

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



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Extração assistida por ultrassom e encapsulação de betacianinas de
frutos de pitaya (*Hylocereus spp.*) em fibras ultrafinas de zeína pela
técnica de *electrospinning***

Igor Henrique de Lima Costa
Engenheiro de Alimentos

Pelotas, 2022

Igor Henrique de Lima Costa

Extração assistida por ultrassom e encapsulação de betacianinas de frutos de pitaya (*Hylocereus spp.*) em fibras ultrafinas de zeína pela técnica de *electrospinning*

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

Comitê de orientação:

Prof. Dr. Alvaro Renato Guerra Dias - UFPel

Prof. Dr. Cesar Valmor Rombaldi - UFPel

Prof. Dr. Eliezer Avila Gandra - UFPel

Dr^a. Laura Martins Fonseca – UFPel

Pelotas, 2022

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas Catalogação
na Publicação

C837e Costa, Igor Henrique de Lima

Extração assistida por ultrassom e encapsulação de betacianinas de frutos de pitaya (*Hylocereus spp.*) em fibras ultrafinas de zeína pela técnica de *electrospinning* / Igor Henrique de Lima Costa ; Alvaro Renato Guerra Dias, orientador. — Pelotas, 2022.

79 f. : il.

Dissertação (Mestrado) — Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, 2022.

1. Resíduos agroindustriais. 2. Quimiometria. 3. Bioativos. 4. Antioxidante. 5. *Electrospinning*. I. Dias, Alvaro Renato Guerra, orient. II. Título.

CDD : 664

Elaborada por Gabriela Machado Lopes CRB: 10/1842

Dedico este trabalho aos familiares e amigos que contribuíram de diversas formas para sua conclusão.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais e irmã pelo incentivo e apoio constante.

Aos amigos, familiares e companheiro que me apoiaram e aconselharam nos momentos difíceis. Mesmo a distância estes se mantiveram presentes.

Aos amigos, de diferentes Estados, que tive a oportunidade de conhecer em Pelotas. O apoio de vocês foi muito importante, tenho enorme consideração e carinho por cada um.

As agências financiadoras que contribuíram financeiramente para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores Alvaro e Elessandra pela oportunidade, orientação e por serem acolhedores desde o nosso primeiro contato.

Obrigado.

Resumo

COSTA, Igor Henrique de Lima. **Extração assistida por ultrassom e encapsulação de betacianinas de frutos de pitaya (*Hylocereus spp.*) em fibras ultrafinas de zeína pela técnica de *electrospinning***. Orientador: Alvaro Renato Guerra Dias. 2022. 79 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2022.

A pitaya é uma cactácea de origem tropical e de fácil adaptação em climas subtropicais. Seu cultivo e manejo são recentes em alguns países como o Brasil. O gênero *Hylocereus* é cultivado para frutificação e os frutos da espécie *H. polyrhizus* e *H. undatus* são facilmente encontrados no comércio. As cascas, que representam 33% do peso do fruto são descartadas após o consumo ou processamento da polpa aumentando a quantidade de resíduos sólidos descartados no meio ambiente. Este material, bem como a polpa, apresenta elevado potencial bioativo devido à presença de compostos fenólicos e betacianinas, um subgrupo de betalaínas majoritário nos frutos de pitaya. Estes pigmentos são sensíveis a alguns fatores como variações de temperatura, mudanças na escala de pH, exposição à luz e oxigênio e, portanto, limitam sua aplicabilidade na indústria. Uma forma de melhorar sua resistência a fatores com ação deletéria é através de encapsulação. Esse tipo de tecnologia envolve a aplicação de um material de parede que irá envolver o bioativo e aumentar sua resistência a degradação. A encapsulação por *electrospinning*, uma técnica que utiliza forças eletrostáticas, pode ser utilizada para encapsular betacianinas de frutos de pitaya. Ela possui algumas vantagens como não utilizar elevadas temperaturas e total evaporação do solvente durante o processamento. Portanto, o objetivo desse trabalho foi extrair betacianinas das cascas de frutos de duas espécies de pitaya através do processo de extração assistido por ultrassom e avaliar o potencial de encapsulação de betacianina da polpa pela técnica de *electrospinning*. A dissertação foi subdividida em dois capítulos, no primeiro foi desenvolvido uma otimização do processo de extração assistido por ultrassom de betacianina das cascas de *H. polyrhizus* e *H. undatus*, e os extratos obtidos através do ponto ótimo foram quantificados quanto aos parâmetros de cor,

fenólicos totais e atividade antioxidante. No segundo foi estudado a extração de betacianinas da polpa, os compostos fenólicos totais, atividade antioxidante e encapsulação por *electrospinning*. Com a otimização do processo de extração (capítulo 1) foi possível obter um modelo linear preditivo para extração de betacianinas das cascas de duas espécies de frutos de pitaya. Os extratos do ponto ótimo de extração obtiveram betacianinas, coloração, compostos fenólicos totais e atividade de eliminação dos radicais ABTS^{•+} e DPPH[•] semelhantes, confirmando que o modelo pode ser usado para as duas espécies. No capítulo 2 o mesmo conteúdo foi avaliado no extrato da polpa (*H. polyrhizus*), onde obteve-se valores mais elevados de betacianinas, compostos fenólicos totais e atividade de eliminação dos radicais ABTS^{•+} e DPPH[•]. Além disso, foi possível encapsular diferentes concentrações de betacianinas extraídas da polpa em fibras ultrafinas de zeína pela técnica de *electrospinning*. Este estudo pode ser utilizado como base para trabalhos futuros.

Palavras-chave: Resíduos agroindustriais. Quimiometria. Bioativos. Antioxidante. *Electrospinning*.

Abstract

COSTA, Igor Henrique de Lima. **Ultrasound-assisted extraction and encapsulation of betacyanins from pitaya fruit (*Hylocereus spp.*) in ultrafine zein fibers by electrospinning technique**. Advisor: Alvaro Renato Guerra Dias. 2022. 79 p. Dissertation (Master's in Food Science and Technology) – Department of Agroindustrial Science and Technology, Federal University of Pelotas, Pelotas, 2022.

The pitaya is a cactus of tropical origin and is easily adapted to subtropical climates. Its cultivation and management are recent in some countries such as Brazil. The genus *Hylocereus* is cultivated for fruiting and the fruits of the species *H. polyrhizus* and *H. undatus* are easily found in the market. The peels, which represent 33% of the fruit weight, are discarded after consumption or pulp processing, increasing the amount of solid waste discarded in the environment. This material, as well as the pulp, has a high bioactive potential due to the presence of phenolic compounds and betacyanins, a major betalain subgroup in pitaya fruits. These pigments are sensitive to some factors such as temperature variations, changes in the pH scale, exposure to light and oxygen and, therefore, limit their applicability in the industry. One way to improve its resistance to deleterious factors is through encapsulation. This type of technology involves the application of a wall material that will envelop the bioactive and increase its resistance to degradation. Electrospinning encapsulation, a technique that uses electrostatic forces, can be used to encapsulate betacyanins from pitaya fruits. It has some advantages such as not using high temperatures and total solvent evaporation during processing. Therefore, the objective of this work was to extract betacyanins from the fruit skins of two pitaya species through the ultrasound-assisted extraction process and to evaluate the potential of betacyanin encapsulation from the pulp by the electrospinning technique. The dissertation was subdivided into two chapters, in the first an optimization of the ultrasound-assisted extraction process of betacyanin from the barks of *H. polyrhizus* and *H. undatus* was developed, and the extracts obtained through the optimum point were quantified in terms of color parameters, total phenolics and antioxidant activity. In the second, the extraction of betacyanins from the pulp,

total phenolic compounds, antioxidant activity and encapsulation by electrospinning were studied. With the optimization of the extraction process (Chapter 1) it was possible to obtain a predictive linear model for the extraction of betacyanins from the skins of two species of pitaya fruits. Extracts from the optimal extraction point obtained similar betacyanins, coloration, total phenolic compounds and radical scavenging activity ABTS^{•+} and DPPH[•], confirming that the model can be used for both species. In chapter 2, the same content was evaluated in the pulp extract (*H. polyrhizus*), where higher values of betacyanins, total phenolic compounds and ABTS^{•+} and DPPH[•] radical scavenging activity were obtained. Furthermore, it was possible to encapsulate different concentrations of betacyanins extracted from the pulp in ultrafine zein fibers by the electrospinning technique. This study can be used as a basis for future work.

Keywords: Agro-industrial waste. Chemometrics. Bioactive. antioxidant. Electrospinning.

Lista de Figuras

Figura 1 – Mecanismo geral da biossíntese de betacianina e betaxantina	21
Figura 2 – Estação de <i>electrospinning</i>	31
Figura 3 – (a) Porcentagem e (b) normalidade dos efeitos das variáveis independentes sob as variáveis dependentes	43
Figura 4 – Superfície de resposta (a) e curvas de contorno (b) para o modelo preditivo	47
Figura 5 – Extratos das cascas de (a) <i>H. polyrhizus</i> e (b) <i>H. undatus</i>	50
Figura 6 – Micrografias de fibras de zeína encapsuladas com EBT (0, 5, 10, 15, 20, 25, 30 e 35%), sua distribuição de tamanho e diâmetro médio (D_{med})	62

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Composição centesimal em g/100g de cascas secas de frutos de pitaya (<i>H. polyrhizus</i> e <i>H. undatus</i>) de diferentes países	19
Tabela 2 – Métodos de extração de betalaínas de diferentes partes de frutos de pitaya (<i>H. polyrhizus</i>)	25
Tabela 3 – Planejamento fatorial completo para triagem das variáveis independentes	42
Tabela 4 – Variáveis independentes e dependentes para otimização do processo de extração de EBT	45
Tabela 5 – ANOVA para o modelo de regressão obtido para extração de EBT	46
Tabela 6 – Parâmetros de cor dos extratos das cascas de frutos de pitaya (<i>H. polyrhizus</i> e <i>H. undatus</i>)	49

Sumário

1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVOS	15
2.1 Objetivo geral	15
2.2 Objetivos específicos	15
3 REVISÃO DA LITERATURA	15
3.1 Pitaya	15
3.1.1 Características botânicas da planta	15
3.1.2 Aspectos gerais do cultivo e manejo	16
3.1.3 Características do fruto	17
3.2 Betalaínas	19
3.3 Fontes alternativas de betalaínas	23
3.4 Métodos de extração de betacianinas de frutos de pitaya	24
3.4.1 Extração assistida por ultrassom	27
3.5 Encapsulação de compostos bioativos	28
3.5.1 Encapsulação de betalaínas	29
3.5.2 <i>Electrospinning</i>	30
CAPÍTULO 1 – APLICAÇÃO DE “DESIGN OF EXPERIMENTS” EM PROCESSO DE EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM DE BETACIANINAS DAS CASCAS DE PITAYA (<i>HYLOCEREUS POLYRHIZUS</i> E <i>HYLOCEREUS UNDATUS</i>)	33
1 INTRODUÇÃO	33
2 METODOLOGIA	35
2.1 Material	35
2.2 Desenho experimental	35
2.2.1 Triagem das variáveis independentes	35
2.2.2 Otimização das condições de extração	35
2.2.3 Caracterização dos extratos de casca de frutos de pitaya	37
2.3 Extração assistida por ultrassom	37
2.4 Quantificação de EBT por espectrofotometria	38
2.5 Efeitos e normalidade	38
2.6 Análise de cor e pH dos extratos	39

2.7 Quantificação de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante	39
2.8 Tratamento estatístico	41
3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	41
3.1 Identificação das variáveis independentes significativas	41
3.2 Otimização do processo de extração	45
3.3 Caracterização dos extratos de casca de frutos de pitaya	48
3.3.1 Cor dos extratos	48
3.3.2 Compostos fenólicos totais	50
3.3.3 Atividade antioxidante	51
4 CONCLUSÃO	53
CAPÍTULO 2 – ENCAPSULAÇÃO DE BETACIANINA DA POLPA DE PITAYA (<i>HYLOCEREUS POLYRHIZUS</i>) EM FIBRAS ULTRAFINAS DE ZEÍNA	54
1 INTRODUÇÃO	54
2 METODOLOGIA	56
2.1 Material	56
2.2 Extração de EBT da polpa de frutos de pitaya	56
2.3 Quantificação de EBT por espectrofotometria	56
2.4 Quantificação de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante ..	57
2.5 Encapsulação de EBT por <i>electrospinning</i>	58
2.6 Análise morfológica das fibras	58
2.7 Análise de dados	59
3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	59
3.1 EBT, compostos fenólicos totais e atividade antioxidante	59
3.2 Morfologia e distribuição de tamanho das fibras	60
4 CONCLUSÃO	63
4 CONCLUSÃO GERAL	63
REFERÊNCIAS	64

1 INTRODUÇÃO

O cultivo de pitaya é recente em todo o mundo, em alguns países como o Brasil essa atividade se iniciou a pouco menos de 30 anos (JUNQUEIRA et al., 2010). O conhecimento envolvido no cultivo, manejo e colheita são empíricos. O peso do fruto pode chegar a 1000 g (ZEE et al., 2004), sua casca pode conter escamas foliares (brácteas) e sua cor pode ser amarela ou vermelha. A polpa possui inúmeras sementes e pode ter coloração branca, vermelha e roxa (NOGUEIRA NUNES et al., 2014; RAGAB MOHAMED IBRAHIM et al., 2018).

Apesar de ser recente o cultivo e consumo de frutos de pitaya, no mercado encontra-se produtos industriais disponíveis a base da polpa, como sorvetes e bebidas alcoólicas saborizadas. Além de ser utilizada para vários preparos, como vinhos, sucos, geleias, iogurte, doces e conservas (JALGAONKAR et al., 2020). Após o processamento ou consumo da polpa do fruto, as cascas, que representam 33% de seu peso, são descartadas, contribuindo para o aumento de resíduos (TENORE; NOVELLINO; BASILE, 2012).

Os resíduos que podem ser provenientes de cascas, sementes e partes não comestíveis de frutos, quando não reaproveitados podem causar danos ao meio ambiente, devido serem descartados de forma inadequada (MARINA et al., 2012; MELOI et al., 2011). A possibilidade de agregar valor aos resíduos torna-se indispensável, uma vez que esses materiais podem contribuir para a elaboração de novos produtos na indústria de alimentos, e serem utilizados na recuperação de compostos como fibras, antioxidantes, extração de pigmentos e outros (PIRES et al., 2014).

Pesquisas mostram que a casca de frutos de pitaya apresenta alto potencial bioativo (DE MELLO et al., 2014; NETZEL et al., 2005; STINTZING; SCHIEBER; CARLE, 2002), com compostos como as betalaínas e os fenólicos (UTPOTT et al., 2020; ZHUANG; ZHANG; SUN, 2012), além de elevado teor de fibras (JIANG et al., 2021) e pectinas (ZAIDEL et al., 2017).

Os bioativos possuem baixa estabilidade frente a fatores ambientais, interferindo em sua aplicação em diferentes seguimentos da indústria (KHAN; GIRIDHAR, 2015). As betalaínas extraídas da pitaya, assim como outros pigmentos, são sensíveis principalmente a variações de temperatura,

modificações na escala de pH, exposição a luz e oxigênio (FU et al., 2020; SONAR et al., 2019).

A encapsulação é uma alternativa tecnológica que pode ser útil em evitar ou reduzir a degradação de betalaínas. De acordo com Castro-Enríquez et al. (2020) essas técnicas podem melhorar a resistência do agente bioativo a condições adversas que podem ocasionar sua degradação.

Esse tipo de tecnologia consiste em aprisionar compostos de interesse em pequenas estruturas, formadas por algum agente encapsulante, com tamanho variando desde alguns nanômetros até alguns micrômetros e viabilizando a obtenção de materiais com elevada relação superfície-volume, favorecendo a liberação controlada do bioativo (LIM; MENDES; CHRONAKIS, 2019; PAULO; SANTOS, 2017).

A encapsulação por *electrospinning* vem sendo aplicada a uma variedade de bioativos como antocianinas (SHAVISI; SHAHBAZI, 2022), curcuminas (ZAHIRI et al., 2020), fenólicos (KHOSHNOUDI-NIA; SHARIF; JAFARI, 2020), óleos essenciais (TAVASSOLI-KAFRANI; GOLI; FATHI, 2018) e carotenoides (HORUZ; BELIBAĞLI, 2019), uma vez que não utiliza elevadas temperatura e o solvente é totalmente evaporado durante o processo de obtenção dos materiais (LI et al., 2021).

Essa técnica consiste em utilizar forças eletrostáticas para elaborar fibras a partir de solução polimérica com o agente ativo. A mistura líquida é ejetada através da ponta de uma agulha metálica, sob fluxo constante, por uma bomba de seringa (GHORANI & TUCKER, 2015).

Para encapsulação do bioativo, o material de parede que compõe o encapsulante deve ser compatível, ou seja, interagir com o bioativo a ser encapsulado (KASAAI, 2018; SHUKLA; CHERYAN, 2001). A zeína é uma proteína do milho que vem sendo utilizada para encapsulação por *electrospinning* por apresentar boa compatibilidade com diferentes bioativos e elevado rendimento para obtenção de fibras (GITERU; ALI; OEY, 2021; SILVA et al., 2021).

Portanto, o objetivo deste trabalho é extrair betacianinas das cascas de frutos de duas espécies de pitaya através do processo de extração assistido por ultrassom e avaliar a viabilidade de encapsulação de betacianina da polpa pela técnica de *electrospinning*.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Extrair betacianinas das cascas de frutos de duas espécies de pitaya através do processo de extração assistido por ultrassom e avaliar o potencial de encapsulação de betacianinas da polpa pela técnica de *electrospinning*.

2.2 Objetivos específicos

- Otimizar a extração de betacianina das cascas de frutos de pitaya (*H. polyrhizus* e *H. undatus*), visando a obtenção de um modelo matemático preditivo;
- Avaliar o perfil de cor dos extratos obtidos através da otimização;
- Quantificar e avaliar os compostos fenólicos totais e atividade antioxidante, respectivamente, nos extratos obtidos através da otimização;
- Extrair e encapsular betacianina da polpa de frutos de pitaya (*H. polyrhizus*) com zeína via *electrospinning*.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Pitaya

3.1.1 Características botânicas da planta

As plantas conhecidas como pitaya são perenes, epífitas (trepadeiras) cactáceas e são agrupadas em três gêneros conhecidos: *Cereus*, *Hylocereus* e *Stenocereus*. Elas pertencem à família Cactaceae e o gênero *Hylocereus* dá origem ao fruto conhecido como pitaya (pitaia ou pitahaya) e fruto da pitaya em países latinos, ou fruto do dragão em países europeus e asiáticos (ESQUIVEL, 2004; LE BELLEC; VAILLANT; IMBERT, 2006; MONTOYA-ARROYO et al., 2014; VALENCIA-BOTÍN; KOKUBU; ORTÍZ-HERNÁNDEZ, 2013).

Essas cactáceas possuem raízes adventícias, flores grandes (podem variar de 20 a 30 cm de diâmetro) e aromáticas e baga glabra de grande porte (LE BELLEC; VAILLANT; IMBERT, 2006). Seus caules do tipo cladódio são alongados e armazenam água; os estômatos demonstram abertura noturna e presença da via fotossintética MAC (Metabolismo do Ácido Crassuláceo). Estas características explicam sua elevada resistência a condições adversas como estresse abiótico em função de déficit hídrico e clima seco (NIE et al., 2015), justificando sua adaptação em regiões tropicais da América do Norte, Central e do Sul.

De acordo com Zee et al. (2004) essas plantas preferem clima quente e úmido e não se adaptam a áreas com temperaturas elevadas ($> 38,8^{\circ}\text{C}$) e luz solar intensa. Além disso, áreas chuvosas que excedam 1270 mm de precipitação anual podem causar a perda de flores e apodrecimento dos frutos.

