

XIV Encontro de Química dos Alimentos

Indústria, Ciência, Formação e Inovação



LIVRO DE ATAS DO CONGRESSO

6 a 9 de novembro de 2018

Viana do Castelo, Portugal

N. DL: **447939/18**
Nome fornecedor: IPVC - INSTITUTO POLITÉCNICO DE VIANA DO CASTELO
Título: Livro de Atas do XIV Encontro de Química dos Alimentos Indústria, Ciência, Formação e Inovação
Autor: Comissão organizadora
Tipo: Monografia
Editor: Comissão Organizadora
Local de Publicação: Viana do Castelo
Data prevista de publicação (mês/ano): 11/2018
Nº de Edição: 1ª edição
Estado: Atribuído
Atribuído em: 2018-10-29
Criado a: 2018-10-29

ISBN: **978-989-98936-9-6**

Esta publicação reúne as comunicações apresentadas no XIV Encontro de Química dos Alimentos sob a forma de ata científica. O conteúdo dos textos compilados é da inteira responsabilidade dos seus autores.

INDÚSTRIA E NOVAS ABORDAGENS DOS SISTEMAS ALIMENTARES	10
Indústria 4.0	11
Variation in the amino acids profile and L-theanine of different parts of Azorean <i>Camellia sinensis</i> shoots.....	12
Colagens emergentes: influência na composição fenólica e características organolépticas dos vinhos	16
Novos potenciais para os produtos secundários da produção	20
Adding Value to Agrifood By-Products as Therapeutic Alternatives: A Case Study of Herbal Medicine Research	21
Obtenção de um concentrado de cafeína a partir da pele de prata do café	26
Sementes de Melão: Potencial como Ingrediente Alimentar	30
Teores de Vitamina C do Figo-da-Índia e da Anona: Comparação entre polpa e subprodutos ...	34
Integração de processos de membrana na valorização de soro de cabra	38
Characterization of concentrated second cheese whey	42
Rendimento da extração e atividade antioxidante de extratos de casca de pinheiro (<i>Pinus pinaster</i> Aiton subsp. <i>Atlantica</i>): efeito do solvente e método de extração	46
Sucessos e insucessos na cooperação entre indústria e ciência	50
Contributo para a implementação da Norma BRC Food numa indústria de carnes.....	51
Otimização da gestão de silos de um processo produtivo de massas alimentícias bicolores, tricolores ou quadricolores secas.....	55
CIÊNCIA E INOVAÇÃO	59
Avanços no processamento de alimentos e impacto na saúde e sociedade	60
Alimentos processados: avaliação da conformidade da rotulagem	61
Newfood Project - food technologies valorization in traditional foods sector.....	65
<i>Calluna vulgaris</i> (L.) Hull: composição nutricional e caracterização do perfil fenólico	69
Portuguese olive oils and table olive with quality certification schemes: achievements and needs	73
Serpa PDO cheese: towards identification of chemical markers involved in organoleptic attributes	77
Características físico-químicas da farinha alimentar da couve “Penca da Póvoa” (<i>Brassica oleracea</i> L. var. <i>Costata</i>), obtida a partir de diferentes métodos de secagem.....	81
Efeito da secagem por convecção e liofilização nas propriedades físico-químicas de vegetais desidratados: pepino (<i>Cucumis sativus</i>) e curgete (<i>Cucurbita pepo</i> L.).....	85

