



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

Gabriela Gomes Minatel

Casca de manga ‘Tommy Atkins’ como fonte de carotenoides: uma abordagem integrada de extração, encapsulamento e aplicação como corante natural

Florianópolis
2025

Gabriela Gomes Minatel

Casca de manga ‘Tommy Atkins’ como fonte de carotenoides: uma abordagem integrada de extração, encapsulamento e aplicação como corante natural

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciências dos Alimentos da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Alimentos.

Orientador(a): Prof.(a) Itaciara Larroza Nunes, Dr.(a)

Florianópolis

2025

Minatel, Gabriela Gomes

Casca de manga 'Tommy Atkins' como fonte de carotencoides : uma abordagem integrada de extração, encapsulamento e aplicação como corante natural / Gabriela Gomes Minatel ; orientador, Itaciara Larroza Nunes, 2025.

94 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Florianópolis, 2025.

Inclui referências.

1. Ciência dos Alimentos. 2. pigmento natural. 3. tecnologia verde. 4. sustentabilidade. I. Nunes, Itaciara Larroza. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos. III. Título.

Gabriela Gomes Minatel

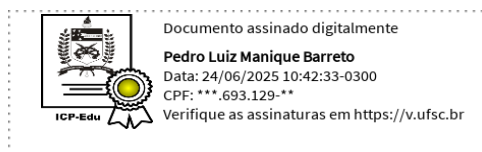
Casca de manga 'Tommy Atkins' como fonte de carotenoides: uma abordagem integrada de extração, encapsulamento e aplicação como corante natural

O presente trabalho em nível de Mestrado foi avaliado e aprovado, em 04 de abril de 2025, pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

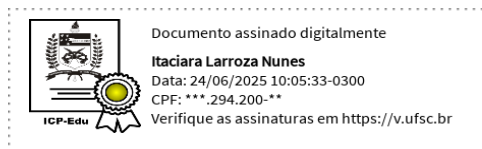
Prof.(a) Deborah Otero, Dr.(a)
Instituição Universidade Federal da Bahia

Prof.(a) Katia Rezzadori, Dr.(a)
Instituição Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Mestre/Mestra em Ciências dos Alimentos



Coordenação do Programa de Pós-Graduação



Prof.(a) Itaciara Larroza Nunes, Dr.(a)
Orientador(a)

Florianópolis, 2025.

RESUMO

A manga (*Mangifera indica* L.) e seus co-produtos são ricos em carotenoides, corantes naturais amarelo/laranja, promissores para substituir corantes artificiais em alimentos. Este trabalho teve como objetivo aproveitar a casca da manga 'Tommy Atkins' para a obtenção de carotenoides, utilizando solventes e técnica alternativos ao da extração convencional, além de encapsulá-los por co-cristalização com sacarose e edulcorantes, e aplicá-los em gelatina com função corante/adoçante. A casca da manga fresca foi caracterizada quanto a acidez, sólidos solúveis, cor e carotenoides totais. A casca foi seca em estufa com circulação de ar e moída. Os carotenoides da casca seca foram extraídos empregando LIs e etanol (razão sólido-líquido 1:3, em ultrassom de banho, 50 °C/ 20 minutos), realizando-se três extrações consecutivas nestas condições, para a escolha do solvente que possibilitasse maior teor de carotenoides. O extrato de carotenoides obtido com o melhor solvente (etanol) foi encapsulado por co-cristalização, utilizando como encapsulantes sacarose (CAE) e os edulcorantes sacarina (CSE) e xilitol (CXE). Os co-cristais foram caracterizados quanto a morfologia (MEV), umidade, aw, FTIR, DSC e DRX, e cor durante 42 dias de armazenamento (temperatura ambiente/escuro). Os co-cristais foram aplicados como corante natural/adoçante em gelatina, obtendo-se: amostra com 100% de co-cristais de sacarose (GAC), amostra reduzida em açúcares, contendo 25% de co-cristais de sacarina e 75% de co-cristais de sacarose (GSA), e amostra com 100% de co-cristais de xilitol (GXI), sendo os pós avaliados durante 42 dias e as amostras prontas para servir por 7 dias. O etanol foi mais eficiente para extração, sendo utilizado para a obtenção dos carotenoides. Sacarose (51,86%) e xilitol (51,80%) apresentaram maior eficiência de encapsulamento ($p < 0,05$) quando comparados à sacarina (50,62%). As micrografias demonstraram presença de aglomerados com superfície porosa, sugerindo aprisionamento dos carotenoides nos co-cristais. A umidade variou de 0,22 a 1,37% entre os co-cristais, enquanto a aw variou de 0,5870 a 0,6776. Os co-cristais de sacarose (CAE) e sacarina (CSE) mantiveram a luminosidade (L^*) estável, enquanto CXE apresentou redução ($p < 0,05$), todos próximos a 100. O parâmetro a^* aumentou em CAE e CXE, aproximando-se do vermelho, enquanto CSE tendeu ao verde. O parâmetro b^* reduziu em CAE e CSE, enquanto CXE manteve-se estável. Os espectros FTIR mostraram que os co-cristais preservaram a matriz, mas com deslocamento e ampliação de bandas devido aos carotenoides. A DSC revelou novos picos endo e exotérmicos, evidenciando sua influência. DRX indicou a formação de uma rede cristalina, com manutenção e adição de picos nas matrizes. A gelatina contendo co-cristais de sacarose (GAC) apresentou menor variação de cor no armazenamento. No 3º dia em refrigeração, todas as amostras prontas para servir apresentaram $\Delta E^* < 2$ (exceto GSA), indicando alteração de cor perceptível com observação atenta. No 7º dia, todas as gelatinas prontas para servir com co-cristais de carotenoides, apresentaram $\Delta E^* < 4,69$. A extração com etanol em ultrassom, a co-cristalização e aplicação bem-sucedida dos co-cristais de carotenoides da casca da manga em gelatina foram demonstradas, evidenciando o potencial desse ingrediente inovador como corante natural e fonte de açúcar ou de adoçante.

Palavras-chave: pigmento natural; tecnologia verde; sustentabilidade.

ABSTRACT

The mango (*Mangifera indica* L.) and its by-products are rich in carotenoids, natural yellow/orange pigments with promising potential to replace artificial food colorants. This study aimed to utilize the peel of 'Tommy Atkins' mango to obtain carotenoids using alternative solvents and extraction techniques compared to conventional methods, followed by encapsulation via co-crystallization with sucrose and sweeteners, and their application in gelatin as a dual-purpose coloring/sweetening agent. Fresh mango peel was characterized for acidity, soluble solids, color, and total carotenoid content. The peel was dried in a forced-air oven and ground. Carotenoids from the dried peel were extracted using ionic liquids and ethanol (solid-liquid ratio 1:3, in an ultrasonic bath at 50°C for 20 minutes), with three consecutive extractions performed under these conditions to select the solvent yielding the highest carotenoid content. The carotenoid extract obtained with the most effective solvent (ethanol) was encapsulated by co-crystallization using sucrose (CAE), saccharin (CSE), and xylitol (CXE) as encapsulating agents. The co-crystals were characterized for morphology (SEM), moisture content, water activity (a_w), FTIR, DSC, XRD, and color stability over 42 days of storage (ambient temperature/dark). The co-crystals were applied as natural colorants/sweeteners in gelatin, resulting in: a sample with 100% sucrose co-crystals (GAC), a reduced-sugar sample containing 25% saccharin co-crystals and 75% sucrose co-crystals (GSA), and a sample with 100% xylitol co-crystals (GXI). The powders were evaluated over 42 days, and the ready-to-serve samples were assessed for 7 days. Ethanol proved more efficient for extraction and was used to obtain the carotenoids. Sucrose (51.86%) and xylitol (51.8%) exhibited higher encapsulation efficiency ($p < 0.05$) compared to saccharin (50.62%). SEM micrographs revealed agglomerates with porous surfaces, