtidos no presente estudo para pitaya de polpa roxa, com L-valor de 32,64 (também representando uma cor mais escura), a-valor de 27,41 (também mais próximo do vermelho do que do verde), b-valor de 0,60 (também mais próximo do azul que do amarelo), C* de 27,42 e H° de 1,82. Para polpa branca liofilizada, Liaotrakoon et al. (2012) relatam um L-valor de 84,65, a-valor 1,41 e b-valor de 10,83. A principal diferença observada está no L-valor e pode ser explicada pela natureza da amostra - em seu estudo, um pó liofilizado foi avaliado, enquanto no presente ensaio, a polpa era fresca e, como tal, a presença de sementes faz com que o Lvalor tendencie-se à direção mais escura. Phebe et al. (2009) observaram uma relação inversa entre o parâmetro L da cor e a maturação, indicando que frutos mais maduros apresentam coloração mais escura. Os autores atribuem esse efeito ao desenvolvimento dos pigmentos em si e, também, das pequenas sementes que compõem a polpa. Apesar dos graus de maturação terem sido semelhantes no trabalho citado e no presente estudo (35 e 34 dias após a floração, respectivamente), bem como o parâmetro L da coloração (cerca de 25 e 22, respectivamente), os valores reportados para C* e hº são expressivamente distintos. A cor reportada no presente estudo pode ser simulada como (ou seja, L = 22, $C^* = 6,70$ e $h^\circ = 0,10$) enquanto no trabalho supracitado seria (L = 25, $C^* = 0.61$ e $h^\circ = 6.23$). Essa diferença pode ser atribuída a presença das sementes na primeira, enquanto na segunda os autores não deixaram claro se a avaliação as contemplou.

Acerca dos rendimentos, duas considerações são importantes. A primeira é a respeito do menor tamanho de fruta das pitayas roxas, que não se reflete na espessura das cascas – dessa forma, a proporção casca/polpa é maior nos frutos de *Hylocereus polyrhizus* do que nos de *Hylocereus undatus*, diminuindo o rendimento total de polpa. A segunda aponta para a dificuldade de separação manual das pequenas sementes e a importante massa de polpa perdida na mucilagem de seu entorno que, apesar da prensagem em filtro de *voil*, ainda constitui o principal gargalo do processo.

4.2 CONTEÚDO TOTAL DE BETALAÍNAS

A diferença de cor entre as polpas branca e roxa é causada, principalmente, pela presença de betalaínas na polpa roxa. A pitaya de polpa roxa apresentou uma quantidade de 389,68 ± 3,93 mg betanina· 100 g⁻¹ massa seca, refletida na análise de cores através do maior valor de "a" e menores valores de "b" e "L", enquanto a polpa branca não apresentou teores quantificáveis. As concentrações de betalaínas encontradas na pitaya de polpa roxa são quase seis vezes superiores às relatadas por Hua *et al.* (2018) (50 mgbetacianinas· 100 g⁻¹ massa seca + 17,5 mgbetaxantinas· 100 g⁻¹ massa seca) e quase nove vezes maiores do que as descritas por Wu *et al.* (2019) (32,5 mgbetacianinas· 100 g⁻¹ massa seca + 11,0 mgbetaxantinas· 100 g⁻¹ massa seca). Além da diferença interespecífica, esses resultados indicam que as condições edafoclimáticas dos frutos avaliados no presente estudo podem ser favoráveis para produzir pitayas com maior teor de betalaínas. Também é notável que o pH verificado no item 5.1 para a pitaya de polpa roxa está dentro da faixa ideal de estabilidade para as betacianinas que, segundo Tang e Norziah (2007), atinge um máximo em pH 5,0.

Phebe *et al.* (2009) verificaram uma relação direta entre a concentração e a variedade de betalaínas em polpa de pitaya roxa e a maturação dos frutos, medida em dias após a florada. O teor total de betacianinas medido em frutos colhidos 35 dias após a florada foi de 11,70 mg·mL⁻¹ (o que, em base seca, pode ser estimado como 9750 mg·100 g⁻¹), enquanto nos frutos colhidos 10 dias antes, essa concentração foi avaliada em 2,4 mg·mL⁻¹ (aproximadamente 2000 mg·100 g⁻¹ em base seca). As pitayas com maior grau de maturação apresentaram, além de maiores concentrações, dois tipos a mais de betacianinas (betanina e isobetanina) do que as menos maduras, que demonstraram apenas um composto que não pôde ser identificado. Os teores de betalaínas reportados são expressivamente diferentes, o que pode ser atribuído tanto às diferentes condições edafoclimáticas de cultivo quanto a diferenças nas técnicas de avaliação empregadas.

Koss-Mikołajczyk *et al.* (2019) quantificaram teores de betalaínas totais para beterraba vermelha (*Beta vulgaris spp.*, 1064,9 mg·100 g⁻¹ _{matéria seca}) e figo-da-Índia vermelho (*Opuntia ficus-indica*, 286,8 mg·100 g⁻¹ _{massa seca}), ambos comparáveis ao identificado para pitaya roxa. Esses autores reportaram que a principal betalaína identificada na beterraba vermelha foi a betanina, com uma concentração de 323,4 mg·100 g⁻¹ _{massa seca} - muito semelhante à relatada no presente estudo.

4.3 TEOR DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS E ATIVIDADES ANTIOXIDANTES

Diferenças significativas foram observadas entre as duas variedades de pitaya, tanto no conteúdo fenólico total quanto nas atividades antioxidantes, como mostra a tabela 2. Em relação aos extratos aquosos, a polpa roxa apresentou um conteúdo fenólico total aproximadamente quatro vezes maior que a branca. Comportamento semelhante foi observado para as atividades antioxidantes, confirmando sua correlação com o conteúdo fenólico. Para extratos metanólicos, no entanto, o ensaio DPPH indicou um aumento para a polpa branca, que foi estatisticamente semelhante à polpa roxa para ambos os extratos. Esse aumento não foi observado nos ensaios de TFT ou FRAP. Segundo Oliveira (2015), em meio aquoso, o DPPH tem sua solubilidade reduzida, o que torna o radical menos disponível para interagir com compostos antioxidantes e, portanto, afeta a transferência de elétrons ou hidrogênio que caracteriza a reação na qual esse método se baseia — justificando, assim, a melhor atividade observada para os extratos metanólicos em comparação com os aquosos.

Tabela 2 - Teores de fenólicos totais (TFT) e atividades antioxidantes (TEAC) pelos métodos DPPH e FRAP para os extratos aquosos e metanólicos das polpas branca e roxa.

	- F						
	Extrato	aquoso	Extrato metanólico				
	Branca	Roxa	Branca	Roxa			
TFT (mg _{GAE} ·g ⁻¹ massa seca)	0,915 ± 0,090 a	$3,658 \pm 0,075$ b	0,756 ± 0,144 a	$1,074 \pm 0,108$ °			
TEAC – DPPH (\(\mu\text{mol}\)\text{Trolox*}\(\mathbf{g}^{-1}\)\text{amostra seca}\)	$2,657 \pm 0,487^{a}$	$6,313 \pm 0,733$ b	$4,481 \pm 0,406$ b	$5{,}155 \pm 0{,}092$ b			
TEAC - FRAP (μmol _{Trolox} ·g ⁻¹ _{amostra seca})	2,910 ± 0,167 a	11,838 ± 0,519 b	1,947 ± 0,031 °	$4,200 \pm 0,136$ d			

Letras diferentes nas linhas indicam diferença significativa (p < 0.05) pelo teste de Tukey. Fonte: Autoria própria (2020)

A análise de Folin-Ciocalteau realizada por Hua *et al.* (2018), com rutina como padrão para TFT (os resultados foram expressos em equivalentes de rutina, ER), quantificaram 4,17 mg_{ER}·g⁻¹_{massa seca} e 8,3 mg_{ER}·g⁻¹_{massa seca} para polpas de pitayas brancas e roxas, respectivamente. Relação semelhante foi observada no ensaio FRAP, com redução de 1,67 e 2,91 mM_{FeSO4}·g⁻¹_{massa seca} para polpas branca e roxa, respectivamente. Apesar dos diferentes padrões, a polpa roxa apresentou melhores resultados para esses parâmetros.

A quantificação fenólica total realizada por Li *et al*. (2019) relata 0,189-1,134 mg_{GAE}·g⁻¹_{massa fresca} para polpas de diferentes variedades de uvas. Ao comparar as polpas de pitaya branca e roxa em termos de TFT (com base na massa fresca), ambas as amostras mostram uma concentração semelhante, com 0,106 e 0,426 mg_{GAE}·g⁻¹_{massa fresca}, respectivamente. Paz *et al*. (2015) obtiveram resultados semelhantes de TFT e atividade antioxidante - DPPH - para

abacaxi (3,29 mg_{GAE}· g⁻¹_{massa seca} e 5,03 μmol_{Trolox}· g⁻¹_{massa seca}, respectivamente). Em comparação com outras frutas tropicais, esses conteúdos foram considerados baixos nesse estudo pois, ao testar amostras de acerola, por exemplo, foram encontrados TFTs de 124,66 mg_{GAE}· g⁻¹_{massa seca} e atividade antioxidante - DPPH - de 159,29 μmol_{Trolox}· g⁻¹_{massa seca}. Koss-Mikołajczyk *et al.* (2019) reportam, para um ensaio DPPH, aproximadamente 8 μmol_{Trolox}· g⁻¹_{massa seca} e 30 μmol_{Trolox}· g⁻¹_{massa seca} para amostras de figo-da-Índia e beterraba, respectivamente. Esses resultados são semelhantes aos dados obtidos no presente estudo para a pitaya de polpa roxa, o que pode estar relacionado à presença de betalaína, conforme relatado no item 5.2.

A variabilidade das unidades padrão usadas para expressar os resultados dos ensaios TFT, DPPH e FRAP, relatados na literatura científica, dificulta comparações diretas, o que confirma a necessidade de expansão dos bancos de dados científicos.

4.4 COMPARAÇÃO ENTRE OS PERFIS DE COMPOSTOS FENÓLICOS

Diferenças significativas foram observadas entre os perfis fenólicos das polpas, tanto em quantidade quanto em composição, como mostra a figura 1. A pitaya de polpa roxa apresentou vinte compostos fenólicos distintos, enquanto a branca apresentou dezessete. Discrepâncias notáveis foram detectadas no teor de ácido ferúlico (o terceiro majoritário na polpa roxa e não identificado na branca) e na quantidade total de compostos fenólicos, com a polpa roxa apresentando uma concentração quase duas vezes maior que a da polpa branca. Além disso, quatro compostos foram identificados exclusivamente na polpa roxa (ácido ferúlico, quercetina, catequina e apigenina). O sinapaldeído, no entanto, foi detectado apenas na pitaya de polpa branca.

Rutina e hesperidina, também chamadas de vitamina P, são compostos flavonoides relacionados a atividades antioxidantes, anti-inflamatórias, antivirais, antitumorais, controle da pressão arterial, atividades antialérgicas, anti-hemorrágicas e de melhoria da microcirculação, comumente relatadas para frutas cítricas (PATEL; PATEL, 2019; CHEN *et al.*, 2018). A rutina também tem sido relatada como um composto importante em sementes e casca de pitayas de polpa branca e roxa (NGUYEN *et al.*, 2019). Também é frequentemente encontrada em *berries* (DIACONEASA *et al.*, 2014), frutos de cor vermelho-púrpura como tomates (SLIMESTAD; FOSSEN; VERHEUL, 2008) e uvas (LI *et al.*, 2019), bem como em bebidas de origem vegetal, como vinho e chás (ELÇIN *et al.*, 2015).

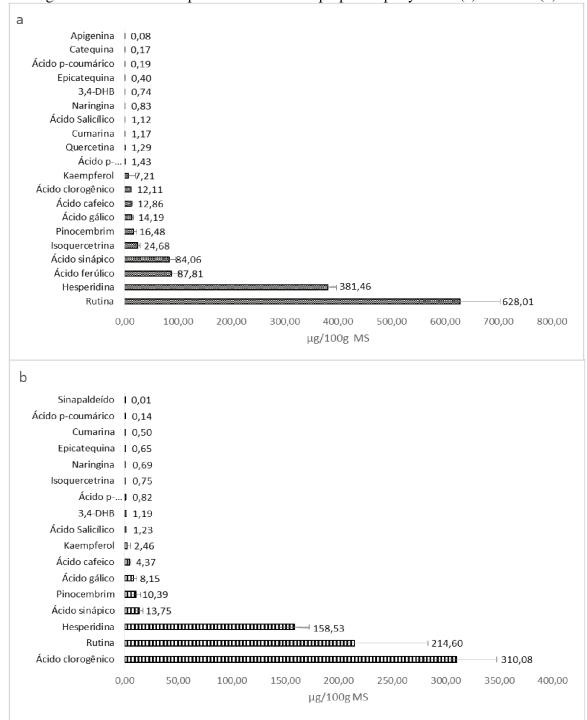


Figura 1 - Perfis de compostos fenólicos em polpas de pitaya roxa (a) e branca (b).

Fonte: Autoria própria (2020)

Os ácidos clorogênico, ferúlico e sinápico, por sua vez, são ácidos hidroxicinâmicos (HCAs), uma das classes mais abundantes de compostos fenólicos relatados, principalmente para café e chá. Eles são explorados pela medicina tradicional chinesa, bem como nas indústrias de alimentos - na verdade, o ácido ferúlico é usado como conservante natural no Japão desde

1975 (EL-SEEDI *et al.*, 2018). Meinhart *et al.* (2019) identificaram uma quantidade de 3,15 mg·kg⁻¹_{massa fresca} (2625 μg·100 g⁻¹ massa seca, considerando 88 % de umidade) de ácido clorogênico para uma amostra de pitaya amarela (*Cereus undatus*). Essa quantidade foi quase oito vezes maior do que a encontrada no presente estudo para pitaya de polpa branca, mas também foi o ácido majoritário. No trabalho de Meinhart *et al.* (2019) , ainda, uma segunda amostra, proveniente de outro fornecedor, não exibiu ácido clorogênico e, em seu lugar, apresentou uma quantidade considerável de ácido cafeico (19,21 mg·kg⁻¹_{massa fresca}), o que comprova a variabilidade natural intraespecífica. O mesmo estudo também identificou concentrações de ácido clorogênico, variando de 0,19 a 522,33 mg·kg⁻¹_{massa fresca} em outras 25 frutas, com destaque para tangerina (28,70 mg·kg⁻¹_{massa fresca}), abiu (1,81 - 20,63 mg·kg⁻¹_{massa fresca}), jaca (0,38 - 34,24 mg·kg⁻¹_{massa fresca}), nectarina (5,45 - 40,38 mg·kg⁻¹_{massa fresca}), marmelo (103,37 - 140,39 mg·kg⁻¹_{massa fresca}) e mirtilo (209,68 - 532,33 mg·kg⁻¹_{massa fresca}).

Tenore, Novellino e Basile (2012) identificaram, em extratos de pitayas de polpa roxa, compostos flavonoides como isoramnetina-triglicosídeo, quercetina, flavonol glicosídeo, kaempferol, isoramnetina-rutinosídeo e isoramnetina-glicosídeo. Também reportam os seguintes ácidos fenólicos: ácidos gálico, protocatecuico, p-hidroxibenzoico, vanílico, cafeico, siríngico e p-cumárico. Essas avaliações, no entanto, foram qualitativas, não tendo sido reportadas as magnitudes das concentrações dos compostos nos perfis. De todo modo, muitos dos componentes citados foram identificados também no presente estudo, corroborando com os resultados obtidos.

Morais *et al.* (2019) encontraram um perfil diferente para pitaya de polpa roxa constituído, principalmente, pelos ácidos sérico, cafeico e cafárico. Além da variabilidade natural esperada para produtos de frutas, diferentes técnicas de extração foram empregadas, o que pode explicar essa diferença. Além disso, em seu estudo, as amostras avaliadas foram sucos de frutas, enquanto no presente estudo utilizou polpa liofilizada submetida a extração metanólica. É notável, no entanto, que os principais fenólicos encontrados no presente estudo (hesperidina e rutina) estavam entre os cinco mais bioacessíveis deles (80 e 13 μg·100 mL⁻¹, respectivamente).