Assessment of functional properties and determination of pharmaceuticals in subcritical water extracts from two seaweeds	90
AVALIAÇÃO DO pH NA TRANSFORMAÇÃO DO MÚSCULO EM CARNE BOVINA	94
Optimization and development of analytical methods for the determination of new brominated flame retardants and polybrominated diphenyl ethers in chili peppers	98
Estudo dos efeitos da digestão gastrointestinal <i>in vitro</i> e fermentação colónica em extratos fenólicos e bioatividades de <i>Rosmarinus officinalis</i> L.	102
Determination of benzoic acid and sorbic acid in foodstuffs by high performance liquid chromatography with UV detection.....	107
Evaluation of natural extracts as potential enzymatic browning inhibitors	112
Impact of addition of pomegranate peel extract and high-pressure on carrot juice preservation: quality, safety and sensorial aspects.....	116
Use Of Digital Image Analysis For Monitoring The Ripening Of Pdo Serpa Cheese	121
Effect of shoot maturity and different withering duration on the catechins and xanthines contents of tea from Azorean <i>Camellia sinensis</i>	123
Variability of catechins and xanthines contents on tea from different parts of Azorean <i>Camellia sinensis</i>	127
Maximização da extração de antocianinas de <i>Hibiscus sabdariffa</i> por diferentes métodos para obtenção de corantes alimentares	131
Quantification of L-theanine in Azorean green and black tea: psychoactive amino acid with beneficial impact on cognitive functions	135
Avaliação do perfil fenólico de duas plantas comumente utilizadas na medicina tradicional, após aplicação de irradiação ionizante	139
Gastrointestinal Absorption of Anthocyanins: A Molecular Approach.....	143
Physical and Chemical Characterization of Anthocyanins from Purple-Fleshed Sweet Potato..	146
<i>Gomphrena globosa</i> L.: otimização do processo de extração de corantes, avaliação da sua atividade antimicrobiana e incorporação numa matriz alimentar	150
A multi-spectroscopic and thermodynamic study on the interaction of food polyphenols with gluten reactive peptides: from chemistry to health implications.....	154
Interação de uma mistura de procianidinas com saliva humana de diferentes indivíduos	157
Incorporation of <i>Spirulina</i> and <i>Himanthalia elongata</i> algae in integral pasta: a real protein meal	161
Detection of γ -glutamyl-S-ethenyl cysteine in <i>Vicia narbonensis</i> L.: improvement of the extraction process	166
Avanços dos sistemas alimentares integrados com o ambiente	170
LIGNIN nanoparticles loaded with bluish pyranoanthocyanin pigments. Increased stability in aqueous systems.	171
Phenolic profile of different <i>Cichorium spinosum</i> L. ecotypes.....	175
Composição nutricional e atividade antioxidante de macroalgas vermelhas provenientes de aquacultura sustentável	179
Effect of ion exchange resins on white and red wine pH: Impact on wine sensory characteristics	183
Tartrate stabilisation of rosé wine using ion exchange resins: Impact on wine sensory characteristics.....	187
Aplicação em waffles de um corante natural obtido de frutos de <i>Arbutus unedo</i> L.	191

<i>Coix lachryma-jobi</i> : A new promising cereal as functional food with important nutritional value	195
Increased accumulation of anthocyanins in vine stems upon chitosan application: alternate use of winery waste produce to extract natural colour additives for the food industry	199
Variedade portuguesa de maçã “Bravo de Esmolfe” como fonte de compostos bioativos com propriedades antioxidantes e antibacterianas	203
Desenvolvimento de novos produtos alimentares com corantes naturais obtidos a partir de flores comestíveis	208
Chemical features of green fig pulp and peel: phenolic, organic acids, and tocopherols profile	212
Avanços em metodologias investigacionais	216
Effect of foliar mitigation treatments on Touriga Nacional grape berry quality	217
Extração de taninos para a produção de coagulantes naturais a partir de acácia (<i>Acacia dealbata</i>) e pinheiro (<i>Pinus pinaster</i>).....	221
FORMAÇÃO PARA A ÁREA ALIMENTAR	225
Cooperação academia/indústria no desenvolvimento de modelos educacionais	226
Descodificar os “E”: plataforma online de acesso aberto de aditivos alimentares	227
Apoios	231

Maximização da extração de antocianinas de *Hibiscus sabdariffa* por diferentes métodos para obtenção de corantes alimentares

José Pinela^{1a}, M.A. Prieto^{a,b}, Eliana Pereira^a, Bernardo Lopes^a, Inès Jabeur^a, Maria Filomena Barreiro^{a,c}, Lillian Barros^a, Isabel C.F.R. Ferreira^{a,*}

^a Centro de Investigação de Montanha (CIMO), Instituto Politécnico de Bragança, Bragança, Portugal

^b Nutrition and Bromatology Group, Faculty of Food Science and Technology, University of Vigo, Ourense, Spain

^c Laboratório de Processos de Separação e Reação - Laboratório de Catálise e Materiais (LSRE-LCM), Instituto Politécnico de Bragança, Bragança, Portugal

* iferreira@ipb.pt

Palavras chave: *Hibiscus sabdariffa* L.; antocianinas; corantes naturais; métodos de extração; metodologia de superfície de resposta