3.1.2 Aspectos gerais do cultivo e manejo

O cultivo da pitaya para produção, geralmente, é realizado através de tutoramento, onde um tutor (estaca ou mourão) de madeira ou concreto é fixado no local pretendido para desenvolvimento da planta, e em sua região superior é fixado um suporte com arames, finalizando o sistema conhecido como “tutor individual ou tradicional”, mas há outros sistemas que podem ser adotados como “sistema de espaldeira tradicional”, “sistema de barreira” e “sistema de espaldeira em T” (ALVARADO GAONA et al., 2015; NOGUEIRA NUNES et al., 2014). Portanto, a muda de pitaya é fixada ao tutor para que durante seu desenvolvimento ela cresça verticalmente e alcance os arames, dessa forma os cladódios irão se espalhar horizontalmente (PROIMPRESS et al., 2022).

A fertilização da planta não é baseada em conhecimento científico e sim em conhecimento empírico a partir de observações de produtores. Os fertilizantes utilizados são de origem orgânica, química ou a mistura dos dois. No entanto, é mais comum a utilização de produtos químicos (ALVARADO GAONA et al., 2015). É importante nutrir essa planta principalmente com potássio, nitrogênio e fósforo. Sendo aplicado duas vezes por ano, coincidindo, preferencialmente, com o fim do período chuvoso. Além de fatores de nutrição, é necessário realizar três tipos de poda para que se obtenha uma planta

adequada a produção de frutos e também reduzir o risco de doenças (PROIMPRESS et al., 2022).

A primeira poda consiste na eliminação de brotamentos que surgem no cladódio principal, próximo do solo. Isto permite que ele cresça até atingir os arames no topo do mourão, onde irão surgir novos brotos que irão se projetar horizontalmente e pendentes, conferindo boa frutificação. A segunda poda tem por finalidade eliminar cladódios improdutivos e sobrepostos entre si. Por consequência a remoção aumenta a circulação de ar e reduz o peso sobre os mourões. Já a terceira é conhecida como “poda sanitária” uma vez que objetiva eliminar cladódios comprometidos pela presença de patógenos (fungos, bactérias e vírus), evitando que a doença se espalhe por toda a planta e os frutos (PROIMPRESS et al., 2022)

3.1.3 Características do fruto

O fruto da pitaya mantém sua relação fonte dreno com a planta mãe por um período médio de 30 dias após a antese (abertura da flor), onde atinge a maturidade fisiológica e pode ser colhida. Esse fruto é do tipo baga, de tamanho médio e formato globoso e subgloboso, com peso variável (de 200g até 1000g) (LI et al., 2017; NERD; MIZRAHI, 1999; ZEE et al., 2004). É importante mencionar que o ponto de colheita do fruto é realizado por conhecimento empírico, onde observa-se a coloração da epiderme/casca e sua firmeza.

A coloração da epiderme é verde quando em estágio anterior ao amadurecimento e pode variar do amarelo ao vermelho quando amadurecido, devido à presença de betalaínas. Além disso, é comum a presença de brácteas (escamas foliares) na superfície do fruto (NERD; MIZRAHI, 1999; RAGAB MOHAMED IBRAHIM et al., 2018). A região interna do fruto varia em coloração do branco ao vermelho e roxo, e é composta por inúmeras sementes escuras e comestíveis dispersas por toda a fração polposa (NOGUEIRA NUNES et al., 2014).

Os frutos comercializados são da espécie *Hylocereus costaricensis* (casca vermelha e polpa roxa), *Hylocereus polyrhizus* (casca e polpa vermelha), *Hylocereus undatus* (casca vermelha e polpa branca) e *Hylocereus megalanthus*

(casca amarela e polpa branca) (LE BELLEC; VAILLANT; IMBERT, 2006; NERD; MIZRAHI, 1999).

O valor médio de 1 kg do fruto no mercado brasileiro há alguns anos variava entre R\$ 50,00 e R\$ 100,00 reais, dependendo da região e espécie (MOURA, 2020). Porém, essa faixa de preço sofreu perda gradual e atualmente varia entre R\$ 10,00 e R\$ 32,00 reais. Isto ocorreu devido a popularização do fruto e instalação de novos pomares (CATUXO; COSTA, 2019).

Os frutos possuem elevado valor agregado e o seu consumo tem se difundido devido à presença de algumas vitaminas (B1, B2, B3, C e E), minerais (potássio, magnésio e cálcio), betalaínas, carotenoides (betacaroteno e licopeno) e polifenóis na polpa (ABREU et al., 2012; LE BELLEC; VAILLANT; IMBERT, 2006; WU et al., 2006).

Após o consumo da polpa da pitaya, as cascas, que representam 33% do peso do fruto (TENORE; NOVELLINO; BASILE, 2012), tendem a ser descartadas como resíduo alimentar ou subproduto gerado pelo processamento de frutas e sucos minimamente processados (JIANG et al., 2021).

As cascas possuem elevado teor de fibras (60 a 80%) (JIANG et al., 2021) (Tabela 1), pectinas (até 20%) (ZAIDEL et al., 2017) e alguns outros componentes podem ser aproveitados pela indústria, como as betalaínas e compostos fenólicos, e serem aplicados em formulações de alimentos, visando a obtenção de produtos funcionais (UTPOTT et al., 2020; ZHUANG; ZHANG; SUN, 2012).

As cascas podem ser misturadas em produtos alimentícios para melhorar os aspectos sensoriais como aparência e sabor, e os aspectos nutricionais. Também podem ser utilizados para obtenção de enzimas como pectinase e α -amilase (JIANG et al., 2021).

Tabela 1 – Composição centesimal em g/100g de cascas secas de frutos de pitaya (*H. polyrhizus* e *H. undatus*) de diferentes países.

Parâmetro ¹	<i>H. polyrhizus</i>	<i>H. undatus</i>	
Cinzas	17,56 ± 0,29	4,48 ± 0,31	---
Lipídeos	1,31 ± 0,16	2,34 ± 0,18	1,34
Proteínas	6,30 ± 0,18	10,36 ± 0,23	6,72
Fibras totais	65,59 ± 1,65	56,91 ± 0,51	79,37 ± 1,80
Fibras insolúveis	41,63 ± 2,97	48,22 ± 0,84	43,59 ± 1,09
Fibras solúveis	23,96 ± 1,32	7,69 ± 0,56	33,07 ± 1,21
Carboidratos	8,92 ± 1,15	---	8,43
Origem geográfica	Brasil	Índia	China
Referência	Utpott et al. (2020)	Madane et al. (2020)	Zhuang; Zhang; Sun (2012)

¹Foram utilizados os valores médios quando disponíveis. A umidade e valor calórico das cascas das duas espécies é superior a 90% e 5,6 Kcal, respectivamente (UTPOTT et al., 2020).

3.2 Betalaínas

As betalaínas são pigmentos hidrofílicos responsáveis por conferir cor aos diferentes órgãos das plantas (CASTRO-ENRÍQUEZ et al., 2020b). Esses pigmentos são formados através do metabolismo secundário das plantas, principalmente, pela via biossintética que utiliza o aminoácido tirosina como unidade fundamental.

A partir da tirosina temos a formação do ácido betalâmico [4-(2-oxoetilideno)-1,2,3, ácido 4-tetrahidropiridina-2,6-dicarboxílico], o qual é considerado o precursor biossintético das betalaínas (PAVOKOVI; KRSNIK-RASOL, 2011; POLTURAK; AHARONI, 2018).

Resumidamente, o ácido betalâmico reage por condensação com ciclo-DOPA (L-3,4-dihidroxi-fenilalanina) ou seus derivados de glicosil, ou através de conjugação com aminoácidos ou aminas para formar as betalaínas. As estruturas resultantes desse mecanismo são conhecidas como betacianinas, com coloração variando do vermelho ao violeta, e betaxantinas, com coloração

amarela (KHAN; GIRIDHAR, 2015; ZIN; ANUCHA; BÁNVÖLGYI, 2020) (Figura 1).

Esses compostos podem apresentar outras colorações, além das citadas anteriormente, e isso ocorre em função das modificações na escala de pH. De acordo com Sadowska-Bartosz; Bartosz (2021), as variações de pH podem implicar em um efeito conhecido como hipocrômico (diminuição da intensidade de absorção), ou efeito hiperocrômico (aumento na intensidade de absorção). Em termos práticos, ocorre a diminuição ou aumento do comprimento de onda (λ), influenciando na banda de absorção do espectro Ultravioleta-Visível (UV-Vis). Outros fatores que contribuem para essas mudanças de cor são as combinações de betacianinas e betaxantinas, e ainda a complexação com íons metálicos.

As betalaínas apresentam características colorimétricas que podem ser exploradas na indústria alimentícia, no entanto, um fator limitante de seu uso é a sua baixa estabilidade frente a fatores ambientais, assim como em outros pigmentos naturais. A baixa estabilidade interfere em sua aplicabilidade na indústria alimentícia, principalmente em alimentos congelados, de baixa durabilidade e com baixo teor de ácido (KHAN; GIRIDHAR, 2015).

A estabilidade de pigmentos é um fator desejável, principalmente, quando se trata de pigmentos naturais, como as betalaínas, uma vez que estas podem ser utilizadas na indústria de alimentos como substituinte de pigmentos sintéticos em formulações alimentícias (RODRIGUEZ et al., 2016).

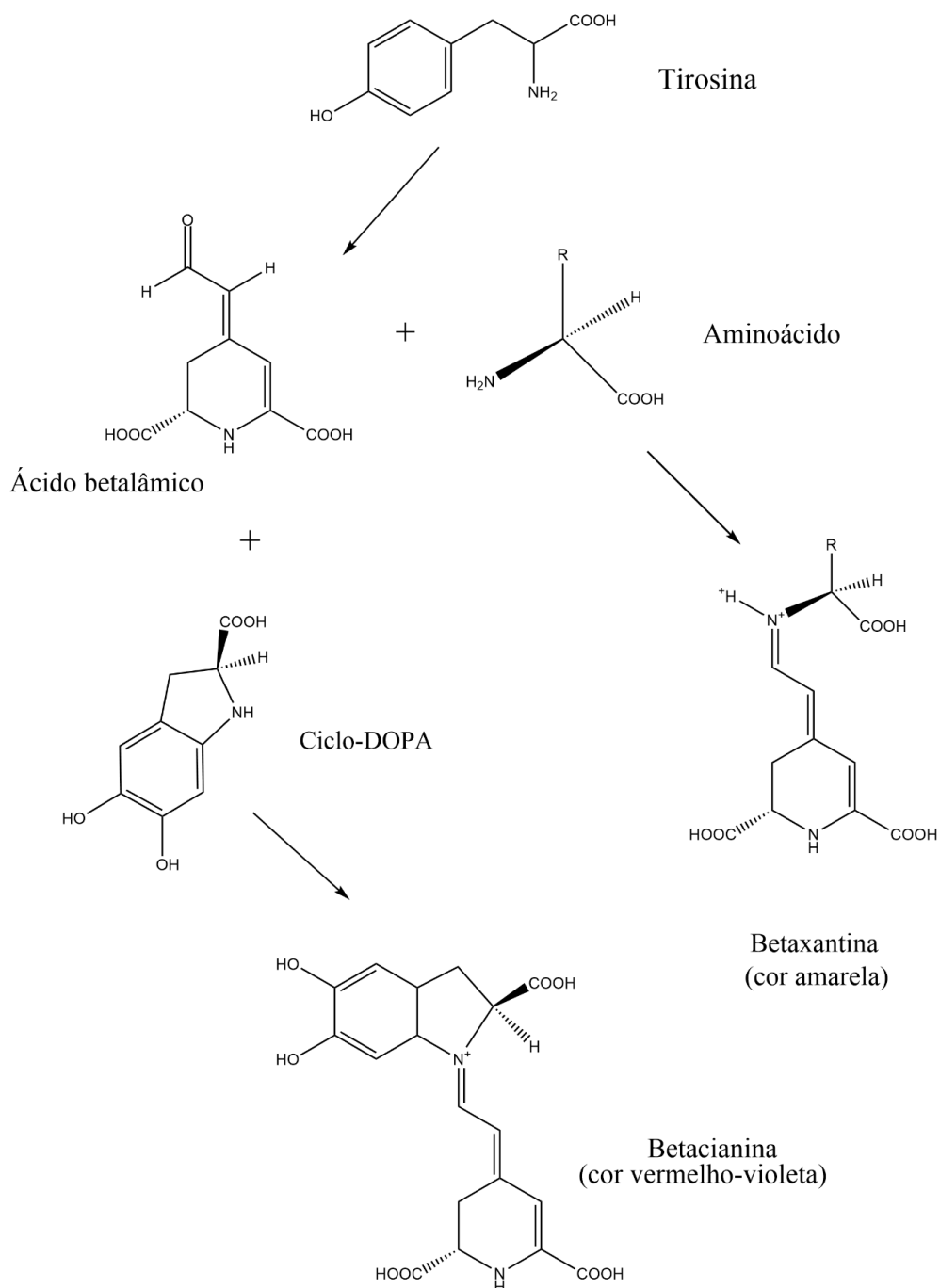
Alguns agentes podem contribuir para a baixa estabilidade das betalaínas. O pH do meio, tratamento térmico, luz e oxigênio durante o armazenamento são frequentemente indicados como agentes deletérios que mais afetam esses pigmentos. Outros como o conteúdo de betalaínas, sua estrutura química, a matriz alimentar de origem, aditivos alimentares e enzimas também são mencionados, porém em menor frequência (FU et al., 2020).

As variações na escala de pH do meio têm influência sob as modificações colorimétricas dos pigmentos. Nesse sentido, alguns estudos avaliaram o comportamento das betalaínas frente as mudanças de pH.

Para Reshmi; Aravindhan; Devi (2012), por exemplo, foi concluído que esses pigmentos extraídos de frutas de *Basella alba* são estáveis apenas em pH > 4,1 e pH < 6,0. No estudo de Rodríguez-Sánchez; Victoria; Barragán-Huerta

(2017) a estabilidade máxima das betalaínas extraídas de frutos de cactos (*Stenocereus pruinosus*) ocorre em pH 6,6.

Figura 1 – Mecanismo geral da biossíntese de betacianina e betaxantina.



Fonte: Adaptado de Polturak; Aharoni (2018).

R = glicosídeo.

A degradação de betalaínas foi estudada por Mikołajczyk-Bator; Czapski (2017) ao avaliar extratos de beterraba (*Beta vulgaris* L.) com pH variando de 4 a 9 durante tratamento térmico. Os pigmentos vermelhos diminuíram em função do aumento do pH da amostra, principalmente, em pH 9,0 resultando na perda da cor vermelha. Gengatharan; Dykes; Choo (2017) concluíram em seu estudo com extrato de fruto de pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) adicionado em iogurtes, que, em pH 3 ocorre maior degradação das betalaínas.

A temperatura é considerada um fator crucial na estabilidade de betalaínas durante o processamento e armazenamento de alimentos. Por intermédio de temperaturas elevadas ocorre a degradação desses pigmentos e a geração de produtos indesejáveis, ocasionando perda de cor, descarboxilação e eliminação de glicosídeos (FU et al., 2020).

Otálora et al. (2015) obteve resultados que indicaram a degradação desses pigmentos extraídos de beterraba (*Beta vulgaris* L.) ao serem expostos a 45 °C. Dos Santos et al. (2018), no entanto, observou degradação, geração de produtos indesejáveis e modificações de coloração em betalaínas extraídas da mesma matriz vegetal ao serem expostas a 75,5 °C. Outros estudos verificaram a degradação em 120 °C (LEE; WU; SIOW, 2013).

A exposição a luz pode acelerar a taxa de degradação das betalaínas. As alterações promovidas por esse agente físico são dependentes da presença de oxigênio, uma vez que em sua ausência a degradação pode ser considerada insignificante. Além disso, já foi demonstrado que as betalaínas são extremamente sensíveis ao oxigênio em comparação as antocianinas e as clorofilas (SONAR et al., 2019).

A exposição a luz torna as betalaínas suscetíveis a absorção de energia entre os espectros UV-Vis, promovendo transições eletrônicas de um estado menos excitado para outro mais excitado (FU et al., 2020). Por isso, é possível monitorar a degradação desses pigmentos através de ferramentas espectrofotométricas.

No estudo de Woo et al. (2011) foi avaliado a influência das condições de armazenamento (luz, temperatura, pH e aditivos) na estabilidade de betalaínas extraídas de frutos de pitaya (*Hylocereus polyrhizus*). As alterações em função do tempo foram acompanhadas por espectrofotometria UV-Vis e os autores

concluíram que a exposição a luz contribuiu significativamente para a deterioração destes pigmentos.

3.3 Fontes alternativas de betalaínas

As betalaínas ocorrem em poucas famílias de plantas da ordem *Caryophyllales* e localizam-se em partes comestíveis de plantas como folhas, caule, raiz, fruto, flor, pecíolo, bráctea e grãos de semente (AKBAR HUSSAIN; SADIQ; ZIA-UL-HAQ, 2018; KHAN; GIRIDHAR, 2015). Alguns fungos de ordem superior como *A. muscaria* e alguns gêneros de *Basidiomycetes* também biossintetizam esses compostos (AKBAR HUSSAIN; SADIQ; ZIA-UL-HAQ, 2018).

Esses compostos são pouco explorados na indústria de pigmentos se comparado com outros compostos extraídos de plantas. O baixo nível de extração comercial de betalaínas pode ser atribuído a sua baixa estabilidade, embora esta seja maior em ampla faixa de pH (entre 3 e 9) quando comparado com as antocianinas (pH < 3). Durante o processo ocorrem perdas que resultam em rendimento pouco significativo. No entanto, a extração de betacianinas é mais eficiente, pois na extração de betaxantinas ocorrem maiores perdas desses compostos (KHAN; GIRIDHAR, 2015).

A indústria de pigmentos tradicionalmente explora betalaínas de beterraba vermelha (*Beta vulgaris*), conhecido como betanina ou E-162 na União Europeia (CHOO, 2019). Esse pigmento é aprovado e regulamentado pela *Food and Drug Administration* (FDA) e suas aplicações abrangem uma variedade de produtos alimentícios e farmacêuticos (ESATBEYOGLU et al., 2015).

No entanto, após anos de ampla utilização do E-162 em produtos industriais algumas limitações quanto ao seu uso foram observadas. Esse pigmento pode ser afetado por espectros de cor, há a presença de sabor residual de solo ocasionado por um composto chamado geosmina e há o risco de contaminação com microrganismos presentes no solo. Além disso, as beterrabas acumulam nitritos e nitratos durante a fase de crescimento e isso pode resultar em problemas de saúde nos consumidores, se consumida em excesso (CHOO, 2019).

A partir desse contexto se observa a importância em estudar fontes alternativas de betalaínas e os frutos de pitaya (*Hylocereus spp.*) se enquadram nessa linha de pesquisa. Os frutos da espécie *H. polyrhizus* e *H. undatus* são ricos em betacianinas e possuem betaxantinas em menor quantidade, o que proporciona um corante com maior força tintoral (GENGATHARAN; DYKES; CHOO, 2016). Isso foi demonstrado em alguns estudos que realizaram a aplicação de betalaínas extraídas de frutos de pitaya em produtos lácteos como leite (GENGATHARAN; DYKES; CHOO, 2016) e iogurtes (GENGATHARAN; DYKES; CHOO, 2017).

3.4 Métodos de extração de betacianinas de frutos de pitaya

A extração de compostos bioativos de matrizes vegetais, em geral, depende da eficácia e eficiência do método de extração selecionado (AZMIR et al., 2013). Existe uma variedade de métodos de extração que vem sendo utilizados ao longo das últimas décadas e alguns possuem aplicação industrial.

Os métodos de extração podem ser separados em dois grupos: os convencionais e os não-convencionais. O primeiro compreende o uso de métodos de extração sem a necessidade de equipamentos sofisticados. Os não-convencionais, ou alternativos, utilizam equipamentos mais sofisticados, mas com uma série de vantagens frente aos convencionais, principalmente ao se tratar de redução de custos com materiais e tempo de extração.

É comum o uso de solvente (s) em métodos de extração convencionais. A seguir será comentado o uso desses métodos para a extração de betalaínas (ou betacianinas) das cascas de *Hylocereus polyrhizus* de acordo com as informações dispostas na Tabela 2.