A diferença entre o conteúdo fenólico total relatado no item 5.3 e o total fornecido pela soma dos compostos identificados para as polpas de pitaya roxas e brancas (1276,28 \pm 149,04 e 728,31 \pm 139,32 μ g·100 g⁻¹ $_{massa\ seca}$, respectivamente) indica a presença de outros compostos além dos avaliados. No entanto, o presente estudo identificou vários compostos nunca antes

reportados para ambas as espécies, com destaque para a relevante presença de rutina e hesperidina na polpa branca e dos ácidos ferúlico e sinápico na roxa.

4.5 COMPARAÇÃO ENTRE OS PERFIS DE ÁCIDOS ORGÂNICOS

Os resultados obtidos por LC / MS e CE são mostrados na figura 2. Para ambas as espécies, o ácido málico foi o mais proeminente, seguido pelos ácidos cítrico, fórmico, pipecólico e ascórbico. A análise da polpa roxa também apresentou uma quantidade considerável de ácidos glucônico e láctico. Esses resultados também corroboram o perfil de acidez da pitaya de polpa branca, encontrada no item 5.1.

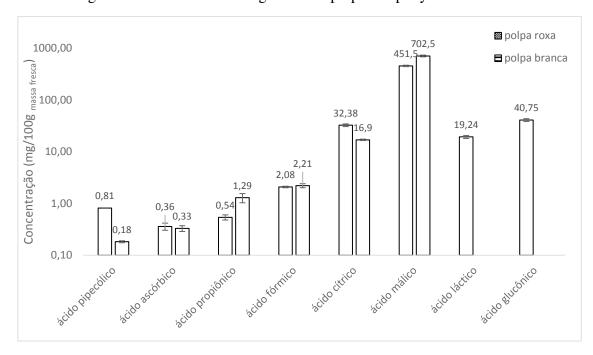


Figura 2 - Perfil de ácidos orgânicos de polpas de pitaya branca e roxa

Fonte: Autoria própria (2020)

Wu et~al.~(2019) avaliaram o amadurecimento de $Hylocereus~polyrhizus~e~identificaram~que~a~composição~dos~frutos~maduros~como~sendo,~em~base~seca:~ácido~málico~($\approx 15~mg\cdot g^{-1}),~citramálico~($\approx 5~mg\cdot g^{-1}),~hexadecanoico~($\approx 0,7~mg\cdot g^{-1}),~oxálico~($\approx 0,2~mg\cdot g^{-1}),~quínico~(0,1~mg\cdot g^{-1}),~2-cetoglutárico~(0,09~mg\cdot g^{-1}),~cítrico~(0,05~mg\cdot g^{-1}),~succínico~(0,03~mg\cdot g^{-1})~e~fumárico~(0,02~mg\cdot g^{-1}).~O~presente~estudo,~ao~usar~a~mesma~base,~encontrou~aproximadamente~o~dobro~da~quantidade~de~ácido~málico~para~a~mesma~espécie~(e~quatro~vezes~mais~para~a~polpa~branca).~Também~foi~observada~uma~diferença~considerável~no~teor~de~ácido~cítrico~(65~e~32~vezes~maior~para~polpa~roxa~e~branca,~respectivamente).~Hua~et~al.~(2018)~quantificaram,~para~frutos~$

maduros de Hylocereus undatus (cultivar 'Guanhuabai') e Hylocereus polyrhizus (cultivar 'Guanhuahong'), em massa fresca: ácido málico ($\approx 400 \text{ e } 600 \text{ µg} \cdot \text{g}^{-1}$), ácido citramálico (≈ 250 e 400 μ g·g⁻¹), ácido cítrico (± 10 e 35 μ g g⁻¹) e ácido oxálico (± 30 e 20 μ g·g⁻¹), respectivamente. Comparativamente, esses resultados apontam que a pitaya de polpa branca apresenta uma quantidade menor de ácidos, o que é o oposto do que foi encontrado no presente estudo. Além disso, o ácido oxálico não foi detectado no presente trabalho (<0,01 µg·100 g⁻¹_{massa fresca}). Esquivel, Stintzing e Carle (2007) identificaram, para cinco genótipos de pitaya de polpa roxa da Costa Rica, os ácidos ascórbico (0,11 - 0,35 g·L⁻¹), desidroascórbico (0,11 - 0,36 g·L⁻¹), cítrico (0,95 - 2,11 g·L⁻¹), málico (6,08 - 8,20 g·L⁻¹), láctico (0,48 - 0,91 g·L⁻¹) e oxálico (0,19 - 0,42 g·L⁻¹). A principal diferença observada foi para o ácido ascórbico, com uma quantidade cem vezes menor para as polpas branca e roxa no presente estudo. Apesar da diferença observada, os resultados podem ser considerados coerentes devido à variedade natural de frutos cultivados em diferentes partes do mundo - o que reforça a particularidade das condições edafoclimáticas dos frutos avaliados. A acidez titulável total mostrada na tabela 1, no entanto, permaneceu abaixo da concentração de ácido málico, o ácido majoritário, para ambas as polpas, o que pode ser devido a uma capacidade de tamponamento de possíveis aminoácidos livres (ESQUIVEL; STINTZING; CARLE, 2007).

Em comparação com polpa de maçã (SCHERER *et al.*, 2012), que é reconhecida por sua grande quantidade de ácido málico, a pitaya de polpa roxa apresentou até o triplo da concentração desse composto; para a polpa branca, essa razão chega a cinco vezes.

Em relação ao ácido pipecólico, seu conteúdo é consideravelmente maior na polpa roxa do que na polpa branca, o que pode estar relacionado à presença de betalaínas. Essa inferência se deve à semelhança estrutural entre os ácidos pipecólico e betalâmico (como mostrado na figura 3), no entanto, mais pesquisas são necessárias para confirmação.

Figura 3 - Estruturas moleculares dos ácidos betalâmico (a) e pipecólico (b)

Fonte: Autoria própria (2020)

O ácido pipecólico é um aminoácido não proteico, homólogo à prolina, a partir do qual pode ocorrer a biossíntese de betaína. Já foi quantificado em plantas cítricas e está presente predominantemente em folhas e sementes; sucos cítricos apresentaram até 3 mg·kg⁻¹ (SERVILLO *et al.*, 2011). Fujita, Hada e Higashino (1999) relataram concentrações de ácido pipecólico em 17 plantas comestíveis, das quais apresentaram maiores concentrações o feijão comum (43,81 mg·kg⁻¹), repolho (21,37 mg·kg⁻¹), feijão *adzuki* (16,97 mg·kg⁻¹), brócolis (13,56 mg·kg⁻¹) e couve-flor (11,90 mg·kg⁻¹). Vale ressaltar que a mesma ordem de grandeza foi observada para a pitaya de polpa roxa no presente estudo (8,14 mg·kg⁻¹, convertidos para mesma base). Até onde se sabe, este é o primeiro relato de ácido pipecólico em pitaya, assim como na família *Cactaceae* como um todo.

5. CONCLUSÃO

O presente estudo identificou diferenças significativas entre as polpas de *Hylocereus undatus* (pitaya de polpa branca) e *Hylocereus polyrhizus* (pitaya de polpa roxa), orgânicas e cultivadas sob mesmas condições edafoclimáticas. A primeira apresentou maiores rendimentos de polpa descaroçada frente a segunda, refletindo o menor tamanho dos frutos de polpa roxa. Também foram observadas diferenças relevantes entre os valores de pH e acidez total titulável, além da esperada diferença entre as colorações.

Os ensaios de atividade antioxidante e polifenóis totais indicam a pitaya roxa como mais interessante do ponto de vista bioativo frente a pitaya branca, o que é reforçado pela presença de betalaínas apenas nas polpas da primeira.

Os perfis de compostos fenólicos entre as duas polpas foram expressivamente distintos. A pitaya de polpa roxa apresentou como majoritários os compostos rutina, hesperidina, ácido ferúlico, ácido sinápico e isoquercetina, além de outras 15 substâncias minoritárias. Na polpa branca, por outro lado, identificou-se predominantemente ácido clorogênico, rutina, hesperidina, ácido sinápico, pinocembrim e outros 12 compostos minoritários. Cabe ressaltar que ambos os perfis apresentam compostos identificados pela primeira vez entre os majoritários. As avaliações confirmam a pitaya de polpa roxa como mais rica em fenólicos, tanto em concentração quanto em variedade.

O mesmo não se reflete completamente nos perfis de ácidos orgânicos, uma vez que identificou-se uma maior variedade deles na pitaya de polpa roxa, no entanto em menor quantidade. Ambas as polpas, contudo, apresentaram o ácido málico como majoritário. Ainda, o relato de ácido pipecólico na pitaya de polpa roxa, assim como na família *Cactaceae* em geral, não tem precedentes na literatura.

Esses resultados colaboram significativamente para o banco de dados de conhecimento sobre a composição de ambas as espécies de pitaya, contribuindo para a consolidação de seus *status* como produtos exóticos de interesse nutricional e tecnológico.

REFERÊNCIAS

ALVES, Marta Assunção; SOUZA, Andréa Carla Mendonça de; GAMARRA-ROJAS, Guillermo; GUERRA, Nonete Barbosa. FRUTO DE PALMA [Opuntia fícus-indica (L) MILLER, Cactaceae]: MORFOLOGIA, COMPOCICÃO QUÍMICA, FISIOLOGIA, ÍNDICES DE COLHEITA E FISIOLOGIA PÓS-COLHEITA. **Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha**, Hermosillo, México, v. 9, n. 1, p.16-25, 2008.

ANGELO, Priscila Milene; JORGE, Neuza. Compostos fenólicos em alimentos: Uma breve revisão. **Rev. Inst. Adolfo Lutz**, [s.l.], v. 1, n. 66, p.1-9, 2007.

ATHAR, Mohammad; KHAN, Wasiuddin A.; MUKHTAR, Hasan. Effect of Dietary Tannic Acid on Epidermal, Lung, and Forestomach Polycyclic Aromatic Hydrocarbon Metabolism and Tumorigenicity in Sencar Mice. **Cancer Research**, [s.l], n. 49, p.5784-5788, 1989.

BORGES, Graciele da Silva Campelo *et al*. Protective effect of Euterpe edulis M. on Vero cell culture and antioxidant evaluation based on phenolic composition using HPLC–ESI-MS/MS. **Food Research International**, [s.l.], v. 51, n. 1, p.363-369, abr. 2013. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2012.12.035.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M.e.; BERSET, C.. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **Lwt - Food Science And Technology**, [s.l.], v. 28, n. 1, p.25-30, jan. 1995. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/s0023-6438(95)80008-5.

BRUGNEROTTO, Patricia *et al.* A capillary electrophoresis method to determine aliphatic organic acids in bracatinga honeydew honey and floral honey. **Journal Of Food Composition and Analysis**, [s.l.], v. 82, p.103243-103251, set. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.2019.103243.

CHEN, Jiao *et al.* Hesperidin. **Natural Small Molecule Drugs From Plants**, [s.l.], p.81-86, 2018. Springer Singapore. http://dx.doi.org/10.1007/978-981-10-8022-7 13.

DIACONEASA, ZoriȚa *et al.* HPLC/PDA–ESI/MS Identification of Phenolic Acids, Flavonol Glycosides and Antioxidant Potential in Blueberry, Blackberry, Raspberries and Cranberries. **Journal Of Food And Nutrition Research**, [s.l.], v. 2, n. 11, p.781-785, 20 out. 2014. Science and Education Publishing Co., Ltd.. http://dx.doi.org/10.12691/jfnr-2-11-4.

ELÇIN, Serkan *et al.* Highly Selective and Sensitive Voltammetric Sensor Based on Ruthenium Nanoparticle Anchored Calix[4]amidocrown-5 Functionalized Reduced Graphene Oxide: Simultaneous Determination of Quercetin, Morin and Rutin in Grape Wine. **Electroanalysis**, [s.l.], v. 28, n. 3, p.611-619, 23 set. 2015. Wiley. http://dx.doi.org/10.1002/elan.201500495.

EL-SEEDI, Hesham R. *et al.* Hydroxycinnamic Acids: Natural Sources, Biosynthesis, Possible Biological Activities, and Roles in Islamic Medicine. **Studies In Natural Products Chemistry**, [s.l.], p.269-292, 2018. Elsevier. http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-444-64068-0.00008-5.

ESCHER, Graziela Bragueto *et al.* Chemical study, antioxidant, anti-hypertensive, and cytotoxic/cytoprotective activities of Centaurea cyanus L. petals aqueous extract. **Food And Chemical Toxicology**, [s.l.], v. 118, p.439-453, ago. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.fct.2018.05.046.

ESQUIVEL, P.; STINTZING, F.; CARLE, R.. Comparison of morphological and chemical fruit traits from different pitaya genotypes (Hylocereus sp.) grown in Costa Rica. **Journal Of Applied Botany And Food Quality**, [s.l.], n. 85, p.7-14, 2007.

FERNANDES, Denison Ramalho; MOREIRA, Rodrigo Amato; CRUZ, Maria do Céu Monteiro da; RABELO, Josimara Mendes; OLIVEIRA, Jéssica de. Improvement of production and fruit quality of pitayas with potassium fertilization. **Acta Scientiarum. Agronomy**, [s.l.], v. 40, n. 1, p.1-9, 1 mar. 2018. Universidade Estadual de Maringa. http://dx.doi.org/10.4025/actasciagron.v40i1.35290.

FREITAS, Sérgio Tonetto de; MITCHAM, Elizabeth Jeanne. Quality of pitaya fruit (Hylocereus undatus) as influenced by storage temperature and packaging. **Scientia Agricola**, [s.l.], v. 70, n. 4, p.257-262, ago. 2013. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/s0103-90162013000400006.

FUJITA, Toru; HADA, Toshikazu; HIGASHINO, Kazuya. Origin of d- and l-pipecolic acid in human physiological fluids: a study of the catabolic mechanism to pipecolic acid using the lysine loading test. **Clinica Chimica Acta**, [s.l.], v. 287, n. 1-2, p.145-156, set. 1999. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/s0009-8981(99)00129-1.

GANDÍA-HERRERO, Fernando; ESCRIBANO, Josefa; GARCÍA-CARMONA, Francisco. Biological Activities of Plant Pigments Betalains. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [s.l.], v. 56, n. 6, p.937-945, 13 ago. 2014. Informa UK Limited. http://dx.doi.org/10.1080/10408398.2012.740103.

HUA, Qingzhu *et al.* Metabolomic characterization of pitaya fruit from three red-skinned cultivars with different pulp colors. **Plant Physiology And Biochemistry**, [s.l.], v. 126, p.117-125, maio 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.plaphy.2018.02.027.

ISLAM, M. *et al.* Studies on the Processing and Preservation of Dragon Fruit (Hylocereus undatus) Jelly. **The Agriculturists**, [s.l.], v. 10, n. 2, p.29-35, 25 dez. 2012. Bangladesh Journals Online (JOL). http://dx.doi.org/10.3329/agric.v10i2.13139.

JAYAKUMAR, Rajarajeswaran; KANTHIMATHI, M.s.. Inhibitory effects of fruit extracts on nitric oxide-induced proliferation in MCF-7 cells. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 126, n. 3, p.956-960, jun. 2011. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.093.

KHAN, Mohammad Imtiyaj *et al.* Pigment identification, nutritional composition, bioactivity, and in vitro cancer cell cytotoxicity of Rivina humilis L. berries, potential source of betalains. **Lwt**, [s.l.], v. 47, n. 2, p.315-323, jul. 2012. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2012.01.025.

KOSS-MIKOłAJCZYK, Izabela *et al.* The comparison of betalain composition and chosen biological activities for differently pigmented prickly pear (Opuntia ficus-indica) and beetroot (Beta vulgaris) varieties. **International Journal Of Food Sciences And Nutrition**, [s.l.], v. 70, n. 4, p.442-452, 11 jan. 2019. Informa UK Limited. http://dx.doi.org/10.1080/09637486.2018.1529148.

LI, Fu-xiang *et al.* Comparison of phenolic profiles and antioxidant activities in skins and pulps of eleven grape cultivars (Vitis vinifera L.). **Journal Of Integrative Agriculture**, [s.l.], v. 18, n. 5, p.1148-1158, maio 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/s2095-3119(18)62138-0.

LIAOTRAKOON, W. *et al.* Physicochemical properties, glass transition state diagram and colour stability of pulp and peel of two dragon fruit varieties (Hylocereus spp.) as affected by freeze-drying. **International Food Research Journal**, [s.l.], v. 2, n. 19, p.743-750, 2012.

MACHEIX, J.; FLEURIET, A.; BILLOT, J.. Fruit phenolics. Boca Raton: CRC Press, 1990.

MAPA – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Manual de Métodos de Análises de Bebidas e Vinagres**. Brasilia: Diário Oficial da República Federativa do Brasil. 1986.

MEINHART, Adriana Dillenburg *et al.* Chlorogenic and caffeic acids in 64 fruits consumed in Brazil. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 286, p.51-63, jul. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.02.004.

MERCADO-SILVA, Edmundo M., Pitaya— Hylocereus undatus (Haw). **Exotic Fruits**, [s.l.], p.339-349, 2018. Elsevier. http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-803138-4.00045-9.

MINOLTA. Precise Color Comunication: color control from perception to instrumentation. Japão: Konica Minolta Sesing Inc., 2007.

MOLOGNONI, Luciano *et al.* A multi-purpose tool for food inspection: Simultaneous determination of various classes of preservatives and biogenic amines in meat and fish products by LC-MS. **Talanta**, [s.l.], v. 178, p.1053-1066, fev. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2017.08.081.

MORAIS, Suênia Gabriela Gonçalves *et al*. Effects of probiotics on the content and bioaccessibility of phenolic compounds in red pitaya pulp. **Food Research International**, [s.l.], v. 126, p.108681, dez. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2019.108681.

NETZEL, Michael; NETZEL, Gabriele; TIAN, Qingguo; SCHWARTZ, Steven; KONCZAK, Izabela. Native Australian fruits — a novel source of antioxidants for food. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s.l.], v. 8, n. 3, p.339-346, set. 2007. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.ifset.2007.03.007.

NGUYEN, Nhat Minh Phuong *et al.* In vitroantioxidant activity and phenolic profiles of tropical fruit by-products. **International Journal Of Food Science & Technology**, [s.l.], v. 54, n. 4, p.1169-1178, 4 jan. 2019. Wiley. http://dx.doi.org/10.1111/ijfs.14093.

OLIVEIRA, G. L. S. Determinação da capacidade antioxidante de produtos naturais in vitro pelo método do DPPH•: estudo de revisão. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, [s.l.], v. 17, n. 1, p.36-44, mar. 2015. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/1983-084x/12 165.

PATEL, Kanika; PATEL, Dinesh Kumar. The Beneficial Role of Rutin, A Naturally Occurring Flavonoid in Health Promotion and Disease Prevention: A Systematic Review and Update. **Bioactive Food As Dietary Interventions For Arthritis And Related Inflammatory Diseases**, [s.l.], p.457-479, 2019. Elsevier. http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-813820-5.00026-x.

PAZ, Mário *et al.* Brazilian fruit pulps as functional foods and additives: Evaluation of bioactive compounds. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 172, p.462-468, abr. 2015. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.102.

PHEBE, D. *et al.* Red-fleshed pitaya (Hylocereus polyrhizus) fruit colour and betacyanin content depend on maturity. **International Food Research Journal**, [s.l.], n. 16, p.233-242, 2009.

PRATT, Steven G.; MATTHEWS, Kathy. **SuperFoods Rx: Fourteen Foods That Will Change Your Life.** [s.l.]: Perfect Bound, 2004. 367 p.

SCHERER, Rodrigo *et al.* Validation of a HPLC method for simultaneous determination of main organic acids in fruits and juices. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 135, n. 1, p.150-154, nov. 2012. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.03.111.

SERVILLO, Luigi *et al.* Occurrence of Pipecolic Acid and Pipecolic Acid Betaine (Homostachydrine) in Citrus Genus Plants. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [s.l.], v. 60, n. 1, p.315-321, 29 dez. 2011. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/jf204286r.

SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144-158, 1965.

SLIMESTAD, Rune; FOSSEN, Torgils; VERHEUL, Michel J.. The Flavonoids of Tomatoes. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [s.l.], v. 56, n. 7, p.2436-2441, abr. 2008. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/jf073434n.

STONER, Gary D.; WANG, Li-shu; SEGUIN, Claire; ROCHA, Claudio, STONER Kristen, CHIU, Steven; KINGHORN, A. Douglas. Multiple Berry Types Prevent N-nitrosomethylbenzylamine-Induced Esophageal Cancer in Rats. **Pharmaceutical Research**, [s.l.], v. 27, n. 6, p.1138-1145, 16 mar. 2010. Springer Science and Business Media LLC. http://dx.doi.org/10.1007/s11095-010-0102-1.

TANG, C. S.; NORZIAH, M. H. Stability of betacyanin pigments from red purple pitaya fruit (*Hylocereus polyrhizus*): influence of pH, temperature, metal ions and ascorbic acid. **Indonesian Journal Of Chemistry**, [s.l.], v. 7, n. 3, p.327-331, 20 jun. 2010. Universitas Gadjah Mada. http://dx.doi.org/10.22146/ijc.21678.

TENORE, Gian Carlo; NOVELLINO, Ettore; BASILE, Adriana. Nutraceutical potential and antioxidant benefits of red pitaya (Hylocereus polyrhizus) extracts. **Journal Of Functional Foods**, [s.l.], v. 4, n. 1, p.129-136, jan. 2012. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jff.2011.09.003.

WALKER, R.; FAMIANI, F.. Organic Acids in Fruits: Metabolism, Functions and Contents. In: WARRINGTON, I.. **Horticultural Reviews, Volume 45.** [s.l.]: John Wiley & Sons, Inc, 2018. p. 371-431.

WU, Yawei *et al.* Metabolic Profiling of Pitaya (Hylocereus polyrhizus) during Fruit Development and Maturation. **Molecules**, [s.l.], v. 24, n. 6, p.1114-1130, 20 mar. 2019. MDPI AG. http://dx.doi.org/10.3390/molecules24061114.

YAHIA, E.. Postharvest Biology and Technology of Tropical and Subtropical Fruits. Sawston: Woodhead Publishing Limited, 2011.

YI, Weiguang; FISCHER, Joan; KREWER, Gerard; AKOH, Casimir C.. Phenolic Compounds from Blueberries Can Inhibit Colon Cancer Cell Proliferation and Induce Apoptosis. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [s.l.], v. 53, n. 18, p.7320-7329, set. 2005. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/jf0513330.

CAPÍTULO 3 – EMPREGO DE MÉTODOS DE DESIDRATAÇÃO PARA EXPLORAÇÃO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE PITAYAS DE POLPA ROXA

(Hylocereus polyrhizus): uma abordagem comparativa entre processos e produtos

RESUMO

A elaboração de polpa de pitaya roxa em pó vem ao encontro de uma demanda mercadológica por produtos interessantes tanto do ponto de vista nutricional quanto do tecnológico. Com isso em vista, foram testados três métodos de desidratação da polpa, nomeadamente desidratação convectiva tradicional (CO), em leito de espuma (LE) e liofilização (LF). As desidratações CO e LE foram conduzidas a 40 °C, velocidade do ar de 0,79 m·s⁻¹, umidade relativa entre 19 e 23,5 % e em camadas de 2 mm de espessura e área de secagem de 262,99 mm². Na desidratação LE, a espuma foi elaborada adicionando 1,6 g de clara de ovo em pó e 1 mL de solução de alginato de sódio 2 % em 100 g de polpa fresca sem sementes que posteriormente foram submetidos a batimento durante 15 min em mixer (potência de 400 W). O tempo médio de desidratação foi de 50 min para LE, 130 min para CO e 1700 min para LF. Observou-se prevalência do período de taxa decrescente para todos os processos, característica de processos difusivos. Dentre os modelos empíricos para cinética de secagem avaliados, o de Midilli-Kucuk apresentou, globalmente, melhor qualidade de ajuste, com R² > 0,998 para todas as amostras e menores valores de RMSE e SSE. Os coeficientes de difusão efetiva médios, determinados a partir da solução da segunda lei de Fick, foram de 3,23·10⁻¹⁰ m²·s⁻¹ para LE e 0,89·10⁻¹⁰ m²·s⁻¹ para CO, justificando a diferença observada entre as velocidades de processo. A análise de microestrutura por MEV revelou uma evidente diferença entre os leitos de secagem, onde LE demonstrou menor encolhimento da espessura original e elevada porosidade, enquanto CO apresentou características de um filme fino e LF, de um bloco coeso. A comparação entre os custos de processo na escala executada indicou custos de processo cerca de quatro vezes inferiores para LE e CO em comparação a LF, sem diferenças significativas entre si. As capacidades de retenção de água observadas para amostras obtidas por LE (12,87 gágua g sólidos insolúveis 1) foram significativamente maiores do que as quantidades para CO (10,33 gágua g sólidos insolúveis⁻¹) e LF (8,49 gágua· g sólidos insolúveis⁻¹). O mesmo foi observado para as retenções de óleo (2,71 góleo gsólido seco para LE frente a 0,65 góleo gsólido seco para CO e 1,34 góleo gsólido seco para co LF). Os índices de solubilidade, no entanto, não apresentaram diferenças significativas entre si, sendo de aproximadamente 65 %. Para a avaliação das isotermas de adsorção a 25 °C o modelo de GAB apresentou melhor qualidade de ajuste frente ao de BET, com R² > 0,99 para todas as amostras. A partir dele, os menores teores de umidade na monocamada foram observados para LE (0,1234 gágua· g sólidos secos⁻¹), seguidos de CO (0,4361 gágua· g sólidos secos⁻¹) e LF (0,7248 gágua· g sólidos secos⁻¹). As curvas foram caracterizadas como do tipo III, comuns para produtos ricos em componentes cristalinos solúveis. A cor dos produtos obtidos por LE se mostrou significativamente mais clara, arroxeada e intensa do que as demais, podendo ser mais atrativa ao consumidor. Os processos de desidratação por LE e CO foram capazes de reter os teores de fenólicos totais quando em comparação com a liofilização, e tiveram suas atividades antioxidantes avaliadas pelo método FRAP incrementadas em duas e três vezes, respectivamente, o que não foi observado para o método DPPH. Os resultados do presente trabalho apontam para um potencial uso da tecnologia de desidratação convectiva em leito de espuma para elaboração de polpa de pitaya roxa em pó, associados a características tecnológicas e econômicas favoráveis quando em comparação com as desidratações convectivas tradicionais e por liofilização.

Palavras-chave: Superfruta. Secagem em leito de espuma. Liofilização. Secagem convectiva. Compostos bioativos. Compostos fenólicos. Atividade antioxidante.

ABSTRACT

The preparation of powdered purple pitaya pulp meets a market demand for interesting products from both nutritional and technological points of view. With this in mind, three distinct dehydration methods were tested, namely traditional convective dehydration (CO), foam-mat convective drying (FM) and freeze-drying (FD). Convective dehydrations were conducted at 40 °C, air velocity of 0.79 m·s⁻¹, relative humidity between 19 and 23.5 % in 2 mm thick versus 262.99 mm² layers. The foaming condition was defined as 1.6 g of egg white powder added from 1 ml of 2% sodium alginate solution to 100 g of seedless fresh pulp, whipped together for 15 min in a mixer (400 W power). The average dehydration time was 50 min for FM, 130 min for CO and 1700 min for FD. Prevalence of the decreasing rate period was observed for all processes, characteristic of diffusive processes. Among the empirical models for drying kinetics evaluated, the Midilli-Kucuk model presented, overall, better-fit qualities, with R² > 0.998 for all samples and lower RMSE and SSE values. The mean effective diffusion coefficients, determined from Fick's second law solution, were 3.23·10⁻¹⁰ m²·s⁻¹ for FM and 0.89·10⁻¹⁰ m²·s⁻¹ ¹ for CO, justifying the difference observed between the process speeds. The microstructure analysis by SEM revealed an evident difference between the drying beds, where FM showed smaller shrinkage of the original thickness and high porosity, while CO showed characteristics of a thin film and FD of a cohesive block. Comparison of process costs on the executed scale indicated process costs about four times lower for FM and CO compared to FD, with no significant differences between them. The water retention capacities observed for samples obtained by FM (12.87 gwater ginsoluble solids⁻¹) were significantly higher than the amounts for CO (10.33 gwater ginsoluble solids 1) and FD (8.49 gwater ginsoluble solids 1). Similar behavior was observed for oil retentions (2.71 goil· gdry solids⁻¹ for FM compared to 0.65 goil· g dry solids⁻¹ for CO and 1.34 goil gdry solids 1 for FD). Solubility indices, however, did not show significant differences among themselves, being approximately 65 %. For the evaluation of the adsorption isotherms at 25 °C, the GAB model presented better-fit quality compared to the BET model, with R² > 0.99 for all samples. From this, the lowest moisture content in the monolayer was observed for FM (0.1234 gwater g dry solids⁻¹), followed by CO (0.4361 gwater g dry solids⁻¹) and FD (0.7248 gwater g dry solids⁻¹). The curves were characterized as type III, common for products rich in soluble crystalline components. The color of the products obtained by FM proved to be significantly lighter and more intense than the others, and may be more attractive to the consumer. The dehydration processes by FM and CO were able to retain the total phenolic content when compared to freeze drying, and had their antioxidant activities evaluated by the FRAP method increased by two and three times, respectively, which was not observed for the method DPPH. The results of the present study point to the potential use of foam-mat convective dehydration technology for the preparation of purple pulp dragon fruit powders, associated with very favorable technological and economic characteristics when compared to traditional convective dehydration and freezedrying.

Keywords: Superfruit. Foam-mat drying. Freeze-drying. Convective drying. Bioactive compounds. Phenolic compounds. Antioxidant activity.

1. INTRODUÇÃO

Os processos de desidratação constituem o mais versátil conjunto de operações unitárias da engenharia de alimentos, sendo aplicáveis a materiais particulados, sólidos, pastosos e soluções, servindo não só para a elaboração de produtos e ingredientes, mas, também, como alternativa para diminuição do desperdício de produtos vegetais fora do padrão para comércio *in natura* (ARAYA-FARIAS; RATTI, 2009). Ademais, no que tange ao mercado de frutas desidratadas, verificou na última década um crescimento médio de 16%, tendo ultrapassado 2,8 milhões de toneladas em 2017. O Brasil, apesar de apresentar grande diversidade de frutas, não apresenta posição de destaque nesse setor, figurando apenas como importador de produtos argentinos (INC, 2017).

Entre os processos de desidratação de alimentos destaca-se a liofilização para originar produtos de excelente qualidade nutricional e de grande porosidade, enquanto a desidratação convectiva tradicional apresenta grandes vantagens econômicas e energéticas. Nesse contexto, a desidratação em leito de espuma surge como alternativa que se assemelha à liofilização ao permitir o emprego de temperaturas brandas e fornecer um leito de secagem poroso, o que melhora as características de reidratação, e, ao mesmo tempo, apresenta custos energéticos semelhantes ao processo convectivo tradicional (ARAYA-FARIAS; RATTI, 2009).

Tendo em vista as interessantes propriedades nutricionais dos frutos de *Hylocereus polyrhizus* discutidas no capítulo anterior, o apelo de sua coloração exótica, as vantagens do emprego de tecnologias de desidratação e o interesse do mercado, este trabalho visa a elaboração de polpas de pitaya roxa desidratadas com potencialidades de aplicação como ingredientes bioativos naturais na indústria alimentícia.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é avaliar o potencial tecnológico de polpas de pitaya roxa (*Hylocereus polyrhizus*) visando a elaboração de produtos desidratados naturalmente bioativos.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos do presente estudo são:

- a) Definir um processo de separação da polpa, através de etapas de descascamento e descaroçamento;
- Avaliar os processos de desidratação da polpa por liofilização, por secagem convectiva tradicional e em leito de espuma;
- c) Definir condições de elaboração de uma espuma estável a partir da polpa para desidratação convectiva em leito de espuma;
- d) Determinar e comparar as curvas cinéticas de desidratação, suas respectivas taxas e coeficientes de difusão efetivos;
- e) Comparar a viabilidade econômica dos processos de desidratação empregados;
- f) Comparar as propriedades tecnológicas de incorporação e de adsorção de umidade dos produtos obtidos;
- g) Comparar as propriedades antioxidantes dos produtos obtidos.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. PREPARO DA POLPA DE PITAYA ROXA

Os frutos das pitayas de polpa roxas (*Hylocereus polyrhizus*) foram fornecidos pelo Recanto da Pitayas, propriedade de produtores orgânicos do município de Turvo – SC (latitude 28°75'34" S, longitude 49°40'45" W), colhidos 34 dias após a florada. Os frutos foram selecionados por meio de análise subjetivas (fruto desenvolvido, sem injúrias e cor da casca característica), higienizados em solução de hipoclorito de sódio 2,0 - 2,5 % e descascados manualmente. As polpas foram desestruturadas manualmente e a sementes foram separadas através do peneiramento seguido de filtração em *voil* com pressão manual. As polpas sem sementes foram embaladas em sacos de PEAD e congeladas em *freezer* a -18 °C.