RESUMO

Este estudo teve como objetivo maximizar a extração de antocianinas a partir de cálices de *Hibiscus sabdariffa* L. utilizando métodos assistidos por calor (EAC) e ultrassom (EAU), para obtenção de um corante natural na gama do vermelho. As variáveis inerentes a cada processo (i.e. tempo, percentagem de etanol e temperatura ou potência) foram combinadas em desenhos fatoriais de 5 níveis e posteriormente analisadas pela metodologia de superfície de resposta (MSR). O teor de antocianinas foi usado como variável dependente. Os modelos teóricos desenvolvidos foram validados estatisticamente e usados na determinação das condições que maximizam a extração destes pigmentos. O método EAU foi o mais eficiente, tendo originado teores de antocianinas superiores a 50 mg/g de extrato. Os efeitos dose-resposta da razão sólido/líquido foram seguidamente determinados nas condições otimizadas para as 3 variáveis, tendo-se verificado uma melhoria na capacidade de extração com o aumento deste fator. Os resultados sustentam o uso de *H. sabdariffa* como uma fonte sustentável de corantes naturais.

1. INTRODUÇÃO

A consciencialização do consumidor atual sobre a existência de alternativas naturais aos aditivos artificiais, hoje em dia massivamente utilizados na indústria alimentar, mas com potenciais efeitos tóxicos e alergénicos, tem promovido a procura por alimentos formulados com ingredientes de base natural [1,2]. A investigação nesta área tem ganho destaque [3,4], mas ainda é necessário alargar o leque de opções disponíveis, encontrar novas fontes com potencial real e desenvolver processos de extração e estabilização eficientes e sustentáveis. O mercado dos corantes alimentares tem crescido rapidamente, pois a cor, além de ser um importante atributo sensorial dos alimentos, também influencia o seu sucesso comercial [5]. Paralelamente, há um interesse crescente em substituir os corantes obtidos artificialmente por homólogos naturais, uma vez que os primeiros têm sido associados a efeitos adversos para a saúde do consumidor [6]. No entanto, a elevada estabilidade e o baixo custo dos corantes sintéticos têm limitado o uso das alternativas naturais pelo setor industrial [1].

Com o objetivo de tornar os corantes naturais numa alternativa real e eficiente face aos análogos artificiais, é necessário encontrar fontes promissoras e desenvolver processos de extração sustentáveis. A espécie *Hibiscus sabdariffa* L. surge como uma forte candidata, pois os seus cálices vermelhos são ricos em antocianinas, maioritariamente delphinidina-3-sambubiósido e cianidina-3-sambubiósido [7–9]. Além disso, estes apresentam uma forte atividade antioxidante e anti-hipertensiva e efeitos anti-hipercolesterolémicos [10,11]. A extração destes compostos de elevado valor acrescentado pode ser intensificada por várias técnicas, tais como a sonicação [12]. No entanto, uma vez que a eficiência destes processos é afetada por uma série de variáveis, torna-se necessário adotar desenhos experimentais apropriados e ferramentas de otimização para determinar condições ótimas de processamento. Este estudo teve com objetivo otimizar a recuperação de antocianinas de cálices vermelhos de *H. sabdariffa*, utilizando métodos de extração assistida por calor e ultrassom, para posterior utilização como corantes naturais. As variáveis mais relevantes de cada processo foram combinadas num desenho composto central circunscrito e otimizadas por MSR.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material vegetal e métodos de extração

Os cálices vermelhos de *H. sabdariffa* foram reduzidos a pó e processados de acordo com o desenho experimental apresentado na **Tabela 1**. A *extração assistida por calor* (EAC) foi realizada num matraz em banho termostatizado sob agitação contínua, considerando as variáveis: tempo (t , 55-150 min), temperatura (T , 20-90 °C) e proporção de etanol (S , 0-100%). A *extração assistida por ultrassom* (EAU) foi feita recorrendo a uma sonda ultrassónica de 20 kHz, considerando as variáveis: tempo (t , 3-36,5 min), potência (P , 100–500 W) e proporção de etanol (S , 0–100%). A relação sólido/líquido (S/L) foi mantida a 30 g/L. Após extração, a mistura foi centrifugada (6000 rpm, 10 min) e filtrada.

Tabela 1. Desenhos experimentais usados nas extrações EAC e EAU de antocianinas.