Priatni; Pradita (2015) realizaram a extração com diferentes solventes. As amostras foram maceradas e expostas a duas condições: água destilada, metanol e água destilada acidificada ou metanol por 24 horas sob refrigeração. Foi avaliado o conteúdo extraído em função do pH da solução extratora. Os resultados indicaram que a extração máxima foi 515,20 µg de betacianinas/100g de amostra, obtida com metanol em pH 5.

Tabela 2 – Métodos de extração de betalaínas de diferentes partes de frutos de pitaya (*H. polyrhizus*).

Métodos Convencionais			
Matéria-Prima	Método de Extração	Solventes e Reagentes	Referência
Cascas	Sólido/Líquido	Água destilada e metanol	Priatni; Pradita (2015)
Cascas		Água destilada, álcool e ácido cítrico	Putthawan; Prompanya; Promnet (2022)
Cascas		Etanol	Qin et al. (2020)
Métodos Não-Convencionais			
Matéria-Prima	Método de Extração	Solventes e Reagentes	Referência
Cascas e polpa	Ultrassom	Água destilada e metanol	Carrera et al. (2021)
Cascas e polpa	Fluído supercrítico	CO2	Fathordoobady et al. (2016)
Cascas e polpa	Sistema de flotação elétrica bifásica líquida	Álcool e cloreto de sódio	Leong et al. (2018)
Cascas	Micro-ondas	Água destilada	Thirugnanasambandham; Sivakumar (2017)

Putthawan; Prompanya; Promnet (2022) utilizaram seis solventes (água destilada, ácido cítrico 2%, ácido cítrico 4%, álcool 90%, álcool 90% contendo ácido cítrico 2% e álcool 90% contendo ácido cítrico 4%) e agitação em temperatura ambiente por 24 horas. A extração máxima foi 59,9 mg de betalaínas totais/g de massa seca, utilizando água destilada.

Qin et al. (2020) utilizou uma solução de etanol a 30% em ambiente escuro e refrigerado a 4 °C. Os autores obtiveram o conteúdo de 56 mg de betacianinas/100g de amostra.

Portanto, é possível observar que os métodos de extração convencionais são simples de serem executados e não requerem equipamentos sofisticados. Em geral, esse tipo de abordagem requer um preparo inicial da matéria-prima, como na maceração e em aparelho de *Soxhlet*, por exemplo, e o emprego de solventes orgânicos na presença ou ausência de acidificação e em alguns casos também se aplica tratamento térmico (FU et al., 2020).

Embora a utilização desses métodos seja considerada simples algumas desvantagens são observadas. O longo tempo de extração, degradação de betalaínas e o uso de solventes orgânicos tóxicos, bem como contaminação por solvente (ALBAHARI et al., 2018) e etapas adicionais de purificação do extrato são frequentemente citadas.

O rendimento de uma extração é importante, uma vez que representa o custo benefício do processo. As abordagens de extração citadas anteriormente são responsáveis por uma maior perda de compostos bioativos e como consequência se obtêm um baixo rendimento. De acordo com Qin et al. (2020), há um indicativo que o rendimento de extração de betalaínas/betacianinas da casca de frutos de *Hylocereus polyrhizus* esteja intimamente relacionado com o solvente de extração.

É crescente a demanda por novas tecnologias que permitam otimizar e superar desvantagens como as citadas anteriormente. Portanto, métodos de extração não-convencionais vem sendo estudados com o intuito de melhorar a taxa de extração de compostos bioativos. No geral, de acordo com Cardoso-Ugarte et al. (2014), esses métodos se destacam principalmente por serem alinhados aos princípios ambientalistas pois seu funcionamento ocorre com baixo consumo de solvente e menor gasto de energia elétrica.

A seguir, será comentado alguns métodos de extração não-convencionais que realizaram a extração de betalaínas de frutos de *Hylocereus polyrhizus*, seja das cascas ou cascas e polpa, de acordo com as informações dispostas na Tabela 2.

Thirugnanasambandham; Sivakumar (2017) realizaram a extração de betalaínas assistida por micro-ondas, onde aplicou uma metodologia de

superfície de resposta, variando os seguintes parâmetros: temperatura (25, 40 e 55 °C), massa de amostra (10, 20 e 30 g) e tempo de extração (2, 6 e 10 min). A condição ideal obtida recuperou 9 mg/L de betalaínas totais.

A extração de Fathordoobady et al. (2016) foi desenvolvida com fluido supercrítico (CO₂) a pressão de 25 MPa e mistura de etanol/água a 10% (v/v) como co-solvente. O conteúdo de betacianinas totais das cascas e polpa obtido foi de 24,58 e 91,27 mg/100 mL, respectivamente.

Leong et al. (2018), também extraíram betacianinas da casca e polpa, porém, utilizando um sistema de flotação elétrica bifásica líquida com álcool e cloreto de sódio. No geral, os maiores valores de concentração de betacianinas foi na fase superior rica em álcool, revelando uma extração máxima de betacianinas da casca (95,99%, 88,36% e 24,17%, respectivamente) e polpa (95,49%, 94,89% e 21,19%, respectivamente).

Esses métodos mostraram-se promissores, pois utilizam pouco solvente, o consumo de energia elétrica é reduzido e possibilitam a respostas em menor tempo. No entanto, é importante destacar o elevado custo com os equipamentos e implantação em escala industrial. Dentre estes métodos comentados anteriormente, a extração assistida por ultrassom (UAE, do inglês) tem se destacado na última década para extração de bioativos e possui poucas desvantagens se comparado aos outros métodos não-convencionais.

3.4.1 Extração assistida por ultrassom

Por definição, ultrassom é a frequência superior a 20 KHz, o qual é o limite de detecção auditiva humana. A fonte emissora do ultrassom é um corpo vibratório que emite ondas oscilantes, fazendo com que o meio circundante vibre e transfira energia para outras partículas (ESCLAPEZ et al., 2011; WEN et al., 2018).

Os parâmetros físicos que regem o ultrassom são: potência (P), frequência (f) e amplitude da onda (A). O nível de energia de propagação do ultrassom em meio material pode ser expresso como: potência ultrassônica (W), intensidade ultrassônica ($\frac{W}{cm^2}$) ou densidade de energia acústica ($\frac{W}{cm^3}$ ou $\frac{W}{mL}$) (ESCLAPEZ et al., 2011).

A extração assistida por ultrassom (UAE, do inglês) pode causar efeitos de cavitação (acústica ou hidrodinâmica), vibração, esmagamento, mistura, entre outros. No entanto, a cavitação associada com efeitos térmicos e mecânicos parecem ter maior significância na extração de bioativos (WEN et al., 2018). Esse fenômeno consiste em três etapas, como criação, expansão e colapso de microbolhas, melhorando o acesso do solvente às partículas sólidas (BHAGYA RAJ; DASH, 2020; CARRERA et al., 2021).

Em alimentos a elevada transferência de calor e massa potencializa a eficiência de extração. As microbolhas, formadas através da interação entre o ultrassom e o material, quando colapsam ocasionam ondas de choque que elevam a temperatura e pressão na região (ZHANG et al., 2017).

Em nível celular, a cavitação ocasiona a ruptura das paredes celulares, modifica a estrutura interna das células e aumenta a taxa de transferência de massa, liberando os compostos intracelulares no meio externo (BHAGYA RAJ; DASH, 2020)

De acordo com Maran; Priya (2016), UAE tem sido considerada uma alternativa promissora aos métodos de extração convencionais. Suas vantagens incluem reduzir o tempo de extração e o uso de solvente (s), aumentar o rendimento da extração e melhorar a qualidade dos compostos extraídos.

Além disso, o menor custo, em comparação com outros métodos de extração não-convencionais, compatibilidade com uma maior variedade de solventes de extração, elevada reprodutibilidade em menor tempo, fácil adaptação em escala laboratorial e industrial tornou a UAE um método bem estabelecido nesses segmentos (ALBAHARI et al., 2018; MARAN; PRIYA, 2016), tornando-a mais prática e versátil (CARRERA et al., 2021).

Por fim, a extração de betalaínas das cascas de frutos de pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) assistida por ultrassom parece ser promissora, em função de sua funcionalidade, uma vez que sua implantação em escala laboratorial e industrial é possível.

3.5 Encapsulação de compostos bioativos

A encapsulação compreende um conjunto de tecnologias que envolve materiais gasosos, líquidos ou sólidos, que têm a capacidade de formar

pequenas partículas ou materiais (ANU BHUSHANI; ANANDHARAMAKRISHNAN, 2014; LIM; MENDES; CHRONAKIS, 2019b).

Algumas características vão definir a forma e tamanho desses materiais, como o método aplicado, o material de parede e o material de núcleo (LÓPEZ-RUBIO et al., 2012; SILVA; ANGELA; MEIRELES, 2014), sendo possível a obtenção de materiais que variam de nanômetros até micrômetros (PAULO; SANTOS, 2017), em diferentes configurações estruturais de encapsulação e distribuição do material ativo na matriz polimérica.

As técnicas de encapsulação apresentam benefícios ao material encapsulado, como liberação controlada, mascarar sabor, cor e odores desagradáveis, diminuir a volatilidade do material, e evita as perdas nutricionais dos componentes, além de aumentar a vida útil e proteger os materiais contra processos oxidativos (SILVA; ANGELA; MEIRELES, 2014). A eficiência e escolha do método de encapsulação depende de fatores como o tipo de material de núcleo, o material de parede utilizado e as características finais do produto (DIAS et al., 2017).

Na indústria de alimentos, a técnica de encapsulação vem sendo explorada (SAIFULLAH et al., 2019), com intuito de resolver problemas e agregar valor a diferentes produtos industrializados, como alternativa de veiculação de compostos ativos em alimentos e encapsulação de materiais e aplicação de forma direta em matrizes alimentares (DE MOURA et al., 2019; DE OLIVEIRA et al., 2020; JIANG; ZHU, 2019; RUTZ et al., 2017).

3.5.1 Encapsulação de betalaínas

Devido a facilidade de alterações das betalaínas, sua utilização na indústria de alimentos é restrita, uma vez que as etapas de processamento de alimentos podem danificar esses pigmentos. De acordo com Castro-Enríquez et al., (2020), uma forma de melhorar sua estabilidade é através de encapsulação.

Essa tecnologia consiste em aprisionar compostos de interesse, que podem ter diferentes estados da matéria (sólido, líquido ou gasoso), em pequenas estruturas, formadas por algum agente encapsulante, com tamanho variando desde alguns nanômetros até alguns micrômetros (CASTRO-

ENRÍQUEZ et al., 2020b). A encapsulação permite aumentar a resistência do agente ativo a condições adversas que podem ocasionar sua degradação.

Algumas tecnologias de encapsulação foram utilizadas para proteger betalaínas e estas são bem difundidas na encapsulação de outros compostos ativos. Foi utilizado *spray drying* (OTÁLORA et al., 2015), *freeze drying* (RAVICHANDRAN et al., 2014), gelificação iônica (SILVA DE AZEVEDO; ZAPATA NOREÑA, 2021) e emulsificação (KAIMAINEN et al., 2015).

A encapsulação de betalaínas de frutos de *pitaya* não foi abordada pela técnica de eletrofiação também chamada de *electrospinning*. Escassos são os trabalhos que descrevem a utilização Dessa técnica para encapsular betalaínas, um dos raros exemplos é o estudo de Amjadi et al. (2020) utilizou essa técnica para encapsular betanina comercial. De acordo com Castro-Enríquez et al., (2020), essa técnica pode garantir que esses pigmentos sejam encontrados no núcleo e não dispersos na matriz encapsulante, como ocorre na maioria das técnicas citadas anteriormente.

3.5.2. *Electrospinning*

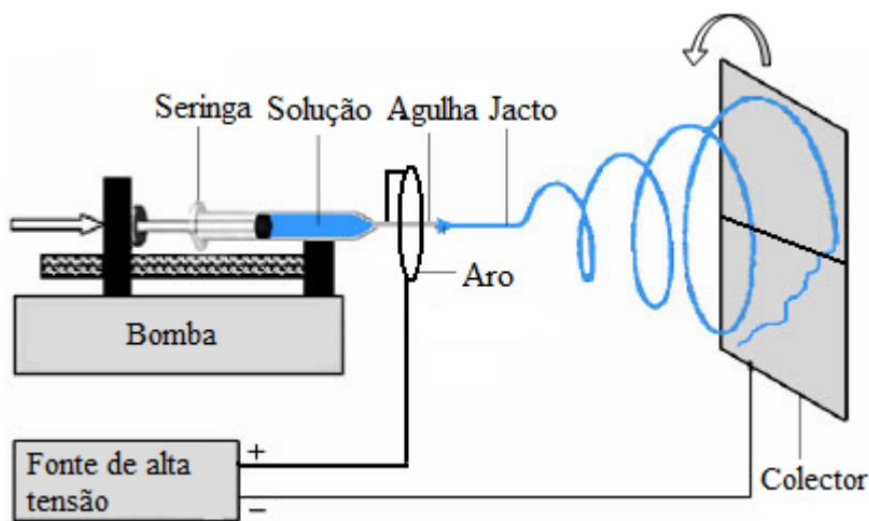
A técnica de *Electrospinning* ou eletrofiação é uma técnica que vem sendo utilizada como alternativa à encapsulação de compostos bioativos (LI et al., 2021). Trata-se de um processo eletro-hidrodinâmico (Lim et al., 2019).

A técnica não utiliza elevadas temperaturas (LI et al., 2021) e o solvente é totalmente evaporado no processo de obtenção dos materiais. Além disso, ela é referenciada como uma técnica de fácil execução (WEN et al., 2017), confiável, consistente, comercialmente viável (Kamsani et al., 2021) e de alto desempenho em comparação a outras técnicas.

O sistema que compõe o *Electrospinning* é formado por quatro dispositivos principais (Haider et al., 2018): uma fonte de alimentação de alta tensão (operada sob corrente contínua – DC), uma bomba de seringa para controle do fluxo de alimentação (mL/h) da solução polimérica, uma seringa (de vidro ou plástico) com agulha metálica para armazenar a solução e um coletor metálico. A agulha pode ser disposta vertical ou horizontalmente e o coletor é o alvo que irá receber

as fibras. Um exemplo de estação de *electrospinning* pode ser observado na Figura 2.

Figura 2 – Estação de *electrospinning*.



Fonte: Franco (2009).

A técnica consiste em utilizar forças eletrostáticas para elaborar fibras a partir de solução polimérica com o agente ativo. A mistura líquida é ejetada através da ponta de uma agulha, sob fluxo constante, por uma bomba de seringa (Ghorani & Tucker, 2015).

No processo de eletrofiação, uma solução polimérica contendo agente ativo e mantida por sua tensão superficial em uma seringa é submetida a forças eletrostáticas repulsivas mediante aplicação de um campo elétrico e uma carga elétrica na superfície da solução (DABIRIAN et al., 2011).

No momento em que o campo elétrico atinge um valor crítico, as forças elétricas repulsivas superam as forças de tensão superficial e, portanto, forma-se uma gota na ponta da agulha. Essa região transforma-se em um cone, conhecido como cone de Taylor (RAFIEI et al., 2013), e um jato instável da solução é ejetado sob fluxo constante em movimento de flexão assimétrico fazendo com que os materiais sejam rapidamente formados enquanto ocorre, em paralelo, a evaporação do solvente, fazendo com que os materiais alcancem o coletor sem qualquer resíduo de solvente (Haider et al., 2018; Hulupi & Haryadi, 2019).

Vários são os parâmetros que podem influenciar o processo e a partir desses é possível obter fibras com características diferenciadas como nanofibras

alinhas, frisadas, ocas, porosas, onduladas e espirais, além de estruturas como grade, fio e fibras torcidas. Essa variedade morfológica das fibras é resultante da instabilidade do jato da solução polimérica regida pelas interações eletrostáticas (BHAGURE; RAO, 2020; JIANG; ZHU, 2019; LIM; MENDES; CHRONAKIS, 2019b).

Essa instabilidade, que resulta dos aspectos reológicos da solução polimérica, é um fator determinante na formação das fibras (Ahmed *et al.*, 2015; Hulupi & Haryadi, 2019). As fibras obtidas pela técnica de *electrospinning* podem ser denominadas nanofibras, quando apresentam diâmetros de até 100 nm ou ainda fibras ultrafinas, microfibras ou fibras eletrofiadas quando apresentarem diâmetros com maiores valores (BHAGURE; RAO, 2020; CRAMARIUC *et al.*, 2013).

Com isso é possível obter materiais com diâmetros variando desde alguns nanômetros a até dezenas de microns (Hulupi & Haryadi, 2019; Lim *et al.*, 2019). Além disso, são obtidas com área de superfície superior (relações superfície-volume ou superfície-massa), elevada porosidade e de fácil utilização na fabricação de diferentes estruturas em comparação a fibras convencionais (Hulupi & Haryadi, 2019).

Fibras com estruturas distintas podem ser obtidas através de automatização de algumas propriedades, seja do polímero, solução polimérica e condições de processamento. Como propriedades do polímero temos a solubilidade, peso molecular, ponto de fusão, temperatura de transição vítrea e velocidade de cristalização; parâmetros intrínsecos da solução polimérica como características dielétricas, condutividade, concentração, viscosidade, viscoelasticidade, tensão superficial e volatilidade do solvente (Badhe e Balasubramanian, 2015; Ghorani & Tucker, 2015; Lim *et al.*, 2019).

As condições do processamento como fluxo de alimentação (mL/h), distância entre a ponta da agulha e o coletor (cm), tensão aplicada (kV), diâmetro da agulha (mm), composição e geometria do coletor (J.H. HE; Y. WU; N. PANG, 2005; KILIC; ORUC; DEMIR, 2008; OKUTAN; TERZI; ALTAY, 2014); e condições do ambiente de operação como temperatura (°C), umidade (%) e pressão atmosférica têm influência nas características dos materiais obtidos (Badhe & Balasubramanian, 2015; Ghorani & Tucker, 2015).

CAPÍTULO 1 – APLICAÇÃO DE “*DESIGN OF EXPERIMENTS*” EM PROCESSO DE EXTRAÇÃO ASSISTIDA POR ULTRASSOM DE BETACIANINAS DAS CASCAS DE PITAYA (*HYLOCEREUS POLYRHIZUS* E *HYLOCEREUS UNDATUS*)

1 INTRODUÇÃO

A pitaya (*Hylocereus* spp.) é uma cactácea encontrada em regiões tropicais e subtropicais da América do Norte, Central e do Sul (LE BELLEC; VAILLANT; IMBERT, 2006; ZHUANG; ZHANG; SUN, 2012). Sua adaptação em diferentes climas, fácil manejo, reduzido tempo para obtenção do fruto, em geral 30 dias após a antese, e custo benefício justificam seu cultivo em diferentes países, incluindo o Brasil.

O peso do fruto em sua maturidade fisiológica pode variar em média de 200 a 1000 g (ZEE et al., 2004). A polpa e as cascas podem ter diferentes colorações, dependendo da espécie. Além disso, possui inúmeras sementes distribuídas uniformemente na polpa. As cascas, que representam 33% do peso do fruto (TENORE; NOVELLINO; BASILE, 2012), são tratadas como subprodutos na indústria de alimentos (JAMILAH et al., 2011) e, após o consumo da polpa *in natura*, são descartadas como resíduo orgânico.

As cascas possuem betalaínas como principal pigmento. Estes compostos hidrossolúveis são restritos a algumas famílias de plantas da ordem *Caryophyllales* (AKBAR HUSSAIN; SADIQ; ZIA-UL-HAQ, 2018) e possuem o ácido betalâmico (4-(2-oxoetilideno)-1,2,3, ácido 4-tetrahidropiridina-2,6-dicarboxílico) como precursor biossintético (CASTRO-ENRÍQUEZ et al., 2020b; POLTURAK; AHARONI, 2018).

Na biossíntese de betalaínas o ácido betalâmico reage por conjugação com aminoácidos ou aminas para obter betaxantinas, de cor amarela, ou condensação com ciclo-DOPA (L-3,4-dihidroxi-fenilalanina), ou seus derivados de glicosil, para formar betacianinas com coloração variando do vermelho ao violeta (KHAN; GIRIDHAR, 2015; MOH ZIN; ANUCHA; BÁNVÖLGYI, 2020).