3.2. DESIDRATAÇÃO DA POLPA

3.2.1. Liofilização

Para execução do processo de liofilização (LF), a polpa sem sementes foi distribuída em balões de 250 mL, de fundo redondo, até uma altura de aproximadamente 2 cm. Os balões foram submersos em nitrogênio líquido até verificação do congelamento total e, em seguida, acoplados ao liofilizador modelo MicroModulyo 1,5 litro, Thermo Electron, EUA. Efetuou-se pesagem e recongelamento dos balões em intervalos de 5 h, até verificação de massa constante. Após a desidratação, o produto foi acondicionado em tubos *falcon* envoltos em papel alumínio para proteção contra a luz e estocados sob vácuo em dessecadores com sílica até o momento das avaliações subsequentes.

3.2.2. Desidratação convectiva tradicional

O processo de desidratação convectiva tradicional (CO) foi conduzido em estufa com circulação e renovação de ar (modelo TE-394/2) previamente calibrada em temperatura de 40 °C e sob velocidade do ar de 0,79 m·s⁻¹, avaliada com anemômetro modelo TEXTO 425 (Alemanha). A polpa liquefeita foi distribuída em bandejas recobertas com papel celofane e as espessuras e áreas de secagem foram fixadas, respectivamente, em 2 mm e 262,99 cm² (22,1 cm x 11,9 cm). Avaliou-se, ainda, as temperaturas de bulbo seco (termômetro de mercúrio) e úmido (termômetro digital, envolto em camada fina de algodão umedecido com água destilada) durante os processos de secagem e, de posse desses dados, foram determinadas as características do ar de secagem através de carta psicrométrica (Anexo I). As condições de ar de secagem foram caracterizadas conforme indicado na tabela 1.

Tabela 1 - Caracterização dos ares de secagem convectiva em termos de temperaturas de bulbos seco (T_{bs}) e úmido (T_{bu}), umidades absoluta e relativa e entalpia medidas durante os processos de desidratação em leito de espuma (LE) e convectiva tradicional (CO).

Parâmetro	LE	CO
T _{bs} média (°C)	40,5	39,7
T _{bu} média (°C)	21,9	22,7
Umidade Absoluta (kg H2O·kg AS ⁻¹)	0,009	0,0105
Umidade Relativa (%)	19	23,5
Entalpia (kcal·kg AS ⁻¹)	18,8	20,3

Fonte: Autoria própria (2020)

As curvas cinéticas de desidratação foram determinadas através do acompanhamento da perda de massa em balança semianalítica (Master, AS 5500C, carga máxima 5000 g / carga mínima 0.25 g). A pesagem foi feita em intervalos de 5 - 10 minutos durante o período de taxa constante e de 30 minutos a partir do momento no qual identificou-se a taxa decrescente.

3.2.3. Desidratação convectiva em leito de espuma

3.2.3.1. Elaboração da espuma e avaliação de estabilidade

A elaboração da espuma foi realizada através de aeração da polpa de pitaya em *mixer* doméstico (Philips Walita Viva RI1364), com adição de clara de ovo em pó como agente espumante e alginato de sódio como estabilizante de espuma escolhidos, bem como as quantidades e condições de processo, com base em testes prévios e na patente do processo (MORGAN *et al.*, 1961), tendo sido fixadas como apresentado na tabela 2.

Tabela 2 – Proporções de polpa fresca sem sementes, clara de ovo em pó e alginato de sódio e condições de tempo e potência de batimento estabelecidas para elaboração da espuma de polpa de pitaya roxa.

Parâmetro	Condição	
Polpa fresca sem sementes	100 g	
Clara de ovo, em pó	1,6 g	
Solução de alginato de sódio 2 % m/m	1 mL	
Tempo de batimento	15 min	
Potência de batimento	400 W	

Fonte: Autoria própria (2020)

A avaliação da estabilidade da espuma foi feita com base no método proposto por Karin (1999). Provetas de 25 mL foram preenchidas com a espuma de polpa de pitaya e observadas, durante 4 horas, para verificação de volume de líquido separado.

3.2.3.2. Desidratação da espuma

As condições de processo de desidratação foram as mesmas das utilizadas na desidratação convectiva (item 4.2.2), entretanto o espalhamento foi realizado, cuidadosamente, com a espuma, de modo a evitar o colapso da mesma, mantendo-se o controle da espessura e da área de secagem.

3.2.4. Microscopia eletrônica de varredura dos leitos de secagem

A avaliação da morfologia dos leitos de secagem foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de tungstênio modelo JEOL JSM-6390LV Scanning Electron Microscope (Japão), no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME-UFSC) com voltagem de aceleração fixada em 8 kV. Para tal, as amostras, criofraturadas através de submersão em nitrogênio líquido, foram dispostas em fitas de carbono fixadas em *stubs* e recobertas com ouro (recobridor Leica EM SCD 500 *sputter coater*, Alemanha).

3.2.5. Modelagem matemática para cinéticas de secagem

Os modelos matemáticos e ferramentas computacionais aumentam a precisão da descrição de valores e a possibilidade de extrapolação das características obtidas em um nível de micro a um nível de macro escala. Esses modelos podem ser classificados em duas categorias: os que envolvem equações semiteóricas, como aproximações de camada infinita, e os propriamente teóricos, baseados na física fundamental do processo (CASTRO *et al.*, 2018).

Os modelos matemáticos empregados são derivados da resolução das equações diferenciais de estado para transferência de massa, expressas na segunda lei de Fick, explicitada na equação 3:

$$\frac{\partial_{C_A}}{\partial t} = D_{AB} \left(\frac{\partial^2_{C_A}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2_{C_A}}{\partial y^2} + \frac{\partial^2_{C_A}}{\partial z^2} \right) \tag{3}$$

onde "c_A" é a concentração mássica ou molar de uma espécie "A", "x, y, z" são as dimensões espaciais e D_{AB} é o coeficiente de difusão da espécie A na espécie B, com dimensões de unidade de área por unidade de tempo. Simplificações razoáveis podem ser adotadas de forma a diminuir o esforço matemático necessário para a resolução (WELTY *et al.*, 2008).

A resolução da equação diferencial supracitada, mesmo feitas simplicações cabíveis, ainda demanda um esforço computacional e matemático relativamente grandes em comparação às equações empíricas. Nesse sentido, os modelos empíricos, baseados em dados experimentais

e análises dimensionais, se apresentam como boas alternativas de avaliação de processo (KUCUK *et al.*, 2014). Inúmeros deles são descritos na literatura e, dentre eles, foram escolhidos nove para verificação da melhor adequação aos dados obtidos experimentalmente. Esses nove modelos são explicitados no quadro 1.

Quadro 1 - Modelos empíricos aplicados para predição de cinética de secagem e respectivas referências

Modelo	Forma	Referência
Lewis	$RU = \exp(-k \cdot t)$	Lewis (1951)
Log	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + c$	Yagcioglu <i>et al.</i> (1999)
Page	$RU = \exp(-k \cdot t^n)$	Page (1949)
Exponencial 2 termos	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + (1 - a) \cdot \exp(-k + a \cdot t)$	Sharaf-Elden <i>et al</i> . (1980)
Wang & Singh	$RU = 1 + a \cdot t + b \cdot t^2$	Wang e Singh (1978)
Aproximação de difusão	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + (1 - a) \cdot \exp(-k \cdot b \cdot t)$	Kassem (1998)
Henderson & Pabis	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t)$	Henderson e Pabis (1969)
Henderson & Pabis modificado	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t) + b \cdot \exp(-g \cdot t) + c$ $\cdot \exp(-h \cdot t)$	Karathanos (1999)
Midilli-Kucuk	$RU = a \cdot \exp(-k \cdot t^n) + b \cdot t$	Midilli, Kucuk e Yapar (2002)

Fonte: Autoria própria (2020)

Ainda, os coeficientes de difusão efetiva (D_{ef}) foram considerados constantes durante a secagem e calculados a partir da solução da equação 3 para escoamento de umidade unidirecional, em apenas uma das faces de uma placa plana (ou seja, com laterais e fundo isolados), admitindo-se umidade inicial uniformemente distribuída sobre a placa e umidade crítica como umidade inicial – conforme observado nas cinéticas de secagem apresentadas no item 5.1.3.1. A solução (FOUST *et al.*, 1982) é representada pela equação 4 que foi resolvida, bem como os modelos citados no quadro 1, através da ferramenta *Curve-Fitting* do software Matlab (MathWorks, R2018a).

$$\frac{x_t - x_e}{x_0 - x_e} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp(-(2n+1)^2 D_{ef} t \frac{\pi^2}{L^2})$$
(4)

Onde x_t , x_e e x_0 são, respectivamente, os teores de umidade no tempo em questão, no equilíbrio e inicial, em $g_{água} \cdot g_{ss}^{-1}$, t é o tempo em minutos e L é a espessura total da camada de secagem (2 mm).

3.3. CARACTERIZAÇÃO DOS PRODUTOS DESIDRATADOS

3.3.1. Cor

A avaliação de cor para os produtos desidratados foi realizada conforme metodologia proposta por Şengör *et al.* (2019), adaptada. As amostras foram dispostas em uma câmara fechada com fundo e iluminação de *LED* brancos para captura de imagem. As fotografias foram tiradas por câmera Nikon D-5500 18-55 mm ajustada a 55 mm com foco /11, velocidade 1/500 e ISO 200. As imagens foram submetidas à análise no *software open source* ImageJ (*NIH Image, University of Wisconsin*).

3.3.2. Capacidade de retenção de água (CRA) e índice de solubilidade (IS)

A determinação da CRA dos produtos desidratados foi realizada conforme metodologia sugerida por Alfredo *et al.* (2009), com adaptações. Nela, 1,00 ± 0,01g de produto desidratado foi adicionado de 10 mL de água destilada a 25 °C em tubos *Falcon*. Essa mistura, após agitada em vórtex por aproximadamente 1 minuto, foi centrifugada a 4950 g por 30 minutos (centrifuga modelo 5804 R, Eppendorf, Alemanha). O sobrenadante foi, então, pesado e descontado da quantidade de água adicionada. Essa diferença representa, assim, a quantidade de água retida em 1g de produto desidratado não solúvel (calculado a partir da diferença entre a massa inicial e a massa de sólidos solúveis, obtida conforme detalhamento a seguir), ou seja, a capacidade de retenção de água (que será expressa em gágua· g⁻¹ sólido insolúvel).

O índice de solubilidade foi calculado a partir da secagem do sobrenadante obtido, sendo expresso em porcentagem de massa de sólidos solúveis por massa de sólido seco.

3.3.3. Capacidade de retenção de óleo (CRO)

A avaliação da CRO segue os mesmos princípios da CRA, variando apenas na adição de óleo de canola a 25 °C no lugar da água destilada. Desta forma, a capacidade de retenção de óleo será expressa em góleo g-1 sólido seco.

3.3.4. Isotermas de adsorção de umidade a 25 °C

O método descrito por Barbosa-Cánovas *et al.* (2007) baseia-se em ensaios estáticogravimétricos, onde uma massa de amostra seca é acondicionada sob diferentes umidades relativas (UR), fornecidas a partir de soluções salinas saturadas de atividade de água (Aw) conhecidas, e temperatura constante, avaliando-se periodicamente a massa da amostra até verificação de valor constante, onde considera-se atingida a condição de equilíbrio.

Para tal, as amostras foram pesadas em cadinhos de porcelana previamente secos e acondicionadas em recipientes hermeticamente fechados contendo soluções saturadas de cloreto de lítio (LiCl – Aw 0,11), cloreto de magnésio (MgCl₂ – Aw 0,33), carbonato de potássio (KCO₃ – Aw 0,43), brometo de sódio (NaBr – Aw 0,58), cloreto de sódio (NaCl – Aw 0,75), cloreto de potássio (KCl – Aw 0,80) e cloreto de bário (BaCl₂ – Aw 0,90), em incubadora tipo B.O.D (TE-371, TECNAL, Brasil) a 25 °C. A pesagem foi realizada periodicamente até obtenção de massa constante e, posteriormente, as amostras foram novamente secas em estufa a 40 °C até massa constante. De posse desses dados, calculou-se os valores de umidades de equilíbrio (X_{eq}) através da razão entre as diferenças das massas de água e as massas de sólido seco, sendo expressas em gramas de água por gramas de sólido seco ($g_{água}$ · g^{-1}_{ss}).

Os modelos de Guggenhein-Anderson-deBoer (GAB) e Brunauer-Emmet-Teller (BET) serão ajustados aos dados experimentais respectivamente através das equações 5 e 6:

$$X_{eq} = \frac{X_m CK A_w}{(1 - K A_w)(1 - K A_w + CK A_w)}$$
(5)

$$X_{eq} = \frac{X_m C A_w}{(1 - A_w)[1 - (C - 1)A_w]}$$
 (6)

onde X_m é a umidade na monocamada molecular (reflete a quantidade de água adsorvida nos sítios polares da superfície do produto) e C e K são parâmetros dependentes da natureza do produto e temperatura empregada (DU *et al.*, 2014; BARBOSA-CÁNOVAS *et al.*, 2007).

3.4. AVALIAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

As determinações de compostos fenólicos totais pelo método de Folin-Ciocalteau e atividades antioxidantes pelos métodos DPPH e FRAP foram feitas sobre as amostras desidratadas em até dois meses após o processamento e conforme descrito nos itens 4.6.2 a 4.6.4 do Capítulo 1 do presente trabalho.

3.5. ANÁLISE ESTATÍSTICA

As desidratações em estufa foram realizadas em triplicata, bem como as avaliações de atividades antioxidantes e teores de fenólicos totais, enquanto a liofilização, as isotermas de adsorção e as capacidades de retenção de água/óleo foram conduzidas em duplicata. Os resultados obtidos foram submetidos a análise de variância simples (ANOVA), com

comparação das médias via teste de Tukey a um nível de significância de 95 %, conduzidos no *software* STATISTICA 13.0 (Statsoft, Tulsa, OK, EUA).

Os modelos matemáticos aplicados às cinéticas de secagem e às isotermas de adsorção, por sua vez, foram comparados através dos parâmetros de SSE (soma dos erros quadráticos), RMSE (raiz do erro quadrático médio) e R² (coeficiente de correlação) definidos, respectivamente, como explicitado nas equações 7 a 9. Estes foram realizados através da ferramenta *Curve-Fitting* do software Matlab (MathWorks, R2018a).

$$SSE = \sum_{i=1}^{n} (y_i - \hat{y}_i)^2$$
 (7)

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} (y_i - \hat{y}_i)^2}$$
 (8)

$$R^{2} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n} (\hat{y}_{i} - \bar{y})^{2}}{\sum_{i=1}^{n} (\hat{y}_{i} - \bar{y})^{2} + \sum_{i=1}^{n} (y_{i} - \hat{y}_{i})^{2}}$$
(9)

Onde y_i é o valor observado experimentalmente, \hat{y}_i é o valor predito pelo modelo e \bar{y} é o valor médio observado experimentalmente.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. DESIDRATAÇÃO DA POLPA

4.1.1. Estabilidade da espuma

A estabilidade da espuma foi acompanhada durante 4 horas, não havendo separação de líquido aparente. A espuma mostrou-se, assim, estável durante todo o período requerido para a secagem.

4.1.2. Modelagem matemática para cinéticas de secagem

4.1.2.1. Cinéticas e taxas de secagem

A curvas de razão de umidade (RU) em relação ao tempo (t) das amostras LF, CO e LE são apresentadas na figura 1. Os três processos apresentaram comportamentos típicos de secagem, onde observou-se inclinação mais pronunciada no início do processo, subsequente atenuação da inclinação até, por fim, verificação de inclinação nula, indicando a estabilidade da massa seca e, portanto, o fim do processo.