VALORES CODIFICADOS	VALORES NATURAIS					
	EAC			EAU		
	t (min)	T (°C)	S (%)	t (min)	P (W)	S (%)
-1.68	30	30	0	3	100	0
-1	54.3	42.2	20.3	11.5	180	20.3
0	90	60	50	24	300	50
+1	125.7	77.9	79.8	36.5	420	79.8
+1.68	150	90	100	45	500	100

2.2 Análise de antocianinas

As antocianinas foram analisadas num sistema Dionex Ultimate 3000 UPLC (Thermo Scientific) equipado com um detetor de díodos e um espectrómetro de massa (LTQ XL linear ion trap, Thermo Finnigan) com ionização por *electrospray* (LC-DAD-ESI/MSⁿ), conforme descrito por Jabeur *et al.* [13]. Os resultados foram expressos em mg/g extrato.

2.3 Desenho experimental e processo de otimização

Foi aplicado um desenho composto central circunscrito (DCCC) de 5 níveis com 3 variáveis independentes (**Tabela 1**) para a otimização dos processos EAC e EAU. O DCCC incluiu 14 combinações independentes e 6 repetições no centro do desenho. O teor de antocianinas (soma

de delfinidina-3-*O*-sambubiósido e cianidina-3-*O*-sambubiósido) foi a variável de resposta utilizada na otimização por MSR. Os modelos teóricos foram ajustados por meio do cálculo de mínimos quadrados usando uma equação polinomial de segunda ordem [14]. As respostas produzidas pelos modelos teóricos foram maximizadas utilizando o método *Simplex* [15].

2.4 Análise dose-resposta da razão sólido/líquido

Após otimizar as condições experimentais para as variáveis t , T e S , a razão S/L (g/L) foi incluída como a quarta variável a ser otimizada, cujos efeitos foram representados usando a equação $Y = b + m \cdot S/L$, onde Y é o critério de resposta e b e m correspondem à interseção e ao declive, respectivamente [14]. O parâmetro m está relacionado com a eficiência de extração em função do aumento da razão S/L (valores positivos indicam uma melhoria na extração).

2.5 Montagem dos modelos e análise estatística

A análise dos dados experimentais e a adequação dos modelos basearam-se na determinação de coeficientes e sua significância, e na avaliação da consistência dos modelos e de outros critérios de avaliação estatística, conforme descrito por Pinela *et al.* [14].

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os modelos teóricos desenvolvidos foram ajustados com sucesso aos dados experimentais, validados estatisticamente ($R^2 = 0.96$ e 0.97 para EAC e EAU, respectivamente) e usados na determinação das condições que maximizam a extração de antocianinas a partir dos cálices de *H. sabdariffa*, pois a variabilidade da resposta poder ser explicada pelas variáveis t , T e S .

Os maiores rendimentos de extração foram obtidos pelo método EAU, o qual terá promovido a ruptura do material vegetal através de forças de cavitação e a entrada de solvente nos tecidos com consequente libertação de solutos, intensificando assim a transferência de massa. Este método originou $51,76 \pm 3,70$ mg antocianinas/g extrato quando aplicado: $t = 26,1$ min, $P = 296,6$ W e $S = 39,1\%$ etanol, v/v; enquanto o método EAC originou $20,86 \pm 1,24$ mg antocianinas/g extrato quando: $t = 30,0$ min, $T = 30,0$ °C e $S = 0,0\%$ de etanol (v/v). Ambos os métodos otimizados apresentaram algumas semelhanças em termos de T (~30 °C) e t (26-30 min), indicando que os valores mais baixos obtidos por EAC não terão sido causados por degradação térmica dos compostos. Em contraste, a resposta ótima da EAU foi alcançada com a aplicação de ultrassom e uma maior proporção de etanol (traduzindo um maior custo em termos de energia e solvente), enquanto a água foi um solvente adequado para a EAC. No entanto, os valores máximos alcançados por cada método foram muito diferentes e, por isso, devem ser tidos em conta ao selecionar o mais adequado para a recuperação destes pigmentos. Quanto aos efeitos da variável S/L , avaliados nas condições ótimas de t , T e S previamente estabelecidas para cada método de extração, foi verificada uma melhoria na capacidade de extração com o aumento desta quarta variável (testada entre os 5 e os 200 g/L), pois os valores de m foram positivos para ambos os métodos (0.023 para EAC e 0.033 para EAU; $R^2 > 0.94$).