As betacianinas são os pigmentos majoritários presentes nas cascas dos frutos da espécie *H. polyrhizus* e *H. undatus*. A betacianina, pertencente a este

grupo, é a principal espécie química nas cascas de frutos de pitaya e, geralmente, é extraída da beterraba vermelha (*Beta vulgaris*) para ser utilizada como pigmento na indústria alimentícia. Este é denominado E-162 pela União Europeia (CHOO, 2019) e regulamentado pela *Food and Drug Administration* (ESATBEYOGLU et al., 2015).

A atividade antioxidante das betacianinas é considerada elevada, devido ao número de grupos hidroxila ($-OH$) ou imina ($RR'C=NH$), e a presença de agliconas, na estrutura molecular, permitirem uma maior atividade antioxidante, através da doação de elétrons, para estabilizar radicais livres (CAI; SUN; CORKE, 2003; LEE et al., 2014).

Alguns estudos envolvendo a extração de betacianinas das cascas de frutos de pitaya foram desenvolvidos. As técnicas de extração mais utilizadas foram maceração (PRIATNI; PRADITA, 2015) e solvente (PUTTHAWAN; PROMPANYA; PROMNET, 2022), e, em alguns casos, assistidas por micro-ondas (THIRUGNANASAMBANDHAM; SIVAKUMAR, 2017) e ultrassom (CARRERA et al., 2021).

Este último vem sendo utilizado como um método alternativo aos métodos tradicionais de extração de pigmentos e se adequa aos princípios ambientalistas (MARAN; PRIYA, 2016). Suas principais vantagens incluem reduzir o tempo de extração e o uso de solvente (s), aumentar o rendimento da extração, melhorar a qualidade dos compostos extraídos e ser de fácil adaptação em escala laboratorial e industrial (ALBAHARI et al., 2018; MARAN; PRIYA, 2016).

A extração assistida por ultrassom pode ser otimizada através de “*Desing of Experiment*” para se obter um modelo matemático preditivo, mediante avaliação de um conjunto de variáveis independentes ou fatores. Esse tipo de metodologia pode ser utilizado em conjunto com métodos multivariados permitindo a obtenção de informações que auxiliem em tomadas de decisões inerentes a processos na indústria de alimentos.

Este estudo teve como objetivo avaliar o potencial de utilização de cascas de *H. polyrhizus* e *H. undatus* para extração de betacianina através de ferramentas quimiométricas empregadas no processo de extração assistido por ultrassom e avaliar a cor, o conteúdo de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante dos extratos.

2 METODOLOGIA

2.1 Material

Frutos de pitaya de duas espécies provenientes de um pomar da região de Arroio Grande/RS, Brasil foram colhidos no ponto de maturação adequado ao consumo humano. As cascas da espécie *H. polyrhizus* apresentaram sólidos solúveis totais de $5,13 \pm 0,64$ °Brix, pH de $4,61 \pm 0,02$, acidez total titulável de $0,16 \pm 0,01$ g de ácido málico por cento e umidade de $89,09 \pm 0,22\%$. As cascas da *H. undatus* apresentaram sólidos solúveis totais de $3,12 \pm 0,32$ °Brix, pH de $4,35 \pm 0,08$, acidez total titulável de $0,16 \pm 0,04$ g de ácido málico/g de casca fresca e umidade de $91,89 \pm 1,30\%$. As análises das características das cascas dos frutos foram determinadas de acordo com os protocolos de *Official Methods of Analysis of Association of Official Agricultural Chemists (AOAC) International* (1997).

2.2 Desenho experimental

2.2.1 Triagem das variáveis independentes

Inicialmente, foi utilizado um planejamento fatorial completo (2^4) com dois níveis codificados (-1 e 1) para avaliar a importância de variáveis independentes na extração de equivalentes de betanina (EBT), variável dependente, das cascas de pitaya (*H. polyrhizus*) (Tabela 3) através dos softwares *Desing Expert* e *Octave*. As variáveis foram: volume de solução extratora (v) (10 e 40 mL), concentração de solução etanólica (EtOH) (15 e 90%), massa de amostra (m) (1 e 8 g) e tempo de sonicação (t) (5 e 30 min). Os EBT foram quantificados por espectrofotometria.

2.2.2 Otimização das condições de extração

Após a identificação das variáveis de maior importância, no processo de extração em estudo, foi elaborado um novo planejamento fatorial do tipo composto central rotacional (2^2) com pontos axiais (α) e ponto central (PC). As

variáveis experimentais EtOH (19, 25, 40, 55 e 61%) m (1,73, 2,25, 3,5, 4,75 e 5,27 g) identificadas como de maior importância foram testadas. As variáveis v e t foram fixadas em 20 mL e 15 min, respectivamente.

Os níveis codificados utilizados foram: -1 e 1 na região 2^2 , -1,41 e 1,41 na região estrela, e 0 no PC. Foram utilizados quatro α e três repetições autênticas no ponto central, totalizando 11 experimentos (Tabela 4). O número de experimentos (N) e os α foram estimados de acordo com as seguintes expressões matemáticas:

$$N = 2^k + 2^*k + PC \quad (1)$$

$$\alpha = \sqrt[4]{2^k} \quad (2)$$

Onde k é o número de variáveis estudadas.

Após o desenvolvimento do novo planejamento, em ordem aleatória, o conteúdo de EBT em cada extrato foi quantificado, conforme o item 4.4. Estes resultados foram avaliados por Análise de Variância (ANOVA) e o modelo preditivo foi obtido utilizando o *software Design Expert* de acordo com a seguinte expressão matemática:

$$y = \beta_0 + \sum_i \beta_i x_i + \varepsilon_i \quad (3)$$

Onde y é a resposta ou variável dependente, x_i a variável independente. β_0 e β_i são os parâmetros do modelo de regressão, ou coeficientes, e ε_i o erro determinado.

Após a identificação da condição experimental predita como região ótima de trabalho para extração de EBT, esta foi validada em triplicata, ou seja, foi realizada uma nova extração e quantificação para as cascas de *H. polyrhizus* e também *H. undatus*.

2.2.3 Caracterização dos extratos de casca de frutos de pitaya

Após localização do ponto ótimo de extração assistida por ultrassom, as EBT das cascas de frutos de pitaya foram extraídas e caracterizadas quanto aos parâmetros de cor, compostos fenólicos totais e atividade antioxidante.

2.3 Extração assistida por ultrassom

A extração foi desenvolvida seguindo a combinação das variáveis do planejamento experimental completo (Tabela 3) e os experimentos foram realizados ao abrigo da luz, em ordem aleatória. A amostra foi misturada com solução extratora preparada com diferentes concentrações de etanol em água (pH ajustado em 5,5), em tudo Falcon de 50 mL e exposta ao ultrassom em banho ultrassônico (UNIQUE, modelo USC-1400A, Brasil) que possui uma potência ultrassônica de 135 W RSM, frequência ultrassônica de 40 KHz, potência nominal de 70 W e frequência de 50/60 Hz. Uma vez que o extrato foi obtido, este foi filtrado através de bomba de vácuo.

Foi calculado a densidade de energia (DE), ou seja, o fornecimento de energia por unidade de volume, transferida para o sistema de cada extração (Tabela 3), conforme a expressão utilizada por Arruda et al. (2019):

$$DE \left(\frac{J}{mL} \right) = \frac{Pn \text{ (potência nominal em W)} * t \text{ (tempo de extração em s)}}{v \text{ (volume de amostra em mL)}} \quad (4)$$

A temperatura de extração no banho ultrassônico foi fixada em 50 ± 1 °C pois em estudo prévio na literatura científica foi verificado que as condições experimentais preditas como região ótima de trabalho para essa variável, em extração de betacianinas, são frequentemente relatadas entre 40 e 60 °C (BHAGYA RAJ; DASH, 2020; TABIO-GARCÍA et al., 2021). Em temperaturas superiores e sob aquecimento prolongado as betacianinas se decompõem em compostos glicosilados (HERBACH; STINTZING; CARLE, 2006).

A escolha da água e EtOH (Dinâmica, 99,5 % de pureza, Brasil) como solventes foi com base nos princípios ambientalistas, uma vez que oferecem

menor risco ao meio ambiente. Além disso, a eficiência destes solventes em processos de extração foi indicada como superior, quando comparada a outros solventes puros (FERNANDO et al., 2021).

Para se evitar possíveis perdas das betacianinas em processos de extração é comum o ajuste do pH da solução extratora para 5,5 pois nesse pH a estrutura química desses compostos é mais estável frente a modificações estruturais que podem resultar em degradação desses compostos (HERBACH; STINTZING; CARLE, 2006). Portanto, o pH da solução EtOH foi ajustado com ácido cítrico (Synth, pureza de 99,5%, Brasil) e hidróxido de sódio (Dinâmica, 98% de pureza, Brasil) 0,1 M (m/v), através de um potenciômetro digital de bancada com compensação automática de temperatura (KASVI, K39-1420A, Brasil) munido com eletrodo e sonda de temperatura (KASVI, K38-1301A, Brasil).

2.4 Quantificação de EBT por espectrofotometria

Após a extração, 200 µL de extrato foi analisado em espectrofotômetro UV-Vis de microplacas (Spectramax 190, Molecular Devices VR). Inicialmente, foi realizada uma varredura (380 a 750 nm) do extrato para identificação do comprimento de onda máximo ($\lambda_{\text{máx}} = 538 \text{ nm}$) dos compostos. A absorbância (A) obtida foi utilizada para quantificar EBT no extrato, conforme a seguinte expressão matemática:

$$EBT\left(\frac{mg}{100g \text{ de casca fresca}}\right) = \left(\frac{A*V*MM}{\varepsilon*l*m}\right) * 100000 \quad (5)$$

Onde V é o volume de solução, MM é a massa molecular da betanina (550,47 g/mol), ε é a absortividade molar (60000 L/mol*cm), l é o caminho ótico (0,6 cm), m a massa de amostra utilizada e 100000 é o fator de conversão para se expressar o resultado em $\frac{mg}{100g}$.

2.5 Efeitos e normalidade

Com os dados obtidos através do planejamento completo (Tabela 3) foram calculados os efeitos, as porcentagens e normalidade dos efeitos para cada variável (v, EtOH, m e t) e suas interações através da metodologia computacional descrita por Pereira; Pereira-Filho (2018) através do *software Octave*.

2.6 Análise de cor e pH dos extratos

Os parâmetros de cor (L^* , a^* , b^* , C^* e H^*) dos extratos obtidos após a validação foram determinados através do espaço de cor CIE $L^*a^*b^*$ e CIE $L^*C^*H^*$, a luz da *Commission Internationale de l'Eclairage* (CIE, 2004). Foi utilizado um colorímetro digital (KONICA MINOLTA, CR-400, Japão) acoplado a um acessório (KONICA MINOLTA, CR-A70, Japão) de medição de cor em líquidos, posicionado a 90° em relação a amostra.

Com os parâmetros obtidos foi calculada a diferença de cor (ΔE^*) e tonalidade (ΔH^*) entre os extratos. O extrato da espécie *H. polyrhizus* foi utilizado como padrão de comparação, uma vez que obteve maior conteúdo de EBT. As expressões matemáticas utilizadas para obter ΔE^* e ΔH^* foram:

$$\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

$$\Delta H^* = ((\Delta E^*)^2 - (\Delta L^*)^2 - (\Delta C^*)^2)^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

O pH dos extratos foi medido com um potenciômetro digital de bancada com compensação automática de temperatura (KASVI, K39-1420A, Brasil) munido com eletrodo e sonda de temperatura (KASVI, K38-1301A, Brasil), calibrado em solução tampão pH 7 e 4.

2.7 Quantificação de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

Após a etapa de validação, estes extratos foram utilizados para quantificação dos compostos fenólicos totais e foi avaliada sua atividade

antioxidante através dos métodos de eliminação dos radicais ABTS^{•+} (2,2'-azinobis-acid,3-ethylbenzthiazoline-6-sulfonic) (Sigma-Aldrich, pureza > 98%, CAS: 30931-67-0, USA) e DPPH[•] (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) (Sigma-Aldrich, CAS: 1898-66-4, Índia) em espectrofotômetro UV-Vis de microplacas (Spectramax 190, Molecular Devices VR).

Os compostos fenólicos totais foram quantificados conforme o método colorimétrico de Folin-Ciocalteu descrito por Waterhouse (2006) com algumas modificações. Portanto, 100 µL do extrato foi diluído com 155 µL de água destilada, em seguida adicionado de 15 µL de Folin Ciocalteu Fenol (Exodo Científica, Brasil) (1 M) (v/v) e acondicionada em ambiente escuro por 10 min, a 25 ± 1 °C. Após esse tempo foi adicionado 30 µL de carbonato de sódio (Synth, pureza > 99%, Brasil) (1 M) (m/v) e armazenado nas mesmas condições por 2 h. A leitura foi realizada a 725 nm.

Uma curva analítica de ácido gálico (Dinâmica, pureza de 98%, Brasil) foi elaborada para quantificação, com concentrações variando de 0,001 a 0,01 g de equivalentes de ácido gálico (AEG)/mL ($R^2 = 0,9933$), e o resultado foi expresso em mg de AEG/100g de casca fresca.

Para atividade antioxidante foi elaborada uma solução estoque do radical ABTS^{•+} (7 mM) (m/v). A solução de uso foi elaborada da seguinte forma: 5 mL de solução estoque ABTS^{•+} com 88 µL de persulfato de potássio (Impex, pureza de 99%, Brasil) (140 mM) (m/v), essa mistura foi acondicionada em ambiente escuro por 16 h, a 25 ± 1 °C. Após esse período, a solução de uso foi diluída até se obter uma absorbância de $0,70 \pm 0,05$ nm a 734 nm. Em sequência, 50 µL de extrato foi misturado com 250 µL da solução diluída e armazenada nas mesmas condições por 6 min. Uma curva analítica de Trolox (Sigma-Aldrich, pureza de 97%, CAS: 53188-07-1, Brasil) foi elaborada para quantificação, com concentrações variando de 0,00005 a 0,00055 mM de equivalentes de Trolox (ET)/mL ($R^2 = 0,9902$), e o resultado foi expresso em µM de ET/100g de casca fresca.

Para o método DPPH[•] (BRAND-WILLIAMS; CUVÉLIER; BERSET, 1995), uma solução estoque (0,24 mg/mL) foi preparada com metanol (Dinâmica, pureza de 99,9%, Brasil) e a solução de uso foi diluída no mesmo solvente até se obter uma absorbância de $1,10 \pm 0,02$ a 515 nm. Em sequência, 50 µL de extrato foi misturado com 250 µL da solução diluída e acondicionado em

ambiente escuro por 2 h, a 25 ± 1 °C. A leitura foi realizada em 515 nm, a quantificação foi através de curva analítica ($R^2 = 0,9902$), e o resultado foi expresso em μM de ET/g de casca fresca.

2.8 Tratamento estatístico

Os dados obtidos foram analisados através da ANOVA e os coeficientes de correlação de *Pearson* (r) foram calculados a 95% de significância ($p < 0,05$). O teste t de *student* foi calculado a 95% ($p < 0,05$) e 99% ($p < 0,01$) de significância. Os programas computacionais utilizados foram *Design Expert* (versão 6.0.4), *Octave* (versão 6.1.0) e *Statistica* (versão 7.0).

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Identificação das variáveis independentes significativas

Em extrações do tipo sólido-líquido a migração de compostos do sólido (amostra) para o líquido (solução extratora) é dependente das propriedades físico-químicas dos compostos e da solução extratora (LEFEBVRE; DESTANDAU; LESELLIER, 2021). No entanto, um fator a ser considerado em processos de extração sólido-líquido convencionais é o baixo acesso do solvente aos compostos, sendo necessário alguma técnica que auxilie no cisalhamento do sólido.

O ultrassom promove a transferência de energia para o sistema e ocasiona o fenômeno de cavitação acústica e hidrodinâmica, favorecendo o cisalhamento da célula vegetal e liberação de conteúdo intracelular. A transferência de calor e massa no sistema promove uma elevada temperatura e pressão intracelular, conferindo características industriais interessantes ao processo como extração dos compostos de interesse em menor tempo e maior eficiência (PINELA et al., 2019; ZHANG et al., 2017). Wen et al. (2018) destacam uma associação significativa entre cavitação e temperatura na extração de compostos bioativos. Portanto, a densidade de Energia (DE) fornecida ao sistema é um parâmetro relevante a ser considerado na extração assistida por

ultrassom, uma vez que influencia o conteúdo obtido dos analitos de interesse, pois há relação com as variáveis do presente estudo (v e t).

O planejamento fatorial completo (Tabela 3) foi utilizado para identificar entre as variáveis independentes (v , EtOH, m e t) qual a de maior importância no processo de extração assistida por ultrassom de EBT. Na extração de EBT a DE variou de 525 a 12600 J/mL (Tabela 3). A correlação entre a DE e o conteúdo de EBT extraídos foi negativa ($r_{(DE \text{ e } EBT)} = -0,20$), sugerindo que a combinação de v e t utilizadas nesse planejamento, em um dado momento, resultou em uma DE desfavorável ao processo e conseqüentemente reduziu o conteúdo de EBT extraído.

Tabela 3 – Planejamento fatorial completo para triagem das variáveis independentes.

Exp.	Variáveis independentes				DE ⁵ (J/mL)	Variável dependente
	v^1 (mL)	EtOH ² (%)	m^3 (g)	t^4 (min)		EBT ⁶ (mg/100g)
1	10	15	1	5	3150	1,84
2	40	15	1	5	525	5,82
3	10	90	1	5	2100	0,85
4	40	90	1	5	12600	1,73
5	10	15	8	5	2100	1,08
6	40	15	8	5	3150	1,12
7	10	90	8	5	2100	0,99
8	40	90	8	5	525	0,51
9	10	15	1	30	525	3,08
10	40	15	1	30	525	1,45
11	10	90	1	30	3150	0,71
12	40	90	1	30	3150	0,63
13	10	15	8	30	12600	1,56
14	40	15	8	30	2100	1,07
15	10	90	8	30	12600	1,05
16	40	90	8	30	12600	0,81

¹Volume de solução extratora. ²Concentração de solução etanólica. ³Massa de amostra. ⁴Tempo de sonicação. ⁵Densidade de energia. ⁶Equivalentes de betanina.

De acordo com Roriz et al. (2022) quando há energia fornecida em excesso para o sistema a integridade das moléculas alvo pode ser

comprometida. A exposição em excesso podem degradar os compostos, pois há um aumento de pressão e temperatura na região celular, promovido pelo intenso colapso de microbolhas oriundas da cavitação, comprometendo a eficiência do processo de extração (ARRUDA et al., 2019; NIPORNRAM et al., 2018).

Uma correlação nula entre o conteúdo de EBT e as variáveis v (10 e 40 mL) e t (5 e 30 min) foi observada, pois seus coeficientes foram próximos de zero ($r_{(v \text{ e EBT})} = 0,10$ e $r_{(t \text{ e EBT})} = -0,18$). Isso indica que os diferentes v e t utilizados nesse estudo não demonstraram influência significativa no conteúdo de EBT extraído.

Isso pode ter ocorrido em função do conteúdo de pectina presente na casca dos frutos (*H. polyrhizus*) (FERRERES et al., 2017), correspondendo a 20,34% (ZAIDEL et al., 2017), que pode ter dificultado a difusão dos compostos para o solvente e influenciado na transferência de massa (RAMLI; ISMAIL; RAHMAT, 2014; THIRUGNANASAMBANDHAM; SIVAKUMAR; PRAKASH MARAN, 2014). Isso também pode justificar a correlação negativa ($r_{(m \text{ e EBT})} = -0,39$) entre a variável m e o conteúdo de EBT extraído, indicando que o aumento de m diminuiu a extração do analito.

O mesmo comportamento foi observado para a variável EtOH ($r_{(\text{EtOH e EBT})} = -0,48$), i.e., o aumento de EtOH também reduziu o conteúdo de EBT extraído. Isso pode estar relacionado com a polaridade da solução extratora.