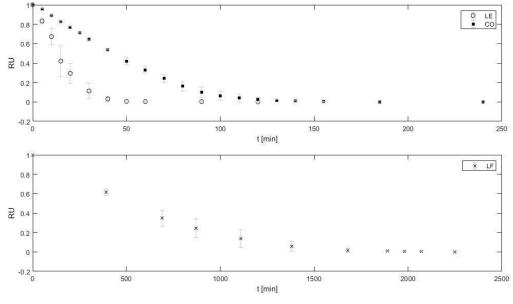


Figura 1 - Evolução das razões de umidade em relação ao tempo.

Fonte: Autoria própria (2020)

A diferença de inclinação observada entre as curvas indica a velocidade do processo, ou seja, quanto maior a inclinação, mais rápida a secagem. O processo de desidratação LE mostrou-se expressivamente mais rápido do que os demais, atingindo o equilíbrio com o ar de

secagem aos 50 minutos, frente a 130 minutos para CO e 1700 minutos para LF. Complementarmente, o comportamento das taxas de secagem em função do tempo é observado na figura 2.

Figura 2 - Evolução das taxas de secagem em função do tempo para os processos de liofilização (LF), secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE).

Fonte: Autoria própria (2020)

t [min]

1500

2000

2500

1000

0 0

500

Observou-se que para o processo LE, o período de taxa constante não chega a ser observado, prevalecendo o período de taxa decrescente. Nos processos CO e LF observa-se um período constante seguido de um decrescente pronunciado. O comportamento de taxas predominantemente decrescentes é comumente observado em processos de secagem de estruturas fibrosas ou amorfas, onde o fenômeno prevalecente do processo é a difusão (FOUST *et al.*, 1982). Este comportamento é claramente observado na figura 3, onde é apresentado o comportamento da taxa de secagem em função do teor de umidade (w) do produto.

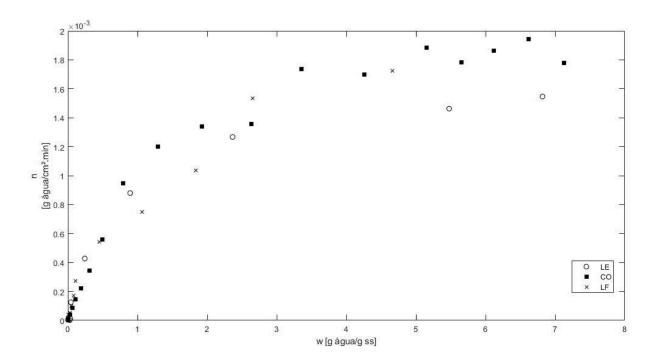


Figura 3 - Comportamento das taxas de secagem em função da umidade do sólido.

Fonte: Autoria própria (2020)

O período de taxa decrescente verificado para umidades mais baixas e aproximadamente constante para umidades mais altas é característico de processos controlados por mecanismos difusivos prevalecendo sobre o movimento de umidade por capilaridade mesmo na amostra LE, mais porosa (GEANKOPLIS, 1998).

4.1.2.2. Modelos empíricos para cinéticas de secagem

Na tabela 3 são apresentados os parâmetros de ajuste de todos os nove modelos testados com seus respectivos coeficientes de correlação (R²), raiz dos erros quadráticos médios (RMSE) e somas dos erros quadráticos (SSE). Os melhores ajustes, ou seja, aqueles que apresentaram valores de R² mais próximos a 1 e menores valores de RMSE e SSE, foram observados para os modelos de Midilli-Kucuk e Page para os três métodos de desidratação avaliados, seguidos do modelo de aproximação difusional para as desidratações convectiva e por liofilização e de Henderson & Pabis modificado para a desidratação em leito de espuma. Com exceção do modelo de Wang e Singh para a desidratação em leito de espuma, todos os demais modelos e processos apresentaram R² superior a 0,96, indicando boa representação dos dados obtidos experimentalmente.

Tabela 3 - Compilado dos ajustes dos modelos empíricos testados para razão de umidade (RU) em função do tempo para os processos de desidratação por liofilização (LF), convectiva tradicional (CO) em leito de espuma (LE), em relação aos parâmetros de cada modelo, coeficiente de correlação (R²), raiz do erro quadrático médio (RMSE) e soma dos erros quadráticos (SSE).

		Tratamento											
Modelo para RU	Forma		LF CO					LE					
Re		Parâmetros	R ²	RMSE	SSE	Parâmetros	R ²	RMSE	SSE	Parâmetros	R ²	RMSE	SSE
Lewis	$RU = \exp(-\frac{k^*t}{})$	k = 0,002	0,984	0,041	0,017	k = 0,019	0,969	0,064	0,082	k = 0.058	0,977	0,056	0,032
Log	RU = a*exp(- k*t)+c	a = 1,090; k = 0,001; c = -0,072	0,994	0,026	0,006	a = 1,161, k = 0,017; c = -0,088	0,988	0,042	0,032	a= 1,096; k=0,0570; c= -0,0356	0,985	0,052	0,021
Page	$RU = \exp(-\frac{k^*t^n})$ $RU = \frac{1}{2}$	k = 1,247e-04; n = 1,383	0,999	0,006	4,200e-04	k = 0,003; n = 1,440	0,998	0,016	0,005	k = 0.015; n = 1.470	0,998	0,015	0,002
Exponencial 2 termos	a*exp(- k*t)+(1- a)*exp(- k*a*t)	a = 1,976; k = 0,002	0,998	0,012	0,001	a = 1,944; k = 0,029	0,996	0,023	0,011	a = 1,254.e-04; k = 460,2	0,977	0,059	0,032
Wang & Singh	$RU = 1+a*t+b*t^2$ $RU = 1$	a = -0.001; b = 3.035e-07	0,996	0,022	0,004	a = -0,013; b = 3,718e-05	0,985	0,046	0,041	a = -0,0307; b = 1,953e-04	0,889	0,131	0,154
Aproximação de difusão	a*exp(- k*t)+(1- a)*exp(- k*b*t)	a = -18,120; k = 0,003; b = 0,954	0,999	0,010	0,001	a = -12,890; b = 0,936; k = 0,039	0,997	0,020	0,008	a = 13,380; b = 0,957; k = 0,034	0,986	0,049	0,019
Henderson & Pabis	RU = a*exp(-k*t)	a = 1,035; k = 0,002	0,985	0,042	0,016	a = 1,097; k = 0,021	0,980	0,053	0,054	a = 1,067; k = 0,062	0,982	0,054	0,026
Henderson & Pabis modificado	RU = a*exp(- k*t)+b*exp(- g*t)+c*exp(- h*t)	g = 0.002; c = 0.053; h = 0.002	0,985	0,056	0,016	a = 0,103; k = 0,800; b = 1,154; g = 0,022; c = -0,254; h = 0,748	0,986	0,051	0,039	a = 0,223; k = 0,099; b = 2,508; g = 0,101; c = -1,735; h = 0,156	0,998	0,023	0,003
Midilli-Kucuk	RU = a*exp(- k*t^n)+b*t	a = 0,997; k = 1,592e-04; n = 1,342; b = -5,286e-06	0,999	0,005	2,500e-04	a = 0,977; k =0,003; n = 1,468; b = 7,438e-05	0,999	0,013	0,003	a = 0,996; k = 0,015; n = 1,481; b = 1,114e-05	0,998	0,017	0,002

Fonte: Autoria própria (2020)

Jafari *et al.* (2015) reportam, para desidratação convectiva aplicada sobre fatias finas de cebola, que os melhores ajustes foram obtidos para os modelos de aproximação de difusão, Page e exponencial de dois termos – entre os mesmos nove modelos avaliados. Hasibuan e Bairuni (2018), por sua vez, verificaram melhores ajustes ao processo de desidratação convectiva de fatias finas de gengibre, para os modelos de Midilli-Kucuk, logarítmico, exponencial de dois termos e aproximação de difusão, dentre 12 modelos avaliados. Semelhantemente, Baptestini *et al.* (2015) observou melhor ajuste à desidratação convectiva de espuma de graviola para o modelo de Midilli-Kucuk. Esses resultados corroboram com o observado no presente trabalho.

O parâmetro "n" atua como moderador do tempo, corrigindo eventuais erros decorrentes da negligência da resistência interna à transferência de umidade. Por sua vez, o parâmetro "k", chamado de constante de secagem, estabelece uma relação com as condições do ar de secagem, sendo influenciado pela umidade relativa e pela temperatura (GUEDES; FARIA, 2000). O parâmetro "a", no modelo de Midilli-Kucuk, é adimensional serve como compensação de fenômenos negligenciados que afetam a porção inicial (exponencial) da curva, enquanto "b" tem dimensões de tempo-1 e contribui para um melhor ajuste na porção final (linear) da curva (MIDILLI; KUCUK; YAPAR, 2002). Para o modelo de Page, normalmente se observa que os parâmetros k se aproximam de 0 e n, de 1. O mesmo acontece para o modelo de Midilli-Kucuk, com "a" tendenciando também a 1 e "b", a 0 que, desta forma, se aproxima ao modelo de Page. Esse comportamento foi identificado no presente estudo, como apontado na tabela 3.

Em relação ao modelo de Page, Gupta e Alam (2014) reportam parâmetros "k" de 0,0003 min⁻¹ e "n" de 1,4259 para concentrado de uva não espumado desidratado a 55 °C, enquanto o espumado apresentou, respectivamente, 0,0032 min⁻¹ e 1,0939. Baptestini *et al.* (2015) determinaram, para espuma de graviola desidratada convectivamente a 40 °C, "k" de 0,0033 min⁻¹ e "n" de 1,0536. Ainda, para fatias finas de gengibre desidratadas convectivamente a 40 °C e velocidade do ar de 0,8 m·s⁻¹, mesmas condições utilizadas no presente estudo, Hasibuan e Bairuni (2018) reportam "k" de 2,27·10⁻⁴ min ⁻¹ e "n" de 0,91869.

A semelhança entre os parâmetros também foi observada pelos mesmos estudos para o modelo de Midilli-Kucuk. Gupta e Alam (2014) reportam parâmetros "k" de 0,0001 min⁻¹, "n" de 1,4837, "a" de 0,9856 e "b" de -2·10⁻⁴ min ⁻¹ para concentrado de uva não espumado desidratado a 55 °C, enquanto o espumado apresentou, respectivamente, 0,0062 min⁻¹, 0,9516, 1,0100 e -2·10⁻⁴ min ⁻¹. Baptestini *et al.* (2015) apresentam, para espuma de graviola desidratada a 40 °C, "k" de 0,0017 min⁻¹, "n" de 1,1843, "a" de 0,9865 e "b" de 8·10⁻⁴ min⁻¹. Ainda, o

modelo de desidratação de lâminas de gengibre foi descrito através dos parâmetros "k" de 1,12·10⁻⁴ min⁻¹, "n" de 1,0098, "a" de 1,0074 e "b" de -2·10⁻⁶ min ⁻¹ (HASIBUAN; BAIRUNI, 2018).

Segundo Midilli, Kucuk e Yapar (2002), os modelos semiempíricos, para propósitos de projeto e análise, normalmente são suficientes para descrever adequadamente a cinética de secagem quando a resistência externa à transferência de calor e massa pode ser negligenciada, como é o caso das desidratações em placas planas infinitas. No presente estudo observou-se que, mesmo em condições diversas, como no caso da liofilização em balões de fundo redondo, os modelos podem ser aplicados com confiabilidade estatística para os três processos e, entre eles, o de Midilli-Kucuk apresenta melhor descrição.

4.1.2.3. Modelo difusional para desidratação convectiva

Na tabela 4 são apresentados os valores dos coeficientes de difusão efetiva (D_{ef}) determinados a partir da solução obtida por Sherwood e Newman (FOUST *et al.*, 1982) para a Lei de Fick. O somatório infinito foi truncado no sexto termo, onde verificada convergência, isto é, estabilidade na quarta casa decimal, para todas as amostras.

Tabela 4 - Coeficientes de difusão efetiva (D_{ef}) determinados para os métodos de desidratação em leito de espuma (LE) e convectiva tradicional (CO).

-	L \ /	
Coeficiente de difusão efetiva	LE	CO
D ef [mm²·min -¹]	0,0194 ± 0,0049 a	0,0053 ± 0,0015 ^b
D ef (x 10 ¹⁰) [m²·s]	3,2333 ± 0,8167 a	0,8873 ± 0,2575 ^b

Letras diferentes na linha representam diferença significativa (p < 0,05) pelo teste de Tukey. Fonte: Autoria própria (2020)

Os coeficientes de difusão efetiva representam a velocidade com a qual a umidade presente deixa o sólido em questão, ou seja, quanto maior o seu valor, mais rápida é a desidratação (FOUST *et al.*, 1982). Desta forma, observa-se que o processo de desidratação foi facilitado quando aplicado sobre o leito de espuma frente ao convectivo tradicional, uma vez que os valores de D_{ef} obtidos para o primeiro foram aproximadamente quatro vezes superiores aos do segundo.

Gupta e Alam (2014) reportam que a desidratação convectiva, a 55 °C, de um concentrado de uva espumado apresentou D_{ef} de 9,8·10⁻¹⁰ m²·s⁻¹, o que foi três vezes superior ao reportado para o produto não espumado. Os coeficientes de difusão efetiva para espumas alimentares normalmente são reportados na faixa de 10⁻¹⁰ a 10⁻⁸ m²·s⁻¹, variando conforme a

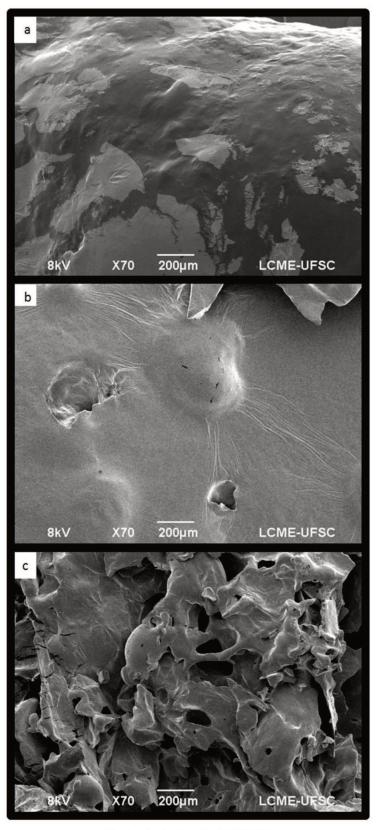
temperatura empregada, a morfologia do leito de secagem e a composição do produto em si. Baptestini *et al.* (2015) observaram, para espumas de graviola desidratadas a 40 °C, valores de D _{ef} de 4,12·10⁻¹⁰ m²·s⁻¹. De forma semelhante, Dehghannya *et al.* (2019) observaram, num processo de desidratação convectiva de espuma de limão, valores de D_{ef} entre 1,061 e 1,666 ·10⁻⁸ m²·s⁻¹.

É importante ressaltar que, apesar de serem considerados constantes para fins de determinação, os coeficientes de difusão variam conforme a umidade do produto (THUWAPANICHAYANAN; PRACHAYAWARAKORN; SOPONRONNARIT, 2012), além de serem dependentes dos parâmetros de processo estabelecidos, não sendo intrínsecos ao produto em si, mas ao binômio produto/processo e, por isso, dando margem à otimização das condições de processamento.

4.1.3. Microscopia eletrônica de varredura dos leitos de secagem

Uma relevante diferença foi observada na morfologia da superfície dos três diferentes leitos de secagem, como demonstrado na figura 4. A porosidade do leito de espuma (figura 4-a) se destaca, apresentando superfície rugosa com a presença de poros de tamanho e distribuição irregulares. O leito convectivo tradicional (figura 4-b) apresentou superfície lisa e com a presença de poucos poros. A secagem por liofilização, por sua vez, resultou em uma estrutura compacta e sem poros aparentes (figura 4-c).

Figura 4 - MEV dos leitos de secagem por liofilização (LF, a), secagem convectiva tradicional (CO, b) e em leito de espuma (LE, c), com ampliação de 70 vezes.



Fonte: Autoria própria (2020).

A coesão observada para o material liofilizado pode ser relacionada à composição da polpa fresca, que é heterogênea e apresenta uma parte líquida, essencialmente aquosa, e uma mucilagem viscosa, característica de membros da família Cactaceae (NOBEL; CAVELIER; ANDRADE, 1992). Sua composição ainda não foi completamente elucidada mas sabe-se que conta com uma mistura complexa de pectinas (com grau de esterificação superior a 80 % e compostas por arabinose e galactose, principalmente), celulose e hemicelulose (compostas sobretudo por glicose, xilose e galactose) que, somadas, representam aproximadamente 5 % da massa seca de polpa sem sementes (RAMÍREZ-TRUQUE; ESQUIVEL; CARLE, 2011). Essa mucilagem, tal como outras substâncias viscosas e com altas concentrações de açúcares, pode apresentar temperatura de transição vítrea (Tg) de até -40 °C (FAN; ROOS, 2019), colapsando sua estrutura se submetida a temperaturas maiores durante a liofilização. A liofilização de produtos com características semelhantes é, normalmente, acompanhada de algum agente auxiliar capaz de aumentar a T_g e evitar a cristalização, como o isolado proteico de soro de leite e maltodextrina (FAN; ROOS, 2019). Iurian et al. (2017) observaram, para mucilagem de sementes de feno-grego (Trigonella foenum-graecum), composta basicamente por galactomananos, uma T_g de aproximadamente -29 °C, corroborando com a teoria levantada. Segundo Tsourouflis, Flink e Karel (1976), essas temperaturas normalmente estão compreendidas entre -5 e -60 °C. Apesar do método ultrarrápido de congelamento e recongelamento frequente, com nitrogênio líquido (-196 °C), empregado no presente ensaio, é provável que o interior da estrutura tenha atingido essa temperatura crítica no decorrer do processo, resultando no colapso dos capilares formados na cristalização.

Na figura 5 são apresentadas as superfícies das criofraturas dos leitos de secagem das amostras LE (figura 5-a) e CO (figura 5-b). Observa-se que, além da alta porosidade já advertida na superfície, o leito de espuma apresentou uma distribuição de poros em toda a espessura do leito e a presença de cavidades, conferindo uma estrutura irregular. Por outro lado, a amostra CO apresentou um leito compacto com poucos poros que não se comunicam entre si e baixa porosidade, conforme observado na superfície da criofratura. Percebe-se também a diferença de espessura que, enquanto no leito de espuma permanece aproximadamente 1 mm, ou seja, na ordem de magnitude da dimensão original de 2 mm, no leito convectivo tradicional é reduzida a cerca de 100 µm. Isso indica que o leito de espuma foi formado de forma a manter-se estável, não ocorrendo o colapso da estrutura, enquanto o leito convectivo tradicional, tal como característico, sofreu compactação. A criofratura do material liofilizado não foi possível devido à coesão da estrutura do mesmo.

8kV X70 200µm LCME-UFSC 8kV X70 200µm LCME_UFSC

Figura 5 - MEV das fraturas dos leitos de secagem convectiva tradicional (CO, a) e em leito de espuma (LE, b).

Fonte: Autoria própria (2020)

A estrutura estável e porosa observada para LE corrobora com os resultados observados para os maiores coeficientes de difusão efetiva reportados na tabela 4. Poros de tamanhos variados e com distribuição não uniforme também foram reportados por Thuwapanichayanan, Prachayawarakorn e Soponronnarit (2008) na avaliação da morfologia de leitos de purês de banana adicionados de albumina de ovo como agente espumante e secos em temperaturas entre 60 e 80 °C, por Azizpour *et al.* (2016) para camarão em pó obtido em leito de espuma e por Franco *et al.* (2015) para amostras de suco de yacon desidratadas em leito de espuma, respaldando as observações realizadas no presente trabalho.

4.1.4. Comparação de viabilidade econômica entre os processos empregados em escala laboratorial

A avaliação econômica, baseada na comparação do consumo energético entre os três processos empregados, é apresentada na tabela 5. Para fins de cálculo, assumiu-se para a liofilização um congelamento efetuado em *ultrafreezer* vertical NuAire Glacier modelo NU-9728, a -86 °C e recongelamentos por 30 minutos em intervalos de 5 horas, conforme o efetuado experimentalmente com nitrogênio líquido. O custo energético foi calculado com base na tarifa de 0,46978 R\$-kWh⁻¹, reportada pelas Centrais Elétricas de Santa Catarina (SANTA CATARINA, 2019).

Tabela 5 - Comparação econômica entre os processos de desidratação por liofilização (LF), secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE).

Douêmatus	Processo			
Parâmetro -	LF	CO	LE	
Potência do equipamento (W)	1520	1500	1500	
Potência do pré-tratamento (W)	1180	-	400	
Tempo de processo (min)	1965	135	60	
Tempo de pré-tratamento (min)	180	-	15	
Massa de produto seco (g)	36,34	9,95	4,63	
Consumo energético (kWh)	53,32	3,38	1,60	
Custo energético (R\$)	25,05	1,59	0,75	
Custo energético por massa de produto seco (R\$·g ⁻¹)	0,69	0,16	0,16	

Fonte: Autoria própria (2020)

É importante enfatizar que a capacidade dos equipamentos utilizados não foi esgotada, portanto, os resultados são relativos à escala laboratorial de execução.

Esses resultados indicam que, nos produtos obtidos por LE e CO, os custos energéticos por massa de produto seco foram aproximadamente quatro vezes inferiores aos dos obtidos por LF na escala avaliada. Observa-se, ainda, que, em comparação ao processo CO, o custo adicional relacionado à elaboração da espuma é compensado pelo aumento de velocidade do processo e, ao final, os custos por massa de produto seco acabam sendo equivalentes entre LE e CO. Comprova-se, assim, a viabilidade econômica do emprego do processo de desidratação em leito de espuma frente aos demais processos abordados.

4.2. CARACTERIZAÇÃO DOS PRODUTOS DESIDRATADOS

4.2.1. Cor

Na tabela 6 são apresentados os resultados da avaliação das cores obtidas para os três processos de desidratação aplicados. É possível observar que as amostras obtidas por LE apresentaram cores significativamente diversas em relação às demais amostras, com características menos escuras e mais arroxeadas, o que se atribui a espuma elaborada com clara de ovo que, ao ser desnaturada, incorpora ar e uma desenvolve coloração branca elevando, consequentemente, o parâmetro L da mistura. As tendências aos valores mais a vermelho (+a) e a azul (-b), bem como a maior saturação expressa por C* indicam o tom de roxo mais vibrante obtido, enquanto a equivalência em h° indica que as tonalidades obtidas foram basicamente as mesmas.

Tabela 6 - Diferenciação da cor dos produtos desidratados obtidos por liofilização (LF), por desidratação convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE), através dos parâmetros L, a, b, C* e H° da escala CIELab e comparação com a polpa *in natura*.

		Amostra					
Parâmetro	LF	СО	LE	In natura sem sementes	In natura com sementes (do capítulo 1)		
L	3,19 ± 4,42 a	$4,15 \pm 0,53$ a	9,35 ± 1,10 b	3,66 ± 1,24 a	21,82 ± 0,18 °		
a	$6,01 \pm 0,63$ a	$11,29 \pm 4,60$ a	$30,01 \pm 1,25$ b	$13,36 \pm 2,71$ a	$6,67 \pm 1,54$ °		
b	$-3,06 \pm 0,43$ a	$-4,84 \pm 0,70$ a	$-13,75 \pm 1,84$ b	$1,45 \pm 0,49$ °	0.68 ± 0.13 c		
C *	$5,16 \pm 0,74$ a	$10,05 \pm 5,04$ a	$26,65 \pm 0,67$ b	$13,27 \pm 2,67$ a	$6,70 \pm 1,54$ a		
\mathbf{h}°	-0.47 ± 0.07 a	-0.43 ± 0.04 a	-0.44 ± 0.14 a	0.11 ± 0.01 b	0.10 ± 0.01 b		
Simulação							

Letras diferentes na linha representam diferença significativa (p < 0,05) pelo teste de Tukey. Fonte: Autoria própria (2020)

Um comportamento semelhante foi observado por Ng e Sulaiman (2018) para polpa de beterraba desidratada convectivamente em leito de espuma, utilizando tanto gelatina de peixe quanto clara de ovo como agentes espumantes. No seu trabalho, verificaram que as amostras obtidas pelo método apresentaram características mais claras e avermelhadas em relação ao produto *in natura*. De modo semelhante, Azizpour, Mohebbi e Khodaparast (2016) observaram que purês de camarão desidratados convectivamente em leito de espuma com adição de goma xantana apresentaram colorações mais claras do que os produtos *in natura*.

Os resultados indicam que os produtos obtidos por LE possuem coloração mais intensa e podem ser mais atrativos aos consumidores.

4.2.2. Capacidade de retenção de água (CRA), de óleo (CRO) e índice de solubilidade (IS)

Na tabela 7 são apresentados os resultados das capacidades de retenção de água e óleo, bem como o índice de solubilidade das amostras.

Tabela 7 - Capacidades de retenção de água (CRA), de óleo (CRO) e índices de solubilidade (IS) obtidos para os produtos desidratados por liofilização (LF), por desidratação convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE).

	Amostra						
Análise	LF	CO	LE				
CRA [g água · g ss insolúvel ·1]	$8,48 \pm 0,61$ a	10,32 ± 0,77 a	$12,87 \pm 0,28$ b				
IS [%]	$64,04 \pm 2,02$ a	$66,94 \pm 0,48$ a	67,53 ± 2,15 a				
$\begin{array}{c} \text{CRO} \\ [\mathbf{g}_{\text{foleo}} \cdot \mathbf{g}_{\text{ss}}^{-1}] \end{array}$	$1,34 \pm 0,28$ a	0.65 ± 0.16^{a}	$2,71 \pm 0,06^{b}$				

Letras diferentes na linha representam diferença significativa (p < 0,05) pelo teste de Tukey. Fonte: Autoria própria (2020)

As amostras não apresentam diferenças significativas em termos de solubilidade em água, no entanto a amostra LE apresentou capacidades de retenção, tanto de água quanto de

óleo, significativamente maiores que as demais amostras avaliadas. Este comportamento pode estar associado à estrutura porosa destes materiais, cuja rede física pode ter sido capaz de aprisionar mais moléculas. Ainda, o agente espumante proteico presente no LE apresenta caráter anfifílico, permitindo não só a incorporação de ar durante o processo de batimento mas, também, um incremento da retenção de óleo do produto desidratado (ALEONI, 2006).

Os resultados observados no presente estudo são coerentes com os valores de CRA e CRO reportados para polpa de acerola liofilizada (15,9 gágua e 6,8 góleo·gss) (MORAES *et al.*, 2017), para bananas maduras desidratadas em estufa a 70 °C (0,7 - 2,5 gágua e 0,8 - 1,04 góleo·gss) (ALKARKHI *et al.*, 2011) e polpa de marmelo liofilizada (5,5 gágua e 1,5 góleo·gss) (QIN *et al.*, 2019).

As elevadas capacidades de retenção de água e óleo de pós elaborados a partir de frutas têm sido associadas aos seus altos teores de fibras. Essas propriedades influenciam nas aplicabilidades tecnológicas desses produtos enquanto ingredientes, uma vez que estão diretamente relacionadas a características como viscosidade, reologia, volume e textura das misturas às quais podem ser adicionados (SALEHI; AGHAJANZADEH, 2020).

Os índices de solubilidade observados no presente trabalho são da mesma ordem de grandeza que os reportados por Moraes *et al.* (2017) para polpas liofilizadas de acerola (64,1%), por Muzaffar e Kumar (2015) para polpas de tamarindo desidratadas por *spray drying* (54,2 –71,6%) e por Du *et al.* (2014) para polpas de caqui desidratadas por *spray drying* (52,9 – 76,2%).

4.2.3. Isotermas de adsorção de umidade a 25 °C

Os resultados experimentais das isotermas de adsorção de umidade a 25 °C e suas respectivas modelagens são apresentados na figura 6. Observa-se que todas as amostras apresentaram comportamento característico de materiais hidrofílicos, com aumento da umidade de equilíbrio em função do aumento da atividade de água (Aw). Nota-se que para valores de Aw inferiores a 0,5, as amostras apresentam baixos valores de umidade de equilíbrio, que se elevam consideravelmente com o aumento de Aw. Este comportamento é associado ao aumento do fenômeno de solubilização de solutos, que provoca um incremento expressivo no conteúdo de umidade em produtos higroscópicos, tendendo à saturação (LABUZA; RUTMAN, 1968). Os três processos de desidratação resultam em isotermas de adsorção do tipo III, segundo a classificação proposta por Brunauer, baseada no formato das curvas, como exemplificado na Figura 7. Esse tipo é característico de matrizes alimentares hidrofílicas, compostas por componentes cristalinos solúveis, como açúcares (BARBOSA-CÁNOVAS *et al.*, 2007).

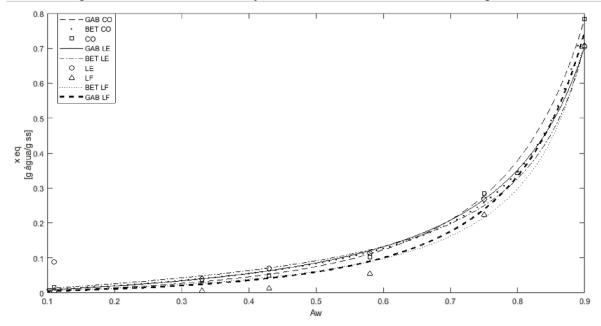


Figura 6 - Isotermas de adsorção de umidade a 25 °C e modelos aplicados.

Fonte: Autoria própria (2020)

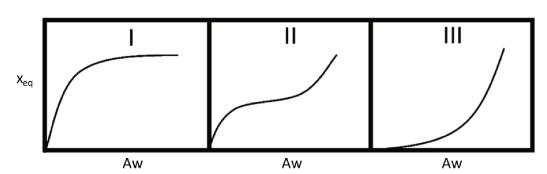


Figura 7 - Tipos de isotermas de sorção.

Fonte: Adaptado de Barbosa-Cánovas et al. (2007)

Na tabela 8 são apresentados os parâmetros ajustados pelo modelo de GAB e de BET e os seus respectivos parâmetros estatísticos: SSE (soma dos erros quadráticos), RMSE (raiz do erro quadrático médio) e R² (coeficiente de correlação). Os dados indicam uma melhor aplicabilidade do modelo de GAB para todas as amostras avaliadas no presente estudo. Esse melhor ajuste do modelo de GAB é amplamente reportado na literatura e se justifica por ter sido elaborado justamente como um refinamento do modelo de BET (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2007).

Tabela 8 – Teor de umidade na monocamada (x_m), parâmetros C e K, coeficiente de correlação (R²), raiz do erro quadrático médio (RMSE) e soma dos erros quadráticos (SSE) ajustados para os modelos GAB e BET de isotermas de adsorção de umidade a 25 °C obtidas para os produtos desidratados por liofilização (LF), por secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE).

		Parâmetro						
Modelo	Tratamento	xm[g água· g ss ⁻¹]	C	K	\mathbb{R}^2	RMSE (x10 ²)	SSE (x10 ⁴)	
•	LF	0,7248	0,0582	0,8985	0,9937	2,5410	25,8400	
GAB	CO	0,4361	0,1291	0,8956	0,9994	0,9055	2,4600	
	LE	0,1234	0,6169	0,9569	0,9997	0,6144	0,7550	
	LF	0,0324	1,4570	-	0,9882	3,1080	48,3100	
BET	CO	0,0720	1,1030	-	0,9973	1,7210	11,8500	
	LE	0,2381	0,4844	-	0,9983	1,3210	5,2310	

Fonte: Autoria própria (2020).