Este é um resultado promissor pois, à escala industrial, são desejadas razões *S/L* elevadas para assim maximizar o rendimento de extração com um consumo mínimo de solvente.

Em conclusão, os dados experimentais foram ajustados com sucesso aos modelos teóricos utilizados para determinar as condições ótimas de extração. A EAU foi o método mais eficiente, pois permitiu recuperar $23,83 \pm 2,44$ mg de antocianinas por g de planta seca e obter $51,76 \pm 3,70$ mg destes pigmentos por cada g de extrato. Para a variável *S/L*, cujos efeitos foram avaliados nas condições ótimas inicialmente determinadas para as variáveis *t*, *T* e *S*, os valores positivos de *m* evidenciaram que o aumento desta razão melhora a eficiência de extração. Além disso, a quantidade de antocianinas obtidas por EAU foi quase três vezes superior à obtida por EAC. De acordo com estes resultados, é possível afirmar que os cálices de *H. sabdariffa* podem ser usados como uma fonte viável de antocianinas para a produção de corantes de base natural, sendo uma das matrizes mais ricas em antocianinas descritas na literatura. Além disso, este estudo suporta o *scale-up* do processo de extração que permite obter corantes na gama do vermelho com aplicações nos setores alimentar, farmacêutico e cosmético, entre outros.

Agradecimentos

FCT (Portugal) e FEDER no âmbito do Programa PT2020 pelo apoio financeiro ao CIMO (UID/AGR/00690/2013) e ao LA LSRE-LCM (POCI-01-0145-FEDER-006984) e pelos contratos de investigação de J. Pinela (Projeto AllNatt, POCI-01-0145-FEDER-030463) e L. Barros; ao FEDER através do Programa Operacional Regional Norte 2020, no âmbito do Projeto NORTE-01-0145-FEDER-023289: DeCodE e Projeto Mobilizador Norte-01-0247-FEDER-024479: ValorNatural@; ao FEDER-Interreg Espanha-Portugal pelo apoio financeiro através do projeto 0377_Iberphenol_6_E. À Xunta de Galicia pelo apoio a M.A. Prieto.

Referências

- [1] M Caroch, P Morales, I C F R Ferreira, Trends Food Sci Technol, 2015, 45, 284-295.
- [2] N Martins, C L Roriz, P Morales, et al., Trends Food Sci Technol, 2016, 52, 1-15.
- [3] H H S Almeida, L Barros, J C M Barreira, et al., Food Chem, 2018, 261, 224-232.
- [4] M Caroch, L Barros, J C M Barreira, et al., Food Chem, 2016, 207, 51-59.
- [5] R Carle, R M Schweiggert, Handbook on Natural Pigments in Food and Beverages, 1st ed., 2016, Woodhead Publishing
- [6] M Ramesh, A Muthuraman, In Natural and Artificial Flavoring Agents and Food Dyes, A M Grumezescu, A M Holban Eds., 2018, Academic Press, pp 1-28.
- [7] J Alarcón-Alonso, A Zamilpa, F A Aguilar, et al., J Ethnopharmacol, 2012, 139, 751-756.
- [8] C Beye, S Hiligsmann, L S Tounkara, P Thonart, Agron Africaine 2017, 29, 63-68.
- [9] C Salazar-González, F T Vergara-Balderas, A E Ortega-Regules, J Á Guerrero-Beltrán, Cienc Investig Agrar, 2012, 39, 79-90.
- [10] B H Ali, N Al Wabel, G Blunden, Phytother Res, 2005, 19, 369-375.
- [11] I Da-Costa-Rocha, B Bonnlaender, H Sievers, et al, Food Chem, 2014, 165, 424-443.
- [12] M Marić, A N Grassino, Z Zhu, et al., Trends Food Sci Technol, 2018, 76, 28-37.
- [13] I Jabeur, N Martins, L Barros, et al., Food Funct, 2017, 8, 975-984.
- [14] J Pinela, M A Prieto, E Pereira, et al., Food Chem, 2019, 275, 309-321.
- [15] J Pinela, M A Prieto, M F Barreiro, et al., Food Bioprod Process, 2016, 98, 283-298.