O momento de dipolo (μ) e as estruturas químicas das moléculas que compõem a solução extratora e a molécula alvo são consideradas em processos de extração, pois estas características podem definir o caráter polar ou apolar dos compostos e a eficiência do processo. De acordo com Xu et al. (2019), a polaridade da solução extratora é um fator importante a ser considerado na extração de compostos bioativos porque essa propriedade é vital para a capacidade de solubilização dos analitos.

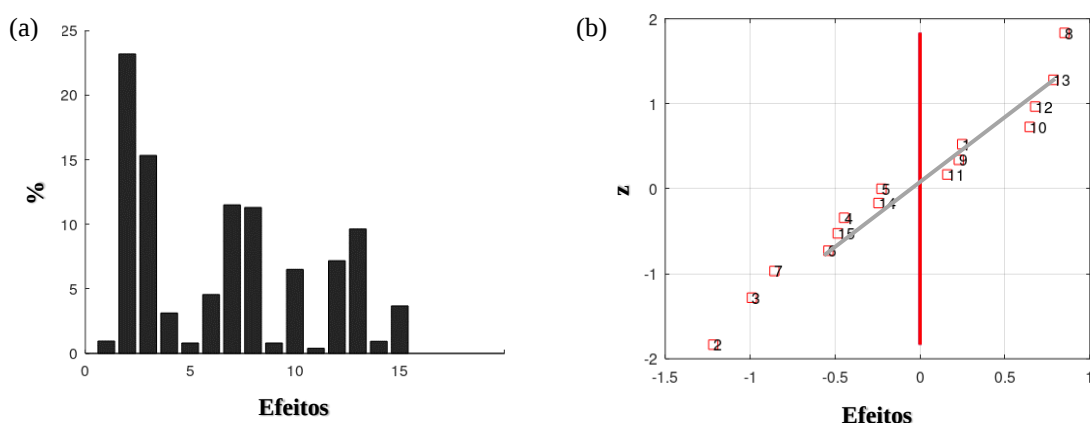
A água ($\mu = 1,85$) e o etanol ($\mu = 1,70$) são moléculas polares, uma vez que os μ são próximos. O etanol é composto por uma cadeia curta de dois carbonos e pelo grupo funcional $-\text{OH}$, resultando em uma forte ligação de hidrogênio entre a água e o álcool (MARTINS; LOPES; DE ANDRADE, 2013).

Portanto, o aumento de EtOH foi desfavorável ao processo de extração, sugerindo que as moléculas que compõem a solução extratora possuíam

reduzidos sítios de ligação disponíveis para a molécula alvo que pertence a um grupo de moléculas conhecidamente polares, as betalaínas.

Com base nos resultados do planejamento fatorial completo foi possível calcular quinze efeitos (Figura 3): quatro de primeira ordem (1 ao 4), seis de segunda ordem (5 ao 10), quatro de terceira ordem (11 ao 14) e um de quarta ordem (15).

Figura 3 – (a) Porcentagem e (b) normalidade dos efeitos das variáveis independentes sob as variáveis dependentes.



As variáveis de maior importância no processo de extração do analito são EtOH (2) e *m* (3) pois estas apresentaram os respectivos efeitos -1,22 (representa 23,20% das extrações) e -0,99 (representa 15,34% das extrações). Além disso, a interação dessas variáveis apresentou efeito 0,85 e representou 11,31% das extrações. Como esse efeito de interação foi positivo, isso indica que a combinação dessas variáveis foi favorável ao processo de extração.

As variáveis *v* (1) e *t* (4) não demonstraram efeito significativo na extração do analito nos níveis utilizados neste estudo. Como estes efeitos de primeira ordem (1 e 4) não foram significativos, suas interações (7, 9, 10, 11, 12, 13, 14 e 15) podem ser desconsideradas. Estas observações concordam com o gráfico de normalidade, pois os efeitos próximos de zero não são significativos. Uma vez que isso ocorre, as variáveis podem ser utilizadas em qualquer uma das condições testadas no estudo (GAMELA; COSTA; PEREIRA-FILHO, 2020). Portanto, para a etapa de otimização a variável *v* foi fixa em 20 mL e a variável *t* em 15 min.

O sinal negativo dos efeitos de primeira ordem significativos (2 e 3) sugerem que para se obter uma região ótima de trabalho na extração de EBT deste estudo as variáveis EtOH e m devem ser utilizadas em nível baixo.

3.2 Otimização do processo de extração

Através dos dados obtidos (Tabela 4) foi calculado um modelo linear de regressão, com significância em 95%. A ANOVA (Tabela 5) indicou que o modelo é significativo, o valor crítico $F_{2,8}$ (3,11) é menor que o F obtido (4,85), para extração de EBT. Os resíduos para o modelo podem ser considerados aleatórios.

Tabela 4 – Variáveis independentes e dependentes para otimização do processo de extração de EBT.

Exp.	Variáveis Independentes		Variável Dependente
	EtOH ¹ (%)	m^2 (g)	EBT ³ (mg/100g)
1	25	2,25	1,32
2	55	2,25	1,75
3	25	4,75	1,23
4	55	4,75	0,89
5	19	3,5	1,63
6	61	3,5	1,07
7	40	1,73	1,81
8	40	5,27	0,99
9	40	3,5	1,19
10	40	3,5	1,75
11	40	3,5	1,11

¹Concentração de solução etanólica. ²Massa de amostra. ³Equivalente de betanina.

O modelo apresenta falta de ajuste, o $F_{6,2}$ (19,33) é superior ao F obtido (0,36) e, portanto, os erros previstos pelo modelo se diferem dos erros experimentais. Apesar da falta de ajuste o modelo pode ser testado.

Com base na ANOVA (Tabela 5), observamos que apenas dois coeficientes (β_0 e β_2) foram significativos, em nível de 95% de significância, para se obter um modelo preditivo para extração do analito.

O coeficiente β_1 , que corresponde a variável EtOH, não foi significativo, sugerindo que as respectivas concentrações de etanol utilizadas nesse

planejamento não diferiram significativamente quanto ao conteúdo extraído do analito.

Tabela 5 – ANOVA para o modelo de regressão obtido para extração de EBT.

Fator	SQ ¹	GL ²	MQ ³	Valor F	Valor p
Regressão	0,62	2	0,31	4,85	0,0418
Resíduo	0,51	8	0,064		
Falta de ajuste	0,27	6	0,044	0,36	0,8572
Erro puro	0,24	2	0,12		

¹Soma quadrática. ²Graus de liberdade. ³Média quadrática. Valor crítico para regressão $F_{2,8} = 3,11$ e para falta de ajuste $F_{6,2} = 19,33$.

Sendo assim, utilizou-se apenas os coeficientes significativos e seus erros previstos para obter o seguinte modelo matemático preditivo:

$$EBT \left(\frac{mg}{100g} \right) = 1,350_{\pm 0,076} - 0,264_{\pm 0,089} * m$$

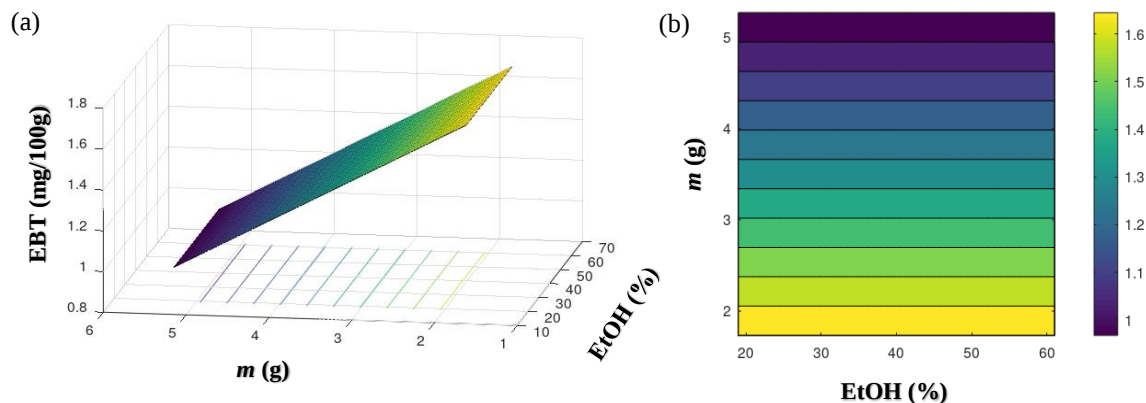
Os coeficientes significativos no modelo linear ilustram os efeitos das variáveis independentes. O efeito sob a resposta é representado pelos valores paramétricos, ou coeficientes, que, para fins de análise independem do sinal (ROCHA et al., 2020; RORIZ et al., 2022). Nesse sentido, apenas o β_0 (1,350) e o β_2 (0,264) foram significativos. O β_0 é o intercepto ou coeficiente linear do modelo de regressão e o β_2 é o coeficiente relacionado a quantidade de amostra (m).

A superfície e as curvas de contorno para extração de EBT (Figura 4) indicam que ao diminuir a massa de amostra o conteúdo extraído aumentou e que o inverso resultou na diminuição do analito extraído, possivelmente porque houve saturação do sistema, dificultando a extração do analito, concordando com o coeficiente de correlação ($r_{(m \text{ e EBT})} = -0,70$).

Para a variável EtOH, a superfície sugere que pode ser utilizado qualquer uma das concentrações utilizadas no presente estudo. Entretanto, a correlação negativa ($r_{(\text{EtOH e EBT})} = -0,23$) indica que uma menor concentração de EtOH

favorece a extração de EBT. Essas observações concordam com o que foi discutido acerca dos efeitos.

Figura 4 – Superfície de resposta (a) e curvas de contorno (b) para o modelo



Através da superfície de resposta e curvas de contorno foi possível obter a condição experimental predita como região ótima de trabalho. Analisando a superfície e com o apoio dos coeficientes de correlação, obteve-se a seguinte condição experimental: para extrair 1,83 mg de EBT/100g de casca fresca de frutos de pitaya pode ser utilizado 1,73 g de amostra e 19% de EtOH, com rendimento de aproximadamente 0,11%. As outras variáveis do processo de extração foram fixas em: v de 20 mL, t de 15 min, temperatura de 50 ± 1 °C e pH 5,5.

Esta condição experimental foi validada em laboratório e obtivemos $2,20 \pm 0,26$ mg de EBT/100g de casca fresca, rendimento de 0,13%, para a espécie *H. polyrhizus*, não diferindo significativamente do valor predito, conforme o teste t ($p < 0,01$). Também foi validada para a espécie *H. undatus*, onde obtivemos $1,82 \pm 0,11$ mg de EBT/100g de casca fresca, rendimento de 0,11%.

Alves; Monteiro; Pompeu (2018) obtiveram um modelo linear preditivo para o conteúdo de EBT através de um planejamento fatorial completo para extração sólido-líquido convencional, variando as proporções de ácido clorídrico (%), temperatura e etanol (%). Os valores de EBT obtidos variaram de 5,92 a 11,54 mg/100g utilizando 5 g de casca fresca (*H. polyrhizus*). Apesar do nosso resultado ter sido inferior, utilizamos apenas 1,73 g de amostra.

Outros estudos que utilizaram extrações convencionais como o de Rodriguez et al. (2016) utilizaram 400 g de amostra e 800 mL de etanol puro para extrair 30 mg de EBT/100g de casca fresca (*H. polyrhizus*). Priatni; Pradita (2015) extraíram 515,20 µg de EBT/100g de casca fresca (*H. polyrhizus*) utilizando 100 g de amostra, metanol puro (pH = 5,0) e maceração.

O resultado obtido no presente trabalho utilizou uma menor quantidade de amostra (1,73g) e concentração de etanol (19%), sugerindo que a metodologia de superfície de resposta associada com uma extração assistida por ultrassom possivelmente aumentou o conteúdo extraído. Corroborando com os estudos de Roriz et al. (2022) e Bhagya Raj; Dash (2020) que utilizaram esse tipo de metodologia e ultrassom para extrair betacianinas de casca de frutos de pitaya seca (*H. costaricensis* e *H. undatus*, respectivamente).

O uso de ultrassom em diferentes processos de extração de betacianinas foi indicada como de maior eficiência. A extração e quantificação de betalaínas foi realizada em outras matérias-primas, como 3,06 mg de betacianinas/g de polpa fresca de beterrada (*Beta vulgaris* L.) (FERNANDO et al., 2021), 97,48 mg de betacianinas/100g de massa seca de flores de amaranto (*Amaranthus hypochondriacus* var. Nutriso) (TABIO-GARCÍA et al., 2021), e em outros frutos de cactos como 41,54 mg de equivalentes de betalaínas totais/100g de *Opuntia ficus-indica* (PRAKASH MARAN; MANIKANDAN; MEKALA, 2013) e 10,06 mg de betalaínas totais/g de massa seca de *Opuntia stricta* var. Dilenii's (GÓMEZ-LÓPEZ et al., 2021).

3.3 Caracterização dos extratos de casca de frutos de pitaya

3.3.1 Cor dos extratos

Os parâmetros de cor (L^* , a^* , b^* , C^* e H^*) foram próximos para os dois extratos obtidos no processo de otimização (Tabela 6), e o H^* demonstrou diferença significativa entre os extratos (*H. polyrhizus* e *H. undatus*) conforme a ANOVA e o teste t ($p < 0,05$). Esses parâmetros são influenciados por temperatura em processamento térmico, tempo de tratamento e variações na escala de pH e estão intrinsecamente relacionados às betalaínas que podem sofrer alguma degradação e consequentemente modificar sua cor.

Tabela 6 – Parâmetros de cor dos extratos das cascas de frutos de pitaya (*H. polyrhizus* e *H. undatus*).

Variáveis independentes		Variáveis dependentes			
Extrato	L*	a*	b*	C*	H*
<i>H. polyrhizus</i>	32,11 ± 0,53	4,23 ± 0,82	9,49 ± 1,12	10,43 ± 0,79	65,75 ± 6,29
<i>H. undatus</i>	33,61 ± 0,24	2,72 ± 0,29	8,41 ± 0,58	8,84 ± 0,55	73,38 ± 3,99

Os extratos foram obtidos em processo de extração a 50 ± 1 °C por 15 min. Temperaturas elevadas favorecem a cor vermelha (a^* positivo) e diminuem a cor amarela (b^* positivo) (CEJUDO-BASTANTE et al., 2016; LOURITH; KANLAYAVATTANAKUL, 2013). As variações entre os valores de a^* ($4,23 \pm 0,82$ e $2,72 \pm 0,29$) para os dois extratos (*H. polyrhizus* e *H. undatus*, respectivamente) sugerem uma diferença de cor vermelha. Através do espaço de cor CIE $L^*C^*H^*$, os valores de luminosidade L^* ($32,11 \pm 0,53$ e $33,61 \pm 0,24$), intensidade da cor C^* ($10,43 \pm 0,79$ e $8,84 \pm 0,55$) e tipologia da cor H^* ($65,75 \pm 6,29$ e $73,38 \pm 3,99$) indicam que a cor dos extratos varia de laranja ao vermelho (Figura 6).

Wybraniec; Mizrahi (2005) relataram betacianinas descarboxiladas, monitoradas por LC-MS/MS, como produto de degradação por aquecimento de solução etanólica em extração de betacianinas da polpa de frutos de pitaya (*H. polyrhizus*), ocorrendo modificações de cor para laranja/vermelho.

Para extração de EBT a solução extratora teve seu pH ajustado em 5,5. As cascas dos frutos de *H. polyrhizus* e *H. undatus* possuíam pH $4,61 \pm 0,02$ e $4,35 \pm 0,08$, respectivamente, e seus extratos validados $5,37 \pm 0,04$ e $5,69 \pm 0,03$. De acordo com Cejudo-Bastante et al. (2016) o ajuste de pH resulta em diferenças significativas para C^* , porém, sem alterar L^* e H^* . Isso foi observado em nossos extratos (*H. polyrhizus* e *H. undatus*, respectivamente) para C^* ($10,43 \pm 0,79$ e $8,84 \pm 0,55$), L^* ($32,11 \pm 0,53$ e $33,61 \pm 0,24$) e H^* ($65,75 \pm 6,29$ e $73,38 \pm 3,99$).

Figura 5 – Extratos das cascas de (a) *H. polyrhizus* e (b) *H. undatus*.



Os valores de $\Delta E^* = 2,50 \pm 0,64$ e $\Delta H^* = 1,01 \pm 0,64$ evidenciam que há uma diferença de cor e tonalidade entre os extratos, respectivamente. Isso está relacionado com os diferentes valores de EBT presentes nos extratos, $2,20 \pm 0,26$ mg EBT/100g de casca fresca de *H. polyrhizus* e $1,82 \pm 0,11$ mg EBT/100g de casca fresca de *H. undatus*. E estão relacionados com os seus respectivos valores de pH $5,37 \pm 0,04$ e $5,69 \pm 0,03$.

3.3.2 Compostos fenólicos totais

Os fenólicos são metabólitos secundários de plantas e localizam-se no vacúolo de células vegetais. Eles possuem, em sua estrutura química, grupos doadores de elétrons nas posições “orto” e “para” do anel aromático, sendo responsáveis pela sua atividade antioxidante e sequestradora de radicais livres (SOM et al., 2019; VERZELLONI; TAGLIAZUCCHI; CONTE, 2007). Seu conteúdo disponível está intimamente relacionado com a atividade antioxidante de frutos (SHI et al., 2022; WANG et al., 2017).

Esses compostos estão presentes em maior quantidade na pitaya (*Hylocereus spp.*), se comparado às betacianinas (FERRERES et al., 2017). Foi demonstrado que as cascas de pitaya (*H. polyrhizus* e *H. undatus*) são uma fonte de compostos fenólicos (11,6 e 10,5 mg/g de casca seca, respectivamente) (TANG et al., 2021).

A quantificação de compostos fenólicos totais dos extratos, obtidos através da condição experimental predita para extração de EBT, revelou 11,03

$\pm 0,59$ e $10,35 \pm 0,41$ mg AEG/100g de casca fresca para *H. polyrhizus* e *H. undatus*, respectivamente.

Estes resultados foram superiores ao obtido por Alves; Monteiro; Pompeu (2018) que extraíram 9,10 mg AEG/100g de casca fresca de *H. polyrhizus* utilizando solução metanólica, tempo de extração de 5 min a 55 °C, e inferiores ao obtido por Uslu; Özcan (2021) que extraíram de 56,78 a 71,54 mg AEG/100g de cascas fresca de *H. undatus* utilizando solução metanólica, ultrassom sob vácuo (25 mbar, potência e frequência de 150 W e 35 KHz), tempo de extração de 5 a 30 min a 25 °C.

O conteúdo de compostos fenólicos presentes na matéria-prima é inerente ao seu desenvolvimento fisiológico, variando conforme a cultivar, estágio de maturação e condições de armazenamento pós-colheita (DING et al., 2001). Sua extração depende da natureza química da matéria-prima, do método de extração, tipos de solventes utilizados e presença de substâncias interferentes (STALIKAS, 2007). Além disso, sofre influência de características do processo de extração como polaridade e pH do solvente utilizado, temperatura e tempo de extração (DO et al., 2014; STALIKAS, 2007).

3.3.3 Atividade antioxidante

A atividade antioxidante dos extratos obtidos através da otimização foi testada quanto a eliminação dos radicais ABTS^{•+} e DPPH[•]. Os extratos de *H. polyrhizus* e *H. undatus* obtiveram os respectivos valores de $0,38 \pm 0,01$ µM de ET /100 g e $6,70 \pm 0,50$ µM de ET /g de casca fresca e $0,38 \pm 0,01$ µM de ET/100 g e $3,88 \pm 0,43$ µM de ET/g de casca fresca para os radicais ABTS^{•+} e DPPH[•].

A atividade antioxidante em ambos os extratos foi menor para o ensaio de ABTS em comparação com o DPPH. O radical ABTS^{•+} reage com compostos de natureza hidrofílica e lipofílica (NURUL; ASMAH, 2012) e o DPPH[•] reage com uma maior quantidade de compostos, desde que sejam solúveis em solventes orgânicos (WU et al., 2006).