A avaliação das isotermas de sorção permite a determinação da umidade de equilíbrio de um produto desidratado, bem como sua atividade de água e seu teor de umidade na monocamada (x_m) – o que possibilita a determinação de condições ideais de armazenamento do produto, uma vez que atmosferas com umidade superiores à da monocamada favorecem alterações deteriorantes (CAVALCANTE et al., 2018). Os valores obtidos para x_m são, curiosamente, distintos entre os dois modelos avaliados. Considerando os valores fornecidos pelo modelo de melhor ajuste observa-se, para LE, valores de x_m expressivamente inferiores aos demais processos. No entanto, se comparados com os dados encontrados na literatura para diferentes métodos de desidratação e temperaturas de isotermas, os valores observados no presente estudo se mostram superiores embora da mesma ordem de grandeza. Gabas et al. (2007) reportaram valores de x_m na faixa de 0,14 a 0,17 g água· g ss⁻¹ para pós de polpa de abacaxi, Pedro et al. (2010) relataram 0,06 a 0,11 g água· g ss⁻¹ para polpa desidratada de maracujá, Ribeiro et al. (2016) mencionaram 0,036 a 0,179 g água· g ss⁻¹ para polpa liofilizada de acerola, Baptestini et al. (2020) reportaram 0,09 a 0,12 g água· g ss -1 para pós de graviola e, mais semelhante ao obtido no presente estudo, Conegero et al. (2017) relataram 0,36 g água g ss -1 a 25 °C para polpa liofilizada de mangaba. Estas diferenças no teor de umidade da monocamada podem estar associadas às características intrínsecas dos produtos como composição química e morfologia.

Segundo Timmermann, Chirife e Iglesias (2001), o parâmetro C do modelo de GAB é relacionado à diferença entre os potenciais químicos da água (adsorbato), da monocamada e das camadas superiores. A literatura apresenta ampla variabilidade de valores para esse parâmetro, contemplando de valores inferiores a 1 (como o valor de 0,3334 reportado por Ribeiro *et al.* (2016) para acerola em pó a 45 °C, os de 0,16 a 0,72 reportados por Conegero *et al.* (2017) para mangaba liofilizada e os apresentados no presente estudo) a magnitudes

superiores a 1000, como o valor de 1339,43 reportado por Baptestini *et al.* (2020) para graviola em pó a 50 °C.

O parâmetro K do modelo é um fator de correção relativo ao comportamento das moléculas de água líquida no *bulk*; se K = 1, então essas moléculas têm as mesmas características da água pura (MUZAFFAR; KUMAR, 2016). Timmermann, Chirife e Iglesias (2001) estabelecem que, com apenas raras exceções, os valores de K se aproximam de, mas não ultrapassam, a unidade – o que indicaria sorção infinita e, portanto, seria fisicamente inconsistente (BAPTESTINI *et al.*, 2020). Essa é uma característica definitiva do modelo e, como esperado, foi observado no presente estudo.

4.3. AVALIAÇÃO DE TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE

Na tabela 9 são apresentados os resultados das avaliações de compostos fenólicos e atividades antioxidantes para os três produtos desidratados.

Tabela 9 - Teores de fenólicos totais (TFT) e atividades antioxidantes (TEAC) pelos métodos DPPH e FRAP observadas para os produtos desidratados por liofilização (LF), por secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE).

A = 410 a a		Produto	
Análise	LF	CO	LE
$\mathbf{TFT} \\ (\mathbf{mg}_{\mathbf{GAE}} \cdot \mathbf{g}_{\mathbf{ss}}^{-1})$	3,658 ± 0,075 a	3,616 ± 0,859 a	6,682 ± 0,251 ^b
TEAC – DPPH (μmol _{Trolox} · g _{ss} -1)	$6,313 \pm 0,733$ a	0.715 ± 0.113 b	$0,162 \pm 0,120$ b
TEAC – FRAP (µmol Trolox gss -1)	11,838 ± 0,519 a	$30,180 \pm 1,069$ b	22,916 ± 1,069 °

Letras diferentes nas linhas indicam diferença significativa (p < 0.05); Fonte: Autoria própria (2020)

É possível observar uma equivalência entre os resultados de TFT para as amostras obtidas por CO e LF, indicando que a temperatura de 40 °C empregada na secagem convectiva não provocou danos térmicos aos compostos em questão. A amostra obtida em leito de espuma, no entanto, demonstrou um incremento significativo no teor de fenólicos totais, o que pode ser tanto devido a uma melhor exposição desses compostos quanto a uma possível reação entre a proteína utilizada como agente espumante e o reagente de Folin-Ciocalteau, uma vez que 1 g de albumina de ovo reage como 0,0163 g de ácido gálico no sistema reacional em questão (EVERETTE *et al.*, 2010). A relação entre o reagente de Folin-Ciocalteau e proteínas é de tal forma bem estabelecida que, em 1986, Ledoux e Lamy propuseram uma metodologia de quantificação proteica baseada justamente nessa reação, inclusive com leituras no mesmo

comprimentos de onda, propondo a elaboração da curva-padrão com sérum albumina - proteína que, segundo Everette *et al.* (2010), é apenas duas vezes mais reativa do que a albumina de ovo (LEDOUX; LAMY, 1986).

A habilidade de inibição do radical DPPH, no entanto, indicou ter sido bastante afetada pelas desidratações convectivas quando comparadas com a liofilização. Ambas as amostras, CO e LE, demonstraram apenas traços de inibição do radical, o que indica um possível dano a compostos termolábeis como ácido ascórbico, cuja atividade antioxidante é associada à estabilização de radicais livres (NENADIS; TSIMIDOU, 2018). Cabe ressaltar que, por ser um método preparado com soluções etanólicas, não é indicado para amostras com altos teores de proteínas, pois as mesmas podem sofrer precipitação, fato que pode estar relacionado à variabilidade dos resultados obtidos para as amostras LE (OLIVEIRA, 2015).

O mesmo comportamento, contudo, não foi observado na avaliação de redução do íon férrico pelo método FRAP, onde verificou-se atividades significativamente maiores para as amostras desidratadas convectivamente. Acredita-se que tais processos tenham resultado em uma melhor acessibilidade das betalaínas à reação com o ferro. Tal relação positiva foi verificada por Du Toit *et al.* (2018), que também verificou a correlação direta entre concentração de ácido ascórbico e inibição do radical DPPH na avaliação do comportamento antioxidante de polpas de *Opuntia robusta*. Melhores resultados para análise FRAP foram observados também por Gouws *et al.* (2018) para amostras de polpa de *Opuntia ficus* roxa desidratadas a 75 °C em comparação com as liofilizadas, o que vai ao encontro do observado no presente trabalho.

No trabalho realizado por Carvalho *et al.* (2017) verificou-se que, para amostras de jambolão desidratadas em leito de espuma a 60, 70 e 80 °C, houve retenção considerável de antocianinas em relação às amostras liofilizadas, no entanto perdas expressivas de ácidos fenólicos foram constatadas. Ainda assim, pouca diferença foi identificada nas análises através dos métodos de Folin, FRAP e DPPH, confirmando a potencialidade do método de desidratação em leito de espuma para a elaboração de produtos de alto valor bioativo. São relatados teores de fenólicos totais entre 2,28 e 2,92 mg_{GAE}·g_{ss}-¹ e atividades antioxidantes entre 24,73 e 30,34 μmol _{Trolox}·g_{ss}-¹ pelo método FRAP e entre 11,71 e 13,93 μmol _{Trolox}·g_{ss}-¹ pelo método DPPH, muito semelhantes aos resultados obtidos para as polpas de pitaya roxa no presente estudo. Essa equivalência entre a qualidade dos produtos obtidos por liofilização e desidratação convectiva em leito de espuma também é reportada por Tavares *et al.* (2019) para sucos, em pó, de uva BRS Violeta.

Os resultados obtidos confirmam que o método de desidratação convectiva em leito de espuma é eficaz na elaboração de produtos de pitaya com alto valor bioativo, semelhantes aos liofilizados.

5. CONCLUSÃO

O presente estudo constatou uma boa adequação da matéria-prima empregada ao método de desidratação convectiva em leito de espuma (LE), ao contrário da liofilização (LF), que apresentou produtos de características morfológicas e tecnológicas indesejáveis. O processo convectivo tradicional (CO), por sua vez, apresentou características intermediárias entre LE e LF, sendo semelhante a um filme. O primeiro processo se mostrou, assim, o melhor para a aplicação desejada.

As condições estabelecidas no presente estudo resultaram em uma espuma estável capaz de não colapsar durante o processo de desidratação convectiva e, assim, fornecer um produto mais poroso e, por conseguinte, promover um processo difusivo mais eficiente. O processo LE demonstrou ser, assim, mais rápido, mais econômico na escala empregada e provedor de produtos mais porosos, com cores mais atraentes e, ainda, com alto potencial de incorporação tanto em matrizes hidrofílicas quanto em lipofílicas.

Verificou-se, ainda, que os processos convectivos foram capazes de reter compostos bioativos de forma semelhante à liofilização, indicando alto potencial bioativo para os produtos obtidos.

Os resultados apontam para um potencial uso da tecnologia de desidratação convectiva em leito de espuma para elaboração de pós de pitaya roxa, identificados com características tecnológicas e econômicas favoráveis quando em comparação com as desidratações convectivas tradicionais e por liofilização.

REFERÊNCIAS

ALFREDO, V.; ROSADO-RUBIO, G.; CHEL-GUERRERO, L.; DAVID, B. A. Physicochemical properties of a fibrous fraction from chia (Salvia hispanica L.). **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, p. 168–173, 2009.

ALKARKHI, Abbas F.m.; RAMLI, Saifullah Bin; YONG, Yeoh Shin; EASA, Azhar Mat. Comparing physicochemical properties of banana pulp and peel flours prepared from green and ripe fruits. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 129, n. 2, p.312-318, nov. 2011. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.060.

ALLEONI, Ana Cláudia Carraro. Albumen protein and functional properties of gelation and foaming. **Scientia Agricola**, [s.l.], v. 63, n. 3, p.291-298, jun. 2006. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/s0103-90162006000300013.

ARAYA-FARIAS, M.; RATTI, C. Dehydration of Foods: General Concepts. In: RATTI, Cristina. **ADVANCES in FOOD DEHYDRATION.** Boca Raton: CRC Press, 2009. Cap. 1. p. 1-36

AZIZPOUR, Mehran; MOHEBBI, Mohebbat; KHODAPARAST, Mohammad Hosein Haddad. Effects of foam-mat drying temperature on physico-chemical and microstructural properties of shrimp powder. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s.l.], v. 34, p.122-126, abr. 2016. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.ifset.2016.01.002.

BAPTESTINI, Fernanda M.; CORRêA, Paulo C.; JUNQUEIRA, Mateus S.; RAMOS, Afonso M.; VANEGAS, Jaime D. B.; COSTA, Cristian F. Modelagem matemática da secagem de espuma de graviola. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, [s.l.], v. 19, n. 12, p.1203-1208, dez. 2015. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v19n12p1203-1208.

BAPTESTINI, Fernanda Machado; CORRÊA, Paulo Cesar; RAMOS, Afonso Mota; JUNQUEIRA, Mateus da Silva; ZAIDAN, Iasmine Ramos. GAB model and the thermodynamic properties of moisture sorption in soursop fruit powder. **Revista Ciência Agronômica**, [s.l.], v. 51, n. 1, p.1-9, 2020. GN1 Genesis Network. http://dx.doi.org/10.5935/1806-6690.20200006.

BARBOSA-CÁNOVAS, Gustavo V.; FONTANA JUNIOR, Anthony J.; SCHMIDT, Shelly J.; LABUZA, Theodore P.. **Water Activity in Foods:** Fundamentals and Applications. [s.i.]: IFT Press, 2007. 438 p.

CARVALHO, T. I. M.; NOGUEIRA, T. Y. K.; MAURO, M. A. Dehydration of jambolan [Syzygium cumini (L.)] juice during foam mat drying: Quantitative and qualitative changes of the phenolic compounds. **Food Research International**, [s.l.], v. 102, p.32-42, dez. 2017. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2017.09.068.

CASTRO, A. M.; MAYORGA, E. Y.; MORENO, F. l. Mathematical modelling of convective drying of fruits: A review. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 223, p.152-167, abr. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.12.012.

CAVALCANTE, C. E. B.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A. Comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray dryer. **Brazilian Journal Of Food Technology**, [s.l.], v. 21, p.1-8, 7 jun. 2018. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/1981-6723.12117.

DEHGHANNYA, Jalal *et al.* Heat and mass transfer enhancement during foam-mat drying process of lime juice: Impact of convective hot air temperature. **International Journal Of Thermal Sciences**, [s.l.], v. 135, p.30-43, jan. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.ijthermalsci.2018.07.023.

DU TOIT, Alba *et al.* Relationship and correlation between antioxidant content and capacity, processing method and fruit colour of cactus pear fruit. **Food And Bioprocess Technology**, [s.l.], v. 11, n. 8, p.1527-1535, 2 jun. 2018. Springer Science and Business Media LLC. http://dx.doi.org/10.1007/s11947-018-2120-7.

DU, Jing; GE, Zhen-zhen; XU, Ze; ZOU, Bo; ZHANG, Ying; LI, Chun-Mei. Comparison of the Efficiency of Five Different Drying Carriers on the Spray Drying of Persimmon Pulp Powders. **Drying Technology**, [s.l.], v. 32, n. 10, p.1157-1166, 6 jun. 2014. Informa UK Limited. http://dx.doi.org/10.1080/07373937.2014.886259.

EVERETTE, Jace D. *et al.* Thorough Study of Reactivity of Various Compound Classes toward the Folin–Ciocalteu Reagent. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [s.l.],

v. 58, n. 14, p.8139-8144, 28 jul. 2010. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/jf1005935.

FAN, Fanghui; ROOS, Yrjö H.. Physicochemical properties, structural transformation, and relaxation time in strength analysis for honey powder models. **Food Research International**, [s.l.], v. 122, p.137-148, ago. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2019.04.003

FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMP, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B.. **Princípio** das **Operações Unitárias.** Rio de Janeiro: Editora Guanabara Dois, 1982. 666 p.

FRANCO, T. S.; PERUSSELLO, C. A.; ELLENDERSEN, L. S. N. Foam mat drying of yacon juice: Experimental analysis and computer simulation. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 158, p.48-57, ago. 2015. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.02.030.

GABAS, A. L.; TELIS, V. R. N.; SOBRAL, P. J. A.; TELIS-ROMERO, J.. Effect of maltodextrin and arabic gum in water vapor sorption thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 82, n. 2, p.246-252, set. 2007. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.02.029.

GEANKOPLIS, Christie J.. **PROCESOS DE TRANSPORTE Y OPERACIONES UNITARIAS.** 3. ed. México: CompaÑía Editorial Continental, S.a. de C.v., 1998. 1024 p.

GINNETTE, L. F.; GRAHAM, R. P.; MORGAN, A. I. **Process of Dehydrating Foams**. US no 2981629, 05 apr. 1961, 25 apr. 1961. United States Patent Office, 1961.

GUEDES, Andrea. M. M.; FARIA, Lênio. J. G.. DETERMINAÇÃO DA CONSTANTE DE SECAGEM DE URUCUM (Bixa orellana L.) EM SECADOR CONVECTIVO DE LEITO FIXO. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 2, n. 1, p.73-86, 2000.

GUPTA, K.; ALAM, M. S. Mass and color kinetics of foamed and non foamed grape concentrate during convective drying process: A comparative study. **Journal Of Engineering And Technology Research**, [s.l.], v. 6, n. 4, p.48-67, 31 maio 2014. Academic Journals. http://dx.doi.org/10.5897/jetr2014.0350.

HASIBUAN, Rosdanelli; BAIRUNI, Muhammad. Mathematical modeling of drying kinetics of ginger slices. **European Journal Of Technic**, [s.l.], p.110-123, 2018. Author(s). http://dx.doi.org/10.1063/1.5042903.

HENDERSON, S. M.; PABIS, S.. Grain drying theory: Temperature effect on drying coefficient. **Journal Of Agriculture Engineering Research**, [s.l.], n. 6, p.169-174, 1969.

INTERNATIONAL NUT AND DRIED FRUIT COUNCIL - INC. **STATISTICAL YEARBOOK 2017/2018.** Reus, Spain: Inc, 2017. 76 p. Disponível em: https://www.nutfruit.org/files/tech/1524481168_INC_Statistical_Yearbook_2017-2018.pdf>. Acesso em: 13 ago. 2018.

IURIAN, Sonia; DINTE, Elena; IUGA, Cristina; BOGDAN, Cătălina; SPIRIDON, Iuliana; BARBU-TUDORAN, Lucian; BODOKI, Andreea; TOMUȚĂ, Ioan; LEUCUȚA, Sorin E.. The pharmaceutical applications of a biopolymer isolated from Trigonella foenum-graecum seeds: Focus on the freeze-dried matrix forming capacity. **Saudi Pharmaceutical Journal**, [s.l.], v. 25, n. 8, p.1217-1225, dez. 2017. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jsps.2017.09.006.

JAFARI, Seid Mahdi; GANJE, Mohammad; DEHNAD, Danial; GHANBARI, Vahid. Mathematical, Fuzzy Logic and Artificial Neural Network Modeling Techniques to Predict Drying Kinetics of Onion. **Journal Of Food Processing And Preservation**, [s.l.], v. 40, n. 2, p.329-339, 4 dez. 2015. Wiley. http://dx.doi.org/10.1111/jfpp.12610.

KARATHANOS, Vaios T.. Determination of water content of dried fruits by drying kinetics. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 39, n. 4, p.337-344, mar. 1999. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/s0260-8774(98)00132-0.

KARIM, A.A.; WAI, C.C. Foam-mat drying of starfruit (Averrhoa carambola L.) purée. Stability and air-drying characteristics. **Food Chemistry**, v. 64, n. 3, p. 337-343, 1999.

KASSEM, A. S. Comparative studies on thin layer drying models for wheat. **13th International Congress On Agricultural Engineering**, Morocco, v. 6, p.2-6, 1998.

KUCUK, Haydar; KILIC, Aydin; MIDILLI, Adnan. Common Applications of Thin Layer Drying Curve Equations and Their Evaluation Criteria. **Progress In Exergy, Energy, And**

The Environment, [s.l.], p.669-680, 2014. Springer International Publishing. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-04681-5_63.

LABUZA, Theodore P.; RUTMAN, Max. The effect of surface active agents on sorption isotherms of a model food system. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, [s.l.], v. 46, n. 5, p.364-368, out. 1968. Wiley. http://dx.doi.org/10.1002/cjce.5450460515.

LEDOUX, Michel; LAMY, François. Determination of proteins and sulfobetaine with the folin-phenol reagent. **Analytical Biochemistry**, [s.l.], v. 157, n. 1, p.28-31, ago. 1986. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/0003-2697(86)90191-0.

LEWIS, W. K. The Rate of Drying of Solid Materials. **Journal of Industrial & Engineering Chemistry**, [s.l.], v. 13, n. 5, p.427-432, maio 1921. American Chemical Society (ACS). http://dx.doi.org/10.1021/ie50137a021.

MIDILLI, A.; KUCUK, H.; YAPAR, Z.. A NEW MODEL FOR SINGLE-LAYER DRYING. Drying Technology, [s.l.], v. 20, n. 7, p.1503-1513, 23 jul. 2002. Informa UK Limited. http://dx.doi.org/10.1081/drt-120005864.

MORAES, Francisca Pereira de; GONÇALVES, Aline Cardoso; MIGUEL, Thaís Bezerra Veríssimo; BORGES, Kátia Cristina. Freeze Dried Acerola (Malpighia emarginata) Pulp and Pomace: Physicochemical Attributes, Phytochemical Content and Stability during Storage. **Journal Of Food Industry**, [s.l.], v. 1, n. 1, p.17-39, 16 out. 2017. Macrothink Institute, Inc.. http://dx.doi.org/10.5296/jfi.v1i1.11795.

MORGAN, A. I.; RANDALL, J. M.; GRAHAM, R. P. **PROCESS OF DEHYDRATING FRUIT AND VEGETABLE JUICES**. US n° 2967109, 30 out. 1958, 03 jan. 1961. United States Patent Office, 1961.

MUZAFFAR, Khalid; KUMAR, Pradyuman. Moisture sorption isotherms and storage study of spray dried tamarind pulp powder. **Powder Technology**, [s.l.], v. 291, p.322-327, abr. 2016. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2015.12.046.

MUZAFFAR, Khalid; KUMAR, Pradyuman. Parameter optimization for spray drying of tamarind pulp using response surface methodology. **Powder Technology**, [s.l.], v. 279, p.179-184, jul. 2015. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.010

NENADIS, Nikolaos; TSIMIDOU, Maria Z.. DPPH (2,2-di(4-tert-octylphenyl)-1-picrylhydrazyl) radical scavenging mixed-mode colorimetric assay(s). In: APAK, Resat; CAPANOGLU, Esra; SHAHIDI, Fereidoon. **Measurement of Antioxidant Activity & Capacity:** Recent Trends and Applications. [s.l.]: Wiley, 2018. Cap. 8. p. 141-161.

NG, M. L.; SULAIMAN, R. Development of beetroot (*Beta vulgaris*) powder using foam mat drying. **Lwt**, [s.l.], v. 88, p.80-86, fev. 2018. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2017.08.032.

NOBEL, Park S.; CAVELIER, Jaime; ANDRADE, Jose Luis. Mucilage in Cacti: Its Apoplastic Capacitance, Associated Solutes, and Influence on Tissue 5. **Journal Of Experimental Botany**, [s.l.], v. 43, n. 5, p.641-648, 1992. Oxford University Press (OUP). http://dx.doi.org/10.1093/jxb/43.5.641.

OLIVEIRA, G. L. S. Determinação da capacidade antioxidante de produtos naturais in vitro pelo método do DPPH•: estudo de revisão. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, [s.l.], v. 17, n. 1, p.36-44, mar. 2015. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/1983-084x/12_165.

PAGE, G. E. FACTORS INFLUENCING THE MAXIMUM RATES OF AIR DRYING SHELLED CORN IN THIN LAYERS. 1949. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engineering, Agricultural, Purdue University, West Lafayette, 1949.

PEDRO, Maria Angélica Marques; TELIS-ROMERO, Javier; TELIS, Vânia Regina Nicoletti. Effect of drying method on the adsorption isotherms and isosteric heat of passion fruit pulp powder. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, [s.l.], v. 30, n. 4, p.993-1000, dez. 2010. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/s0101-20612010000400024.

QIN, Zhao; LIU, Hua-min; CHENG, Xi-chuang; WANG, Xue-De. Effect of drying pretreatment methods on structure and properties of pectins extracted from Chinese quince fruit. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [s.l.], v. 137, p.801-808, set. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.06.209

RAMÍREZ-TRUQUE, Carolina; ESQUIVEL, Patricia; CARLE, Reinhold. Neutral sugar profile of cell wall polysaccharides of pitaya (Hylocereus sp.) fruits. **Carbohydrate**

Polymers, [s.l.], v. 83, n. 3, p.1134-1138, 30 jan. 2011. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.09.042.

RIBEIRO, Luciana C.; COSTA, José M. C. da; AFONSO, Marcos R. A.. Hygroscopic behavior of lyophilized acerola pulp powder. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, [s.l.], v. 20, n. 3, p.269-274, mar. 2016. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v20n3p269-274.

SALEHI, Fakhreddin; AGHAJANZADEH, Sara. Effect of dried fruits and vegetables powder on cakes quality: A review. **Trends In Food Science & Technology**, [s.l.], v. 95, p.162-172, jan. 2020. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.tifs.2019.11.011.

SANTA CATARINA. CELESC. **Tarifas e taxas de energia.** 2019. Disponível em: https://www.celesc.com.br/tarifas-de-energia#tarifas-vigentes>. Acesso em: 30 ago. 2019.

ŞENGÖR, Gülgün F. Ünal *et al.* Color assessment by different techniques of gilthead seabream (Sparus aurata) during cold storage. **Food Science And Technology**, [s.l.], v. 39, n. 3, p.696-703, set. 2019. FapUNIFESP (SciELO). http://dx.doi.org/10.1590/fst.02018.

SHARAF-ELDEN, Y. I.; BLAISDELL, J. L.; HAMDY, M. Y.. A model for ear corn drying. **Transactions Of The American Society Of Agricultural Engineering**, [s.l.], n. 5, p.1261-1265, 1980.

TAVARES, Iasnaia Maria de Carvalho *et al.* BRS Violeta (BRS Rúbea × IAC 1398-21) grape juice powder produced by foam mat drying. Part I: Effect of drying temperature on phenolic compounds and antioxidant activity. **Food Chemistry**, [s.l.], v. 298, p.124971-124982, nov. 2019. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.124971.

THUWAPANICHAYANAN, Ratiya; PRACHAYAWARAKORN, Somkiat; SOPONRONNARIT, Somchart. Drying characteristics and quality of banana foam mat. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 86, n. 4, p.573-583, jun. 2008. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2007.11.008.

THUWAPANICHAYANAN, Ratiya; PRACHAYAWARAKORN, Somkiat; SOPONRONNARIT, Somchart. Effects of foaming agents and foam density on drying

characteristics and textural property of banana foams. **Lwt**, [s.l.], v. 47, n. 2, p.348-357, jul. 2012. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2012.01.030

TIMMERMANN, E.o.; CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H.a.. Water sorption isotherms of foods and foodstuffs: BET or GAB parameters?. **Journal Of Food Engineering**, [s.l.], v. 48, n. 1, p.19-31, abr. 2001. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/s0260-8774(00)00139-4.

TSOUROUFLIS, Spyros; FLINK, James M.; KAREL, Marcus. Loss of structure in freezedried carbohydrates solutions: Effect of temperature, moisture content and composition. Journal Of The Science Of Food And Agriculture, [s.l.], v. 27, n. 6, p.509-519, jun. 1976. Wiley. http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.2740270604

WANG, Chen; SINGH, Ramesh P.. Use of variable equilibrium moisture content in modeling rice drying. **Transactions Of American Society Of Agricultural Engineering**, [s.l.], n. 11, p.668-672, 1978.

WELTY, J. R.; WICKS, C. E.; WILSON, R. E.; RORRER, G. L. Fundamentals of Momentum, Heat, and Mass Transfer. 5. ed. United States of America: Wiley, 2008. 729 p.

YAGCIOGLU, A.; DEGIRMENCIOGLU, A.; CAGATAY, F. Drying Characteristics of Laurel Leaves under Different Conditions. **Proceedings Of The 7th International Congress On Agricultural Mechanization And Energy**, Adana, p.565-569, 1999.

YEE, Low Pinn; PING, Than Chin; KUI, Lim Pek; WAH, Chan Sook. Application of red pitaya powder as a natural food colourant in fruit pastille. **Jurnal Gizi Klinik Indonesia**, [s.l.], v. 13, n. 3, p.111-132, 30 jan. 2017. Universitas Gadjah Mada. http://dx.doi.org/10.22146/ijcn.17863.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foram identificadas diferenças significativas nos perfis de composição entre as polpas dos frutos de pitaya roxa (*Hylocereus polyrhizus*) e branca (*Hylocereus undatus*), com destaque para a primeira em termos de diversidade e concentração de compostos fenólicos, bem como de atividades antioxidantes. Foram identificadas, de forma pioneira, a presença de ácido pipecólico em ambas as polpas, com destaque para a roxa, de rutina e hesperidina na polpa branca e dos ácidos ferúlico e sinápico na polpa roxa, todos entre os cinco majoritários nos respectivos perfis.

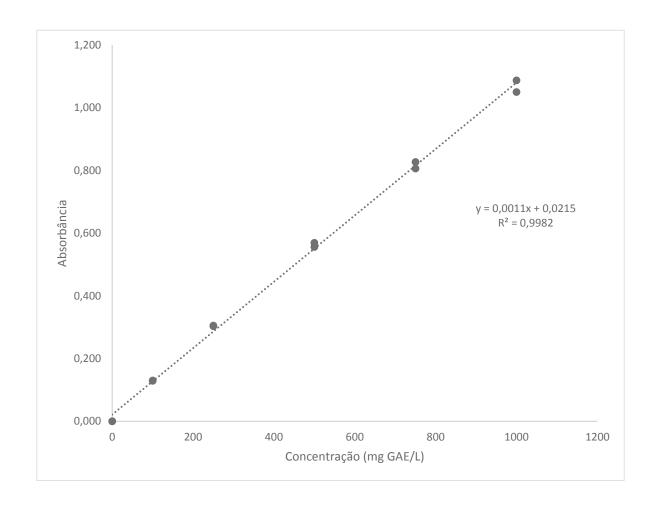
Aplicou-se à polpa roxa as técnicas de desidratação por liofilização (LF), secagem convectiva tradicional (CO) e em leito de espuma (LE). Os produtos obtidos foram caracterizados em termos de propriedades tecnológicas e bioativas e os processos foram avaliados em termos econômicos. Os processos convectivos demonstraram concentrações de compostos fenólicos e atividades antioxidantes aproximadamente equivalentes às da liofilização. O processo LE se destacou em termos de velocidade de processo, potencial de incorporação do produto tanto em matrizes hidrofílicas quanto em lipofílicas, além da saturação da cor obtida. Sua viabilidade econômica foi avaliada como equivalente à do processo CO, sendo ambas muito superiores à do processo LF.

Desta forma, o processo de desidratação convectiva em leito de espuma foi estabelecido como o melhor, dentre os avaliados, para elaboração de produto desidratado a partir de polpas de *Hylocereus polyrhizus*. Considerando que as técnicas de desidratação podem ser extrapoladas para as polpas de *Hylocereus undatus*, dada a semelhança estrutural entre elas, confirma-se, assim, o potencial bioativo e tecnológico das frutas avaliadas.

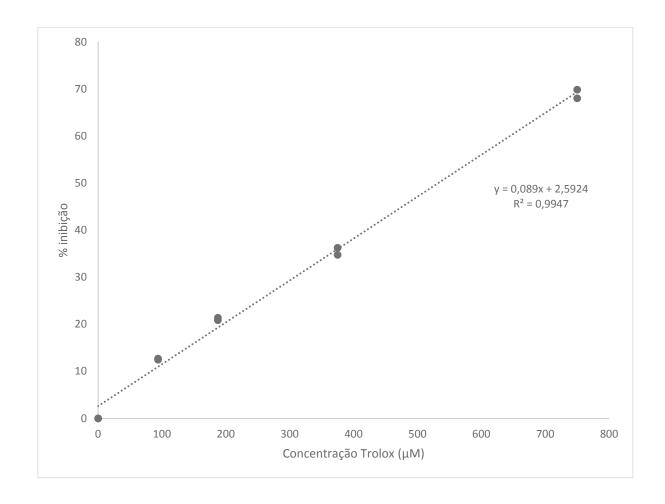
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a composição da mucilagem das polpas;
- Otimizar o processo de secagem por LE;
- Avaliar o emprego de proteínas vegetais como agentes espumantes, dando um apelo vegano ao produto obtido por LE;
- Otimizar o método de separação das sementes da polpa;
- Avaliar potencial bioativo e elaborar estratégias de aproveitamentos das outras partes da fruta (cascas e sementes);
- Avaliar o perfil de compostos fenólicos e ácidos orgânicos também nos produtos desidratados.

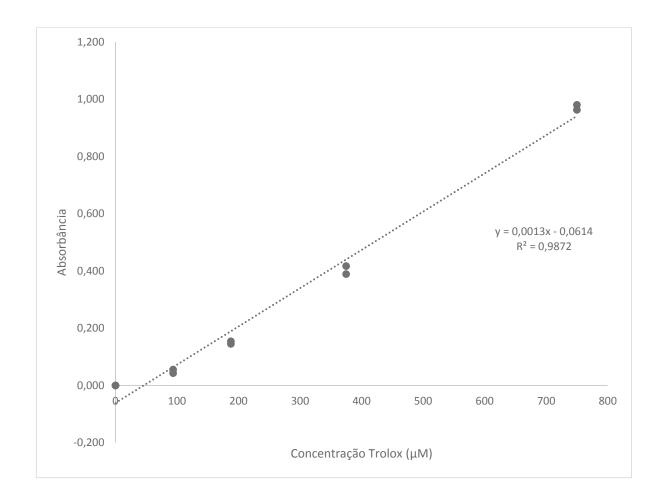
APÊNDICE A – Curva-padrão de ácido gálico para análise de TFT pelo método de Folin-Ciocalteau



APÊNDICE B - Curva-padrão de Trolox para análise de atividade antioxidante pelo método DPPH



APÊNDICE C - Curva-padrão de Trolox para análise de atividade antioxidante pelo método FRAP



ANEXO A - Carta psicrométrica