Sendo assim, entende-se que o DPPH[•] foi mais seletivo na quantificação de compostos antioxidantes pelo solvente orgânico utilizado (19% etanol). Além disso, o pH da solução extratora foi ajustado em 5,5 e, conforme o discutido por Apak et al. (2004), em pH ácido os fenólicos, entre outras espécies químicas

presentes na amostra, liberam H^+ , suprimindo a atividade antioxidante desses compostos. Isso pode ter contribuído para a baixa atividade antioxidante em relação ao radical $ABTS^{•+}$.

Foi demonstrado que os fenólicos extraídos da polpa de frutos de pitaya (*H. costaricensis*) são os principais contribuintes para eliminação do radical $ABTS^{•+}$ (FIDRIANNY; ILHAM; HARTATI, 2017). Ramli; Ismail; Rahmat (2014) observaram uma alta correlação entre o conteúdo de fenólicos totais e atividade antioxidante para eliminação do radical $ABTS^{•+}$ em extrato de cascas de frutos de *H. polyrhizus*.

Conforme o discutido por Hsu; Chang; Shiau (2019), outra diferença entre os radicais $ABTS^{•+}$ e $DPPH^•$ pode ser observada em seus espectros de absorção nos respectivos $\lambda_{máx}$, de 414, 654, 754 e 815 nm e, 515 nm. Além disso, a sensibilidade entre esses métodos é diferente e pode estar relacionada com o tempo de incubação ou preparo do radical $ABTS^{•+}$, influenciando os resultados de atividade antioxidante.

Diferentes estudos atribuíram a atividade antioxidante em frutos de *Hylocereus* spp. aos grupos fenólicos e à presença de um grupo amina cíclico na estrutura do ácido betalâmico, presentes nas betacianinas. Esse (s) grupo (s) fenólico (s) livre (s), presente na unidade catecol das betacianinas, têm a capacidade de transferir átomos de hidrogênio para espécies químicas oxidantes (JIANG et al., 2021; KANNER; HAREL; GRANIT, 2001; PRIOR; WU; SCHAICH, 2005).

4 CONCLUSÃO

Através da aplicação de ferramentas quimiométricas foi possível otimizar o processo de extração de equivalentes de betanina das cascas *in natura* de frutos de pitaya (*H. polyrhizus*), onde obteve-se um modelo linear capaz de prever o conteúdo extraído. O processo de extração assistido por ultrassom apresentou-se promissor na extração de betanina, uma vez que a correlação entre a densidade de energia e o conteúdo extraído demonstrou baixa degradação dos compostos. A condição experimental predita também foi validada para as cascas de outra espécie (*H. undatus*). Os extratos obtidos após a validação demonstraram baixa variação de cor e tonalidade, e conteúdo de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante. Indicando que o modelo preditivo pode ser utilizado para as duas espécies de frutos de pitaya utilizadas neste estudo. Os valores obtidos para equivalentes de betanina e fenólicos totais sugerem que as cascas *in natura* podem ser utilizadas para extração de compostos bioativos, com possíveis aplicações na indústria, contribuindo para o reaproveitamento de resíduos orgânicos.

CAPÍTULO 2 – ENCAPSULAÇÃO DE BETACIANINA DA POLPA DE PITAYA (*HYLOCEREUS POLYRHIZUS*) EM FIBRAS ULTRAFINAS DE ZEÍNA

1 INTRODUÇÃO

As betalaínas são pigmentos naturais que podem ser utilizados na indústria de alimentos em substituição aos pigmentos sintéticos (RODRIGUEZ et al., 2016). Entretanto, sua baixa estabilidade frente a alguns agentes como temperaturas elevadas, exposição a luz e oxigênio limitam o seu uso em linhas de processamento na indústria alimentícia (FU et al., 2020; KHAN; GIRIDHAR, 2015).

De acordo com Castro-Enríquez et al., (2020), uma forma de melhorar sua estabilidade é através de tecnologias de encapsulação. O encapsulamento de compostos bioativos consiste em um processo no qual o agente bioativo é envolto por um material de parede de grau alimentício, onde pode conter frações individuais ou misturas de vários componentes para obter materiais com propriedades diferentes (MARCILLO-PARRA et al., 2021; SHISHIR et al., 2018).

A encapsulação de betacianinas extraídas de frutos de pitaya (*Hylocereus* spp.) não foi abordada pela técnica de eletrospiação também chamada de *electrospinning*. Escassos são os trabalhos que descrevem a utilização da técnica de *electrospinning* para encapsular betalaínas, um dos raros exemplos é o estudo de Amjadi et al. (2020) que utilizaram essa técnica para encapsular betanina comercial. De acordo com Castro-Enríquez et al., (2020), essa técnica pode garantir que esses pigmentos sejam encontrados no interior do material e não dispersos na matriz encapsulante, como ocorre em outras técnicas de encapsulação.

A técnica de *electrospinning* consiste em um processo eletrohidrodinâmico que utiliza um campo eletrostático de alta tensão para produzir um jato carregado de solução polimérica (PANAGIOTOPOULOU; PAPADAKI; KROKIDA, 2022; RAFIEI et al., 2013). Esse tipo de encapsulação permite a obtenção de materiais em escala micro e manométrica com elevada relação superfície-volume, favorecendo a liberação controlada de compostos bioativos (JACOBSEN et al., 2018).

Ela é uma alternativa promissora para o encapsulamento de moléculas bioativas sensíveis ao calor devido à ausência de aquecimento durante o processo de obtenção de fibras (MOHAMMADIAN et al., 2020; TAVASSOLI-KAFRANI; GOLI; FATHI, 2018). Além disso, outro aspecto operacional que caracteriza essa técnica como viável à indústria alimentícia é a total evaporação do solvente durante o processamento dos materiais (LIM; MENDES; CHRONAKIS, 2019b; OKUTAN; TERZI; ALTAY, 2014). Isso ocorre após a formação do cone de Taylor, onde um jato de solução instável é projetado dessa região, sob a influência de um campo elétrico, e à medida que os materiais são formados ocorre evaporação do solvente.

Um aspecto importante é a escolha do material de parede utilizado para encapsulação, pois este deve apresentar características físico-químicas interessantes à obtenção de materiais como baixa higroscopicidade, baixa viscosidade e baixo custo (WEN et al., 2017). A zeína, uma proteína do milho, vem sendo utilizada para encapsulação de diferentes compostos bioativos por apresentar essas características (KASAAI, 2018; SHUKLA; CHERYAN, 2001).

A zeína é considerada a principal proteína disponível no endosperma do milho e dependendo do cultivar pode variar de 44 a 79% das proteínas totais (GITERU; ALI; OEY, 2021; ZHANG et al., 2021). Ela é considerada uma prolamina devido ao seu elevado teor de aminoácidos hidrofóbicos como prolina e glutamina, sendo solúvel em etanol aquoso que é um solvente de baixo custo, baixa toxicidade, sustentável ao meio ambiente e vem sendo utilizado para obtenção de fibras por *electrospinning* (GITERU; ALI; OEY, 2021; SILVA et al., 2021).

Essa proteína é composta com diferentes frações que variam conforme o seu peso molecular. A α -zeína é a fração mais disponível comercialmente e normalmente é extraída com solução etanólica 70% (v/v). Suas características hidrofóbicas, digestibilidade mais lenta em relação a outras proteínas, e capacidade de formar complexos e/ou conjugados com outros compostos conferem a essa proteína características interessantes para a produção de micro e nanoestruturas (NONTANUM; LEE; PADUA, 2013; SHUKLA; CHERYAN, 2001; ZHANG et al., 2021).

A zeína é permitida em formulações alimentícias e pode ser destinada a elaboração de materiais e revestimentos em contato com alimentos, conforme a

Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) N° 326 de 2019 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) (BRASIL, 2019).

Com base nessas informações, o objetivo desse trabalho foi encapsular betacianina extraída da polpa de pitaya (*H. polyrhizus*) por *electrospinning*, utilizando zeína como material de parede.

2 METODOLOGIA

2.1 Material

Frutos de pitaya da espécie *H. polyrhizus* provenientes de um pomar da região de Arroio Grande/RS, Brasil foram colhidos no ponto de maturação adequado ao consumo. A polpa dos frutos foi separada da casca e homogeneizada sem o rompimento das sementes. As características da polpa homogênea apresentaram sólidos solúveis totais de $10,57 \pm 0,06$ °Brix, pH 4,66 $\pm 0,01$, acidez total titulável de $0,29 \pm 0,01$ g de ácido málico por cento e umidade de $85,97 \pm 0,17\%$. As análises das características da polpa dos frutos foram determinadas de acordo com os protocolos de *Official Methods of Analysis of Association of Official Agricultural Chemists (AOAC) International* (1997).

2.2 Extração de EBT da polpa de frutos de pitaya

Para extração, 1 g de polpa homogênea foi misturada com 43,5 mL de água destilada (pH ajustado em 5,5) em tubo Falcon de 50 mL e exposta ao ultrassom, em ambiente escuro, por 30 min a $50 \pm 1^\circ\text{C}$ em banho ultrassônico (UNIQUE, modelo USC-1400A, Brasil) que possui uma potência ultrassônica de 135 W RSM, frequência ultrassônica de 40 KHz, potência nominal de 70 W e frequência de 50/60 Hz. Uma vez que o extrato foi obtido, este foi filtrado através de bomba de vácuo.

2.3 Quantificação de EBT por espectrofotometria

Após a extração, 200 μL de extrato foi analisado em espectrofotômetro UV-Vis de microplacas (Spectramax 190, Molecular Devices VR). A absorbância

(A) foi obtida em $\lambda_{\text{máx}} = 538 \text{ nm}$ e foi utilizada para quantificar EBT no extrato, conforme a seguinte expressão matemática:

$$EBT\left(\frac{mg}{100g \text{ de polpa fresca}}\right) = \left(\frac{A*V*MM}{\varepsilon*l*m}\right) * 100000 \quad (2)$$

Onde V é o volume de solução, MM é a massa molecular da betanina (550,47 g/mol), ε é a absorvidade molar (60000 L/mol*cm), l é o caminho ótico (0,6 cm), m a massa de amostra utilizada e 100000 é o fator de conversão para se expressar o resultado em $\frac{mg}{100g}$.

2.4 Quantificação de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

O extrato foi utilizado para quantificação dos compostos fenólicos totais e foi avaliado sua atividade antioxidante através dos métodos de eliminação dos radicais $ABTS^{+ \cdot}$ (2,2'-azinobis-acid,3-ethylbenzthiazoline-6-sulfonic) (Sigma-Aldrich, pureza > 98%, CAS: 30931-67-0, USA) e $DPPH^{\cdot}$ (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) (Sigma-Aldrich, CAS: 1898-66-4, Índia) em espectrofotômetro UV-Vis de microplacas (Spectramax 190, Molecular Devices VR).

Os compostos fenólicos totais foram quantificados conforme o método colorimétrico de Folin-Ciocalteu descrito por Waterhouse (2006) com algumas modificações. Portanto, 100 μL do extrato foi diluído com 155 μL de água destilada, em seguida adicionado de 15 μL de Folin Ciocalteu Fenol (Exodo Científica, Brasil) (1 M) (v/v) e acondicionada em ambiente escuro por 10 min, a $25 \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Após esse tempo foi adicionado 30 μL de carbonato de sódio (Synth, pureza > 99%, Brasil) (1 M) (m/v) e armazenado nas mesmas condições por 2 h. A leitura foi realizada a 725 nm.

Uma curva analítica de ácido gálico (Dinâmica, pureza de 98%, Brasil) foi elaborada para quantificação, com concentrações variando de 0,001 a 0,01 g de equivalentes de ácido gálico (AEG)/mL ($R^2 = 0,9933$), e o resultado foi expresso em mg de AEG/100g de casca fresca.

Para atividade antioxidante foi elaborada uma solução estoque do radical $ABTS^{+ \cdot}$ (7 mM) (m/v). A solução de uso foi elaborada da seguinte forma: 5 mL de solução estoque $ABTS^{+ \cdot}$ com 88 μL de persulfato de potássio (Impex, pureza

de 99%, Brasil) (140 mM) (m/v), essa mistura foi acondicionada em ambiente escuro por 16 h, a 25 ± 1 °C. Após esse período, a solução de uso foi diluída até se obter uma absorbância de $0,70 \pm 0,05$ nm a 734 nm. Em sequência, 20 µL de extrato foi misturado com 280 µL da solução diluída e armazenada nas mesmas condições por 6 min. Uma curva analítica de Trolox (Sigma-Aldrich, pureza de 97%, CAS: 53188-07-1, Brasil) foi elaborada para quantificação, com concentrações variando de 0,00005 a 0,00055 mM de equivalentes de Trolox (ET)/mL ($R^2 = 0,9902$), e o resultado foi expresso em µM de ET/100g de casca fresca.

Para o método DPPH, uma solução estoque (0,24 mg/mL) foi preparada com metanol (Dinâmica, pureza de 99,9%, Brasil) e a solução de uso foi diluída no mesmo solvente até se obter uma absorbância de $1,10 \pm 0,02$ a 515 nm. Em sequência, 50 µL de extrato foi misturado com 250 µL da solução diluída e acondicionado em ambiente escuro por 2 h, a 25 ± 1 °C. A leitura foi realizada em 515 nm, a quantificação foi através de curva analítica ($R^2 = 0,9902$), e o resultado foi expresso em µM de ET/g de casca fresca.

2.5 Encapsulação de EBT por *electrospinning*

Soluções de zeína (Sigma-Aldrich, China) a 30% (m/v) diluída em etanol (Dinâmica, 99,5 % de pureza, Brasil) 70% (v/v) foram preparadas sob agitação por 15 min. Em sequência foi adicionado 5, 10, 15, 20, 25, 30 e 35% de EBT, seco previamente em liofilizador. As porcentagens de EBT utilizadas foram calculadas em relação ao peso de zeína utilizado, e mantido sob agitação constante, em ambiente escuro, por 1 h e 30 min.

Após esse tempo, a solução foi disposta em uma seringa de plástico de 3 mL contendo uma agulha de aço inoxidável (0,8 mm), acoplada a uma bomba de infusão para controle do fluxo de alimentação (1 mL/h). Um eletrodo positivo foi posicionado diretamente na agulha e um eletrodo negativo no coletor metálico para aplicação de uma tensão de 16 kV para gerar um campo elétrico. A seringa foi orientada horizontalmente a 15 cm de distância do coletor metálico onde as fibras foram coletadas. Essas condições experimentais foram definidas mediante testes experimentais preliminares temperatura ambiente de 18 ± 1 °C e $40 \pm 3\%$ de UR.

2.6 Análise morfológica das fibras

A morfologia superficial das fibras encapsuladas com extrato de EBT foi determinada através de um microscópio eletrônico de varredura JSM6610LV (Jeol) (MEV). As amostras foram metalizadas através de metalizador de ouro (Deton Vacuum, Desk V, Moorestown NJ) com uma corrente de 20 mA, por 120 s, a voltagem de aceleração utilizada foi de 10 keV, a faixa de magnitude para obtenção das micrografias variou de 1000 a 5000 vezes.

O diâmetro médio das fibras foi obtido através das micrografias, onde foram medidos 60 seguimentos transversais ao acaso, de diferentes fibras, através do *software ImageJ* (versão 1.8.0_172).

2.7 Análise de dados

As análises foram realizadas em triplicata, exceto MEV, e os resultados expressos pela média e o desvio padrão. Foi utilizado os *softwares ImageJ* (versão 1.8.0_172) e *Statistica* (versão 7.0).

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 EBT, compostos fenólicos totais e atividade antioxidante

Betacianinas e compostos fenólicos fazem parte do metabolismo secundário da pitaya (ESATBEYOGLU et al., 2015; POLTURAK; AHARONI, 2018). Esses compostos desempenham atividade antioxidante, principalmente, devido a presença de grupos –OH disponíveis em sua estrutura química capazes de estabilizar radicais livres.

O extrato continha $22,50 \pm 1,21$ mg de EBT/100g de polpa fresca. Nosso achado corrobora com o resultado de Arivalagan et al. (2021) que obtiveram entre 14,4 e 23 mg de EBT/100 g de polpa fresca de *H. polyrhizus* utilizando solução etanólica 80% (v/v) e ultrassom por 30 min a 60 °C, no abrigo de luz.

Para os fenólicos foi obtido $29,80 \pm 0,79$ mg de EAG/100 g de polpa fresca. Este resultado foi superior a 16,66 e 17,11 mg EAG/ 100 g de polpa fresca de *H. undatus* e *H. polyrhizus*, respectivamente, extraído com 30% de acetona

(ATTAR et al., 2022). Também foi superior a 10,6 mg de EAG/100 g de polpa fresca (*H. undatus*) e inferior a 42,6 mg de EAG/100 g de polpa fresca (*H. polyrhizus*) extraídos com solução metanólica por Angonese et al. (2021). Arivalagan et al. (2021) obtiveram 25 e 55 mg de EAG/100g de polpa fresca para *H. undatus* e *H. polyrhizus*, respectivamente, utilizando solução etanólica a 80% (v/v).

A atividade de eliminação do radical ABTS^{•+} foi $2,01 \pm 0,20 \mu\text{M}$ de ET/100 g de polpa fresca. Essa baixa atividade antioxidante pode estar relacionada ao pH do meio. De acordo com Apak et al. (2004), em pH ácido os compostos fenólicos, e outros compostos presentes na amostra, liberam H⁺, suprimindo sua atividade antioxidante. Como a solução extratora teve seu pH ajustado em 5,5 isso pode ter contribuído para a baixa atividade antioxidante em relação ao radical ABTS^{•+}.

Foi obtido $18,94 \pm 0,50 \mu\text{M}$ de ET/g de polpa fresca para o radical DPPH[•]. Este método é utilizado para avaliar o potencial do extrato em transferir átomos de H⁺ ou um único elétron, ou ainda em transferir elétrons com perda sequencial de prótons para estabilizar o radical (ANGONESE et al., 2021). A elevada atividade antioxidante obtida pode ser devido a capacidade do radical DPPH[•] reagir com uma maior quantidade de compostos presentes na amostra, desde que sejam solúveis em solventes orgânicos (WU et al., 2006).

3.2 Morfologia e distribuição de tamanho das fibras

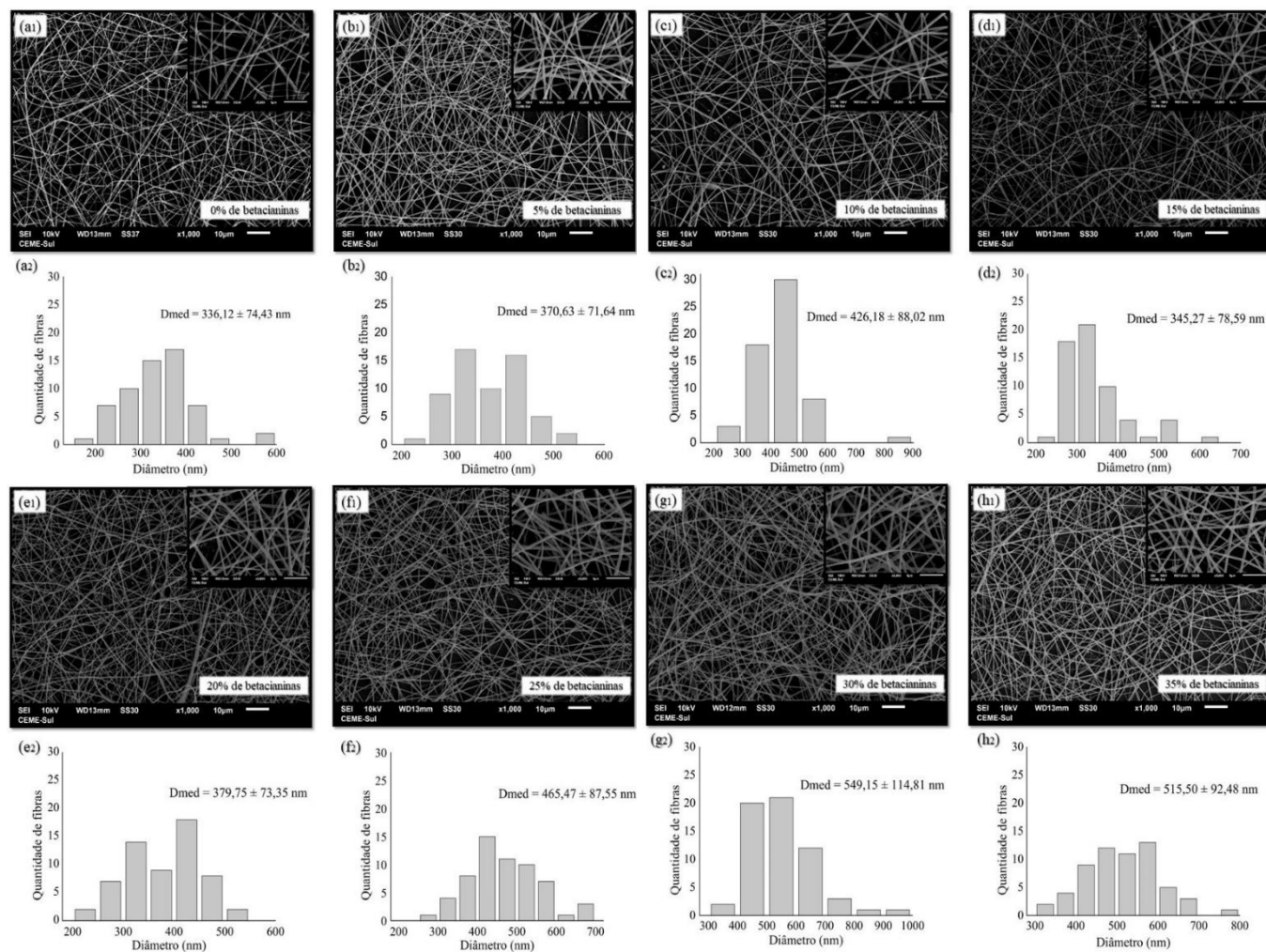
As fibras de zeína e EBT foram observadas por MEV para obtenção de micrografias para caracterização morfológica e distribuição de tamanho (figura 6). As fibras apresentaram morfologia homogênea, cilíndrica e contínua, ausente de *beads*, indicando que a incorporação de EBT não ocasionou anomalias em sua morfologia. Este resultado corrobora com o observado por Amjadi et al. (2020) que incorporou betanina comercial e nanopartículas de dióxido de titânio (TiO₂) em fibras de zeína e alginato.

Os diâmetros médios (D_{med}) das fibras aumentaram conforme aumentou a concentração de EBT, variando de $370,63 \pm 71,64 \text{ nm}$ (5% de EBT) a $549,15 \pm 114,81 \text{ nm}$ (30% de EBT). Isso pode estar relacionado a uma redução na condutividade elétrica da solução, reduzindo o alongamento do jato de solução

polimérica (LIM; MENDES; CHRONAKIS, 2019b; VAFANIA; FATHI; SOLEIMANIAN-ZAD, 2019). O aumento do D_{med} também foi observado em diferentes estudos pela adição de óleo essencial de tomilho em fibras de zeína (variando de $195,0 \pm 32,1$ a $402,3 \pm 26,6$ nm) (ANSARIFAR; MORADINEZHAD, 2022) e extrato de tomate em fibras de gelatina (variando de $129 \pm 25,9$ a $230,3 \pm 41,6$ nm) (İNANÇ HORUZ; BELIBAĞLI, 2018).

Apenas as fibras encapsuladas a 30% de EBT diferiam significativamente ($p < 0,05$) quanto ao D_{med} das fibras ausentes de EBT (0%). Isso sugere que as fibras podem ter carregado baixo conteúdo de EBT, uma vez que o tamanho desses materiais está diretamente relacionado a sua capacidade e eficiência em abrigar compostos bioativos (ANU BHUSHANI; ANANDHARAMAKRISHNAN, 2014).

Figura 6 – Micrografias de fibras de zeína encapsuladas com EBT (0, 5, 10, 15, 20, 25, 30 e 35%), sua distribuição de tamanho e diâmetro médio (D_{med}).



4 CONCLUSÃO

O extrato obtido da polpa de frutos de pitaya (*H. polyrhizus*) *in natura* obteve baixa atividade de eliminação do radical ABTS^{•+} e elevada atividade de eliminação do radical DPPH[•], sugerindo que a polpa possui atividade antioxidante. Foi possível encapsular o extrato, contendo equivalentes de betanina, de 5 a 35%, em fibras ultrafinas de zeína através da técnica de *electrospinning*. Portanto, essa técnica pode potencializar o uso de betanina na indústria de alimentos. Esses resultados podem servir de base para outros estudos com bioativos da mesma classe de compostos.

4 CONCLUSÃO GERAL

Através da aplicação de ferramentas quimiométricas foi possível obter um modelo matemático preditivo para extração assistida por ultrassom de betacianinas das cascas de duas espécies de frutos de pitaya (*Hylocereus polyrhizus* e *Hylocereus undatus*) *in natura*. O conteúdo de betacianinas, fenólicos totais, atividade de eliminação dos radicais ABTS^{•+} e DPPH dos extratos foi superior quando extraído da polpa do fruto (*Hylocereus polyrhizus*), se comparado ao conteúdo obtido através da otimização utilizando as cascas. Diferentes concentrações de betacianinas extraídas da polpa foram encapsuladas em fibras ultrafinas de zeína pela técnica de *electrospinning*.

REFERÊNCIAS

- ABREU, W. C. DE et al. Características físico-químicas e atividade antioxidante total de pitaias vermelha e branca. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 71, n. 4, p. 656–661, 1 dez. 2012.
- AHMED, F. E.; LALIA, B. S.; HASHAIKEH, R. A review on electrospinning for membrane fabrication: Challenges and applications. **Desalination**, v. 356, p. 15–30, 2015.
- AKBAR HUSSAIN, E.; SADIQ, Z.; ZIA-UL-HAQ, M. Sources of Betalains. In: **Betalains: Biomolecular Aspects**. [s.l.] Springer, Cham, 2018. p. 15–32.
- ALBAHARI, P. et al. Characterization of olive pomace extract obtained by cyclodextrin-enhanced pulsed ultrasound assisted extraction. **LWT - Food Science and Technology**, v. 92, p. 22–31, 1 jun. 2018.
- ALVARADO GAONA, Á. et al. Revista Digital Espacio I+D. <https://www.espacioimasd.unach.mx/>, v. 4, n. 9, p. 155–170, 23 out. 2015.
- ALVES, A. C. B.; MONTEIRO, L. B.; POMPEU, D. R. Otimização da extração sólido-líquido de compostos fenólicos totais e betalaínas da casca de frutos de pitaya (*Hylocereus polyrhizus*). **Revista brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 12, n. 1, p. 2556–2577, 2018.
- AMJADI, S. et al. Preparation and characterization of TiO₂NPs and betanin loaded zein/sodium alginate nanofibers. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 24, p. 100504, 1 jun. 2020.
- ANGONESE, M. et al. Organic dragon fruits (*Hylocereus undatus* and *Hylocereus polyrhizus*) grown at the same edaphoclimatic conditions: Comparison of phenolic and organic acids profiles and antioxidant activities. **LWT**, v. 149, p. 111924, 1 set. 2021.
- ANSARIFAR, E.; MORADINEZHAD, F. Encapsulation of thyme essential oil using electrospun zein fiber for strawberry preservation. **Chem. Biol. Technol. Agric**, v. 9, n. 2, 2022.
- ANU BHUSHANI, J.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Electrospinning and electrospraying techniques: Potential food based applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 38, n. 1, p. 21–33, 1 jul. 2014.
- APAK, R. et al. Novel Total Antioxidant Capacity Index for Dietary Polyphenols and Vitamins C and E, Using Their Cupric Ion Reducing Capability in the

Presence of Neocuproine: CUPRAC Method. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, n. 26, p. 7970–7981, 29 dez. 2004.

ARIVALAGAN, M. et al. Biochemical and nutritional characterization of dragon fruit (*Hylocereus* species). **Food Chemistry**, v. 353, 15 ago. 2021.

ARRUDA, H. S. et al. Effects of high-intensity ultrasound process parameters on the phenolic compounds recovery from araticum peel. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 50, p. 82–95, 1 jan. 2019.

ATTAR, Ş. H. et al. Nutritional Analysis of Red-Purple and White-Fleshed Pitaya (*Hylocereus*) Species. **Molecules** **2022**, Vol. 27, Page 808, v. 27, n. 3, p. 808, 26 jan. 2022.

AZMIR, J. et al. Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 426–436, 1 ago. 2013.

BADHE, Y.; BALASUBRAMANIAN, K. Nanoencapsulated Core and Shell Electrospun Fibers of Resorcinol Formaldehyde. 2015.

BHAGURE, S. S.; RAO, D. A. R. A Review: Electrospinning and Electrospinning Nanofibre Technology, Process & Application. **International Journal of Innovative Science and Research Technology**, v. 5, n. 6, p. 528–538, 2020.

BHAGYA RAJ, G. V. S.; DASH, K. K. Ultrasound-assisted extraction of phytochemicals from dragon fruit peel: Optimization, kinetics and thermodynamic studies. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 68, p. 105180, 1 nov. 2020.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25–30, 1 jan. 1995.

CAI, Y.; SUN, M.; CORKE, H. Antioxidant Activity of Betalains from Plants of the Amaranthaceae. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 8, p. 2288–2294, 9 abr. 2003.

CARDOSO-UGARTE, G. A. et al. Microwave-assisted extraction of betalains from red beet (*Beta vulgaris*). **LWT - Food Science and Technology**, v. 59, n. 1, p. 276–282, 1 nov. 2014.

CARRERA, C. et al. Optimization by Means of Chemometric Tools of an Ultrasound-Assisted Method for the Extraction of Betacyanins from Red Dragon Fruit (*Hylocereus polyrhizus*). **Agronomy** **2021**, Vol. 11, Page 1053, v. 11, n. 6,

p. 1053, 24 maio 2021.

CASTRO-ENRÍQUEZ, D. D. et al. **Stabilization of betalains by encapsulation—a review** *Journal of Food Science and Technology*, 2020a. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s13197-019-04120-x>>. Acesso em: 27 jul. 2022

CASTRO-ENRÍQUEZ, D. D. et al. Stabilization of betalains by encapsulation—a review. *Journal of Food Science and Technology*, v. 57, n. 5, p. 1587–1600, 1 maio 2020b.

CEJUDO-BASTANTE, M. J. et al. Impact of pH and temperature on the colour and betalain content of Colombian yellow pitaya peel (*Selenicereus megalanthus*). *Journal of Food Science and Technology*, v. 53, n. 5, p. 2405–2413, 1 maio 2016.

CHOO, W. S. Betalains: Application in Functional Foods. In: **Reference Series in Phytochemistry**. [s.l.] Springer, Cham, 2019. p. 1471–1498.

CRAMARIUC, B. et al. Fiber diameter in electrospinning process. *Journal of Electrostatics*, v. 71, n. 3, p. 189–198, 1 jun. 2013.

DABIRIAN, F. et al. A comparative study of jet formation and nanofiber alignment in electrospinning and electrocentrifugal spinning systems. *Journal of Electrostatics*, v. 69, n. 6, p. 540–546, 2011.

DE MELLO, F. R. et al. Antioxidant properties, quantification and stability of betalains from pitaya (*Hylocereus undatus*) peel. *Ciência Rural*, v. 45, n. 2, p. 323–328, 21 out. 2014.

DE MOURA, S. C. S. R. et al. Release of anthocyanins from the hibiscus extract encapsulated by ionic gelation and application of microparticles in jelly candy. *Food Research International*, v. 121, p. 542–552, 1 jul. 2019.

DE OLIVEIRA, W. Q. et al. Complex coacervates of cashew gum and gelatin as carriers of green coffee oil: The effect of microcapsule application on the rheological and sensorial quality of a fruit juice. *Food Research International*, v. 131, p. 109047, 1 maio 2020.

DIAS, D. R. et al. Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional foods. *Current Opinion in Food Science*, v. 13, p. 31–37, 1 fev. 2017.

DING, C.-K. et al. Metabolism of Phenolic Compounds during Loquat Fruit Development. 2001.

DO, Q. D. et al. Effect of extraction solvent on total phenol content, total

flavonoid content, and antioxidant activity of *Limnophila aromatica*. **Journal of Food and Drug Analysis**, v. 22, n. 3, p. 296–302, 1 set. 2014.

DOS SANTOS, C. D. et al. Effect of thermal and high pressure processing on stability of betalain extracted from red beet stalks. **Journal of Food Science and Technology**, v. 55, n. 2, p. 568–577, 1 fev. 2018.

ESATBEYOGLU, T. et al. Betanin—A food colorant with biological activity. **Molecular Nutrition & Food Research**, v. 59, n. 1, p. 36–47, 1 jan. 2015.

ESCLAPEZ, M. D. et al. Ultrasound-Assisted Extraction of Natural Products. **Food Engineering Reviews**, v. 3, n. 2, p. 108–120, 3 jun. 2011.

ESQUIVEL, P. Los frutos de las cactáceas y su potencial como materia prima. **Agronomía Mesoamericana**, v. 15, n. 2, p. 215–219, 2004.

FATHORDOOBADY, F. et al. Effect of solvent type and ratio on betacyanins and antioxidant activity of extracts from *Hylocereus polyrhizus* flesh and peel by supercritical fluid extraction and solvent extraction. **Food Chemistry**, v. 202, p. 70–80, 1 jul. 2016.

FERNANDO, G. S. N. et al. Application of an Ultrasound-Assisted Extraction Method to Recover Betalains and Polyphenols from Red Beetroot Waste. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, v. 9, n. 26, p. 8736–8747, 5 jul. 2021.

FERRERES, F. et al. Optimization of the recovery of high-value compounds from pitaya fruit by-products using microwave-assisted extraction. **Food Chemistry**, v. 230, p. 463–474, 2017.

FIDRIANNY, I.; ILHAM, N.; HARTATI, R. ANTIOXIDANT PROFILE AND PHYTOCHEMICAL CONTENT OF DIFFERENT PARTS OF SUPER RED DRAGON FRUIT (*HYLOCEREUS COSTARICENSIS*) COLLECTED FROM WEST JAVA-INDONESIA. **Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research**, v. 10, n. 12, p. 290–294, 1 dez. 2017.

FRANCO, P. **Mestrado em Biotecnologia I Produção de Fibras de Hidroxiapatite por Electrofiação**. [s.l.: s.n.].

FU, Y. et al. Red Beetroot Betalains: Perspectives on Extraction, Processing, and Potential Health Benefits. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 68, n. 42, p. 11595–11611, 21 out. 2020.

GAMELA, R. R.; COSTA, V. C.; PEREIRA-FILHO, E. R. Multivariate Optimization of Ultrasound-Assisted Extraction Procedure for the Determination

of Ca, Fe, K, Mg, Mn, P, and Zn in Pepper Samples by ICP OES. **Food Analytical Methods**, v. 13, n. 1, p. 69–77, 2020.

GENGATHARAN, A.; DYKES, G. A.; CHOO, W. S. Stability of betacyanin from red pitahaya (*Hylocereus polyrhizus*) and its potential application as a natural colourant in milk. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 51, n. 2, p. 427–434, 1 fev. 2016.

GENGATHARAN, A.; DYKES, G. A.; CHOO, W. S. The effect of pH treatment and refrigerated storage on natural colourant preparations (betacyanins) from red pitahaya and their potential application in yoghurt. **LWT - Food Science and Technology**, v. 80, p. 437–445, 1 jul. 2017.

GHORANI, B.; TUCKER, N. Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. **Food Hydrocolloids**, v. 51, p. 227–240, 2015.

GITERU, S. G.; ALI, M. A.; OEY, I. Recent progress in understanding fundamental interactions and applications of zein. **Food Hydrocolloids**, v. 120, n. May, p. 106948, 2021.

GÓMEZ-LÓPEZ, I. et al. Ultrasound-assisted “green” extraction (Uae) of antioxidant compounds (betalains and phenolics) from *opuntia stricta* var. *dillenii*’s fruits: Optimization and biological activities. **Antioxidants**, v. 10, n. 11, 2021.

HAIDER, A.; HAIDER, S.; KANG, I. K. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 11, n. 8, p. 1165–1188, 2018.

HERBACH, K. M.; STINTZING, F. C.; CARLE, R. Betalain Stability and Degradation—Structural and Chromatic Aspects. **Journal of Food Science**, v. 71, n. 4, p. R41–R50, 1 maio 2006.

HORUZ, T. İ.; BELIBAĞLI, K. B. Nanoencapsulation of carotenoids extracted from tomato peels into zein fibers by electrospinning. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 2, p. 759–766, 30 jan. 2019.

HSU, C. T.; CHANG, Y. H.; SHIAU, S. Y. Color, antioxidation, and texture of dough and Chinese steamed bread enriched with pitaya peel powder. **Cereal Chemistry**, v. 96, n. 1, p. 76–85, 2019.

HULUPI, M.; HARYADI, H. Synthesis and characterization of electrospinning

PVA nanofiber-crosslinked by glutaraldehyde. **Materials Today: Proceedings**, v. 13, p. 199–204, 2019.

İNANÇ HORUZ, T.; BELİBAĞLI, K. B. Nanoencapsulation by electrospinning to improve stability and water solubility of carotenoids extracted from tomato peels. **Food Chemistry**, v. 268, p. 86–93, 1 dez. 2018.

J.H. HE; Y. WU; N. PANG. A Mathematical Model for Preparation by AC-Electrospinning Process. **International Journal of Nonlinear Sciences and Numerical Simulation**, v. 6, n. 3, p. 243–248, 1 set. 2005.

JACOBSEN, C. et al. **Use of Electrohydrodynamic Processing for Encapsulation of Sensitive Bioactive Compounds and Applications in Food** *Annual Review of Food Science and Technology*, 2018. Disponível em: <<http://www.revolutionfibres.com/>>. Acesso em: 29 jul. 2022

JALGAONKAR, K. et al. Postharvest Profile, Processing and Waste Utilization of Dragon Fruit (*Hylocereus* Spp.): A Review. **<https://doi.org/10.1080/87559129.2020.1742152>**, v. 38, n. 4, p. 733–759, 2020.

JAMILAH, B. et al. Physico-chemical characteristics of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel. **International Food Research Journal**, v. 18, n. 1, p. 279–286, 2011.

JIANG, G. L.; ZHU, M. J. Preparation of astaxanthin-encapsulated complex with zein and oligochitosan and its application in food processing. **LWT**, v. 106, p. 179–185, 1 jun. 2019.

JIANG, H. et al. Nutrition, phytochemical profile, bioactivities and applications in food industry of pitaya (*Hylocereus* spp.) peels: A comprehensive review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 116, n. February, p. 199–217, 2021.

KAIMAINEN, M. et al. Encapsulation of betalain into w/o/w double emulsion and release during in vitro intestinal lipid digestion. **LWT - Food Science and Technology**, v. 60, n. 2, p. 899–904, 1 mar. 2015.

KAMSANI, N. H. et al. Biomedical application of responsive ‘smart’ electrospun nanofibers in drug delivery system: A minireview. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 14, n. 7, p. 103199, 2021.

KANNER, J.; HAREL, S.; GRANIT, R. Betalains A New Class of Dietary Cationized Antioxidants. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49,

n. 11, p. 5178–5185, 2001.

KASAAI, M. R. Zein and zein -based nano-materials for food and nutrition applications: A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 79, n. June, p. 184–197, 2018.

KHAN, M. I.; GIRIDHAR, P. **Plant betalains: Chemistry and biochemistry** Phytochemistry Pergamon, , 1 set. 2015.

KHOSHNOUDI-NIA, S.; SHARIF, N.; JAFARI, S. M. Loading of phenolic compounds into electrospun nanofibers and electrosprayed nanoparticles. **Trends in Food Science & Technology**, v. 95, p. 59–74, 1 jan. 2020.

KILIC, A.; ORUC, F.; DEMIR, A. Effects of Polarity on Electrospinning Process: <http://dx.doi.org/10.1177/0040517507081296>, v. 78, n. 6, p. 532–539, 1 jun. 2008.

LE BELLEC, F.; VAILLANT, F.; IMBERT, E. Pitahaya (Hylocereus spp.): a new fruit crop, a market with a future. **Fruits**, v. 61, n. 4, p. 237–250, jul. 2006.

LEE, K. H.; WU, T. Y.; SLOW, L. F. Spray drying of red (Hylocereus polyrhizus) and white (Hylocereus undatus) dragon fruit juices: physicochemical and antioxidant properties of the powder. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 48, n. 11, p. 2391–2399, 1 nov. 2013.

LEE, S. et al. 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**, v. 62, n. 34, p. 8764–8771, 27 ago. 2014.

LEFEBVRE, T.; DESTANDAU, E.; LESELLIER, E. Selective extraction of bioactive compounds from plants using recent extraction techniques: A review. **Journal of Chromatography A**, v. 1635, p. 461770, 4 jan. 2021.

LEONG, H. Y. et al. Application of liquid biphasic flotation for betacyanins extraction from peel and flesh of Hylocereus polyrhizus and antioxidant activity evaluation. **Separation and Purification Technology**, v. 201, p. 156–166, 7 ago. 2018.

LI, M. et al. Fabrication of eugenol loaded gelatin nanofibers by electrospinning technique as active packaging material. **Lwt**, v. 139, n. July 2020, 2021.

LI, X. et al. Effect of cutting styles on quality and antioxidant activity in fresh-cut pitaya fruit. **Postharvest Biology and Technology**, v. 124, p. 1–7, 1 fev. 2017.

LIM, L. T.; MENDES, A. C.; CHRONAKIS, I. S. **Electrospinning and**

electrospraying technologies for food applications. 1. ed. [s.l.] Elsevier Inc., 2019a. v. 88

LIM, L. T.; MENDES, A. C.; CHRONAKIS, I. S. Electrospinning and electrospraying technologies for food applications. **Advances in Food and Nutrition Research**, v. 88, p. 167–234, 1 jan. 2019b.

LÓPEZ-RUBIO, A. et al. Electrospinning as a useful technique for the encapsulation of living bifidobacteria in food hydrocolloids. **Food Hydrocolloids**, v. 28, n. 1, p. 159–167, jul. 2012.

LOURITH, N.; KANLAYAVATTANAKUL, M. **Antioxidant and stability of dragon fruit peel colour Rubber seed oil used for cosmetics View project Antioxidant and stability of dragon fruit peel colourAgro FOOD Industry Hi Tech**. [s.l: s.n.]. Disponível em:

<<https://www.researchgate.net/publication/288532836>>. Acesso em: 27 jul. 2022.

MADANE, P. et al. Dragon fruit (*Hylocereus undatus*) peel as antioxidant dietary fibre on quality and lipid oxidation of chicken nuggets. **Journal of Food Science and Technology**, v. 57, n. 4, p. 1449–1461, 2020.

MARAN, J. P.; PRIYA, B. Multivariate statistical analysis and optimization of ultrasound-assisted extraction of natural pigments from waste red beet stalks. **Journal of Food Science and Technology**, v. 53, n. 1, p. 792–799, 1 jan. 2016.

MARCILLO-PARRA, V. et al. Encapsulation of bioactive compounds from fruit and vegetable by-products for food application – A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 116, p. 11–23, 1 out. 2021.

MARINA, R. et al. Characterization of fish protein concentrate obtained from the Nile tilapia filleting residues. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 33, n. 2, p. 697–704, 2012.

MARTINS, C. R.; LOPES, W. A.; DE ANDRADE, J. B. Solubilidade das substâncias orgânicas. **Química Nova**, v. 36, n. 8, p. 1248–1255, 2013.

MELOI, P. S. et al. Composição fenólica e atividade antioxidante de resíduos agroindustriais. **Ciência Rural**, v. 41, n. 6, p. 1088–1093, jun. 2011.

MIKOŁAJCZYK-BATOR, K.; CZAPSKI, J. Effect of pH changes on antioxidant capacity and the content of betalain pigments during the heating of a solution of red beet betalains. **Polish Journal of Food and Nutrition Sciences**, v. 67, n.

2, p. 123–128, 1 jun. 2017.

MOHAMMADIAN, M. et al. Nanostructured food proteins as efficient systems for the encapsulation of bioactive compounds. **Food Science and Human Wellness**, v. 9, n. 3, p. 199–213, 1 set. 2020.

MONTOYA-ARROYO, A. et al. Characterization of cell wall polysaccharides of purple pitaya (*Hylocereus* sp.) pericarp. **Food Hydrocolloids**, v. 35, p. 557–564, 1 mar. 2014.

NERD, A.; MIZRAHI, Y. The effect of ripening stage on fruit quality after storage of yellow pitaya. **Postharvest Biology and Technology**, v. 15, n. 2, p. 99–105, 1 fev. 1999.

NETZEL, M. et al. Renal excretion of antioxidative constituents from red beet in humans. **Food Research International**, v. 38, n. 8–9, p. 1051–1058, 1 out. 2005.

NIE, Q. et al. Isolation and characterization of a catalase gene “HuCAT3” from pitaya (*Hylocereus undatus*) and its expression under abiotic stress. **Gene**, v. 563, n. 1, p. 63–71, 25 maio 2015.

NIPORNRAM, S. et al. Optimization of low power ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from mandarin (*Citrus reticulata* Blanco cv. Sainampueng) peel. **Food Chemistry**, v. 241, p. 338–345, 15 fev. 2018.

NOGUEIRA NUNES, E. et al. Pitaia (*Hylocereus* sp.): Uma revisão para o Brasil. **Gaia Scientia**, v. 8, n. 1, p. 90–98, 2014.

NONTANUM, P.; LEE, Y.; PADUA, G. W. Effect of pH and ethanol content of solvent on rheology of zein solutions. **Journal of Cereal Science**, v. 58, n. 1, p. 76–81, 1 jul. 2013.

NURUL, S. R.; ASMAH, R. Evaluation of antioxidant properties in fresh and pickled papaya. **International Food Research Journal**, v. 19, n. 3, p. 1117–1124, 2012.

OKUTAN, N.; TERZI, P.; ALTAY, F. Affecting parameters on electrospinning process and characterization of electrospun gelatin nanofibers. **Food Hydrocolloids**, v. 39, p. 19–26, 1 ago. 2014.

OTÁLORA, M. C. et al. Microencapsulation of betalains obtained from cactus fruit (*Opuntia ficus-indica*) by spray drying using cactus cladode mucilage and maltodextrin as encapsulating agents. **Food Chemistry**, v. 187, p. 174–181, 15 nov. 2015.

PANAGIOTOPOULOU, M.; PAPADAKI, S.; KROKIDA, M. Formation and characterization of zein electrosprayed nanoparticles containing bioactive compounds. **South African Journal of Chemical Engineering**, v. 40, p. 32–47, 1 abr. 2022.

PAULO, F.; SANTOS, L. Design of experiments for microencapsulation applications: A review. **Materials Science and Engineering: C**, v. 77, p. 1327–1340, 1 ago. 2017.

PAVOKOVI, D.; KRSNIK-RASOL, M. Complex biochemistry and biotechnological production of betalains. **Food Technology and Biotechnology**, v. 49, n. 2, p. 145–155, 2011.

PEREIRA, F. M. V.; PEREIRA-FILHO, E. R. Application of free computational program in experimental design: A tutorial. **Quimica Nova**, v. 41, n. 9, p. 1061–1071, 2018.

PINELA, J. et al. Optimization of heat- and ultrasound-assisted extraction of anthocyanins from Hibiscus sabdariffa calyces for natural food colorants. **Food Chemistry**, v. 275, p. 309–321, 1 mar. 2019.

PIRES, D. R. et al. Aproveitamento do resíduo comestível do pescado : Aplicação e viabilidade Utilization of waste edible fish : Application and feasibility. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 9, p. 34–46, 2014.

POLTURAK, G.; AHARONI, A. “La Vie en Rose”: Biosynthesis, Sources, and Applications of Betalain Pigments. **Molecular Plant**, v. 11, n. 1, p. 7–22, 8 jan. 2018.

PRAKASH MARAN, J.; MANIKANDAN, S.; MEKALA, V. Modeling and optimization of betalain extraction from Opuntia ficus-indica using Box-Behnken design with desirability function. **Industrial Crops and Products**, v. 49, p. 304–311, 1 ago. 2013.

PRIATNI, S.; PRADITA, A. Stability Study of Betacyanin Extract from Red Dragon Fruit (Hylocereus Polyrhizus) Peels. **Procedia Chemistry**, v. 16, p. 438–444, 1 jan. 2015.

PRIOR, R. L.; WU, X.; SCHAICH, K. Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 10, p. 4290–4302, 18 maio 2005.

PROIMPRESS et al. **Pitaya Uma alternativa frutífera**. [s.l.: s.n.]. v. 1^a

PUTTHAWAN, P.; PROMPANYA, B.; PROMNET, S. Extraction, biological activities and stability of *Hylocereus polyrhizus* peel extract as a functional food colorant and nutraceutical. **Tropical Journal of Pharmaceutical Research**, v. 20, n. 8, p. 1683–1690, 17 fev. 2022.

QIN, Y. et al. Development of active and intelligent packaging by incorporating betalains from red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel into starch/polyvinyl alcohol films. **Food Hydrocolloids**, v. 100, p. 105410, 1 mar. 2020.

RAFIEI, S. et al. Mathematical modeling in electrospinning process of nanofibers: A detailed review Food Product Optimization for Quality and Safety Control: Process, Monitoring and Standards View project Charge Transport Optimization of the Buffers and active Layers and i. **Cellulose Chem. Technol.**, v. 47, p. 323–338, 2013.

RAGAB MOHAMED IBRAHIM, S. et al. Genus *Hylocereus*: Beneficial phytochemicals, nutritional importance, and biological relevance—A review. **Journal of Food Biochemistry**, v. 42, n. 2, p. e12491, 1 abr. 2018.

RAMLI, N. S.; ISMAIL, P.; RAHMAT, A. Influence of conventional and ultrasonic-assisted extraction on phenolic contents, betacyanin contents, and antioxidant capacity of red dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*). **Scientific World Journal**, v. 2014, 2014.

RAVICHANDRAN, K. et al. Effects of different encapsulation agents and drying process on stability of betalains extract. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 9, p. 2216–2221, 1 set. 2014.

RESHMI, S. K.; ARAVINDHAN, K. M.; SUGANYA DEVI, P. The effect of light, temperature, pH on stability of betacyanin pigments in *Basella alba* fruit. **Article in Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research**, v. 5, n. 4, p. 107–110, 2012.

ROCHA, R. et al. Extraction of Anthocyanins from Red Raspberry for Natural Food Colorants Development: Processes Optimization and In Vitro Bioactivity. **Processes 2020, Vol. 8, Page 1447**, v. 8, n. 11, p. 1447, 11 nov. 2020.

RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ, J. A.; CRUZ Y VICTORIA, M. T.; BARRAGÁN-HUERTA, B. E. Betaxanthins and antioxidant capacity in *Stenocereus pruinosus*: Stability and use in food. **Food Research International**, v. 91, p. 63–71, 1 jan. 2017.

RODRIGUEZ, E. B. et al. Health-promoting bioactivities of betalains from red dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton and Rose) peels as affected by carbohydrate encapsulation. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 96, n. 14, p. 4679–4689, 1 nov. 2016.

RORIZ, C. L. et al. Red pitaya (*Hylocereus costaricensis*) peel as a source of valuable molecules: Extraction optimization to recover natural colouring agents. **Food Chemistry**, v. 372, n. September 2021, 2022.

RUTZ, J. K. et al. Microencapsulation of palm oil by complex coacervation for application in food systems. **Food Chemistry**, v. 220, p. 59–66, 1 abr. 2017.

SADOWSKA-BARTOSZ, I.; BARTOSZ, G. Biological Properties and Applications of Betalains. **Molecules 2021, Vol. 26, Page 2520**, v. 26, n. 9, p. 2520, 26 abr. 2021.

SAIFULLAH, M. et al. Micro and nano encapsulation, retention and controlled release of flavor and aroma compounds: A critical review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 86, p. 230–251, 1 abr. 2019.

SHAVISI, N.; SHAHBAZI, Y. Chitosan-gum Arabic nanofiber mats encapsulated with pH-sensitive *Rosa damascena* anthocyanins for freshness monitoring of chicken fillets. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 32, p. 100827, 1 jun. 2022.

SHI, F. et al. Optimized extraction of phenolic antioxidants from red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) seeds by subcritical water extraction using response surface methodology. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 16, n. 3, p. 2240–2258, 1 jun. 2022.

SHISHIR, M. R. I. et al. Advances in micro and nano-encapsulation of bioactive compounds using biopolymer and lipid-based transporters. **Trends in Food Science & Technology**, v. 78, p. 34–60, 1 ago. 2018.

SHUKLA, R.; CHERYAN, M. Zein: the industrial protein from corn. **Industrial Crops and Products**, v. 13, n. 3, p. 171–192, 1 maio 2001.

SILVA DE AZEVEDO, E.; ZAPATA NOREÑA, C. P. External ionic gelation as a tool for the encapsulation and stability of betacyanins from *Bougainvillea glabra* bracts extract in a food model. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 45, n. 9, p. e15637, 1 set. 2021.

SILVA, E. K.; ANGELA, M.; MEIRELES, A. Encapsulation of Food Compounds Using Supercritical Technologies: Applications of Supercritical Carbon Dioxide as an Antisolvent Emerging technologies for processing of dairy products View

project Knowledge exchange, View project Encapsulation of Food Compounds Using Supercritical Technologies: Applications of Supercritical Carbon Dioxide as an Antisolvent. **Public Health**, v. 4, n. 5, p. 247–258, 2014.

SILVA, P. M. et al. Electrohydrodynamic processing for the production of zein-based microstructures and nanostructures. **Current Opinion in Colloid and Interface Science**, v. 56, p. 101504, 2021.

SOM, A. M. et al. A comparative study on foliage and peels of *Hylocereus undatus* (white dragon fruit) regarding their antioxidant activity and phenolic content. **Heliyon**, v. 5, n. 2, p. e01244, 1 fev. 2019.

SONAR, C. R. et al. Natural color pigments: oxidative stability and degradation kinetics during storage in thermally pasteurized vegetable purees. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 13, p. 5934–5945, 1 out. 2019.

STALIKAS, C. D. Extraction, separation, and detection methods for phenolic acids and flavonoids. **Journal of Separation Science**, v. 30, n. 18, p. 3268–3295, 1 dez. 2007.

STINTZING, F. C.; SCHIEBER, A.; CARLE, R. Betacyanins in fruits from red-purple pitaya, *Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton & Rose. **Food Chemistry**, v. 77, n. 1, p. 101–106, 1 maio 2002.

TABIO-GARCÍA, D. et al. Optimisation of the ultrasound-assisted extraction of betalains and polyphenols from *Amaranthus hypochondriacus* var. Nutrisol. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 77, p. 105680, 1 set. 2021.

TANG, W. et al. Phenolic compounds profile and antioxidant capacity of pitahaya fruit peel from two red-skinned species (*Hylocereus polyrhizus* and *hylocereus undatus*). **Foods**, v. 10, n. 6, 2021.

TAVASSOLI-KAFRANI, E.; GOLI, S. A. H.; FATHI, M. Encapsulation of Orange Essential Oil Using Cross-linked Electrospun Gelatin Nanofibers. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 2, p. 427–434, 1 fev. 2018.

TENORE, G. C.; NOVELLINO, E.; BASILE, A. Nutraceutical potential and antioxidant benefits of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) extracts. **Journal of Functional Foods**, v. 4, n. 1, p. 129–136, jan. 2012.

THIRUGNANASAMBANDHAM, K.; SIVAKUMAR, V. Microwave assisted extraction process of betalain from dragon fruit and its antioxidant activities. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 16, n. 1, p. 41–48, 1 jan. 2017.

THIRUGNANASAMBANDHAM, K.; SIVAKUMAR, V.; PRAKASH MARAN, J. Process optimization and analysis of microwave assisted extraction of pectin from dragon fruit peel. **Carbohydrate Polymers**, v. 112, p. 622–626, 2014.

USLU, N.; ÖZCAN, M. M. The effect of ultrasound-vacuum-assisted extraction on bioactive properties of pitaya (*Hylocereus undatus*). **International Journal of Food Science and Technology**, v. 56, n. 12, p. 6618–6625, 1 dez. 2021.

UTPOTT, M. et al. Characterization and application of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel powder as a fat replacer in ice cream. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 44, n. 5, 1 maio 2020.

VAFANIA, B.; FATHI, M.; SOLEIMANIAN-ZAD, S. Nanoencapsulation of thyme essential oil in chitosan-gelatin nanofibers by nozzle-less electrospinning and their application to reduce nitrite in sausages. **Food and Bioproducts Processing**, v. 116, p. 240–248, 1 jul. 2019.

VALENCIA-BOTÍN, A. J.; KOKUBU, H.; ORTÍZ-HERNÁNDEZ, Y. D. A brief overview on pitahaya (*Hylocereus* spp.) diseases. **Australasian Plant Pathology**, v. 42, n. 4, p. 437–440, 23 jul. 2013.

VERZELLONI, E.; TAGLIAZUCCHI, D.; CONTE, A. Relationship between the antioxidant properties and the phenolic and flavonoid content in traditional balsamic vinegar. **Food Chemistry**, v. 105, n. 2, p. 564–571, 1 jan. 2007.

WANG, L. et al. Characterization of soluble and insoluble-bound polyphenols from *Psidium guajava* L. leaves co-fermented with *Monascus anka* and *Bacillus* sp. and their bio-activities. **Journal of Functional Foods**, v. 32, p. 149–159, 1 maio 2017.

WEN, C. et al. Advances in ultrasound assisted extraction of bioactive compounds from cash crops – A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 48, p. 538–549, 1 nov. 2018.

WEN, P. et al. Encapsulation of Bioactive Compound in Electrospun Fibers and Its Potential Application. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, n. 42, p. 9161–9179, 2017.

WOO, K. K. et al. Stability of Betalain Pigment from Red Dragon Fruit (*Hylocereus polyrhizus*). **American Journal of Food Technology**, p. 1–7, 2011.

WU, L. C. et al. Antioxidant and antiproliferative activities of red pitaya. **Food Chemistry**, v. 95, n. 2, p. 319–327, 1 mar. 2006.

WYBRANIEC, S.; MIZRAHI, Y. Generation of Decarboxylated and Dehydrogenated Betacyanins in Thermally Treated Purified Fruit Extract from Purple Pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) Monitored by LC-MS/MS. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 17, p. 6704–6712, 24 ago. 2005.

XU, M. et al. Polarity-dependent extraction of flavonoids from citrus peel waste using a tailor-made deep eutectic solvent. **Food Chemistry**, v. 297, p. 124970, 1 nov. 2019.

YILDIRIM, S. et al. Active Packaging Applications for Food. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 17, n. 1, p. 165–199, 2018.

ZAHIRI, M. et al. Encapsulation of curcumin loaded chitosan nanoparticle within poly (ϵ -caprolactone) and gelatin fiber mat for wound healing and layered dermal reconstitution. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 153, p. 1241–1250, 15 jun. 2020.

ZAIDEL, D. N. A. et al. Extraction and characterisation of pectin from dragon fruit (*hylocereus polyrhizus*) peels. **Chemical Engineering Transactions**, v. 56, p. 805–810, 2017.

ZEE, F. et al. (Dragon Fruit, Strawberry Pear). **Science**, v. 3, n. June, p. 8–10, 2004.

ZHANG, L. et al. Study of ultrasonic cavitation during extraction of the peanut oil at varying frequencies. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 37, p. 106–113, 1 jul. 2017.

ZHANG, X. et al. Zein as a structural protein in gluten-free systems: an overview. **Food Science and Human Wellness**, v. 10, n. 3, p. 270–277, 1 maio 2021.

ZHUANG, Y.; ZHANG, Y.; SUN, L. Characteristics of fibre-rich powder and antioxidant activity of pitaya (*Hylocereus undatus*) peels. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 6, p. 1279–1285, jun. 2012.

ZIN, M. M.; ANUCHA, C. B.; BÁNVÖLGYI, S. **Recovery of phytochemicals via electromagnetic irradiation (Microwave-Assisted-Extraction): Betalain and phenolic compounds in perspectiveFoods**, 2020. Disponível em: <www.mdpi.com/journal/foods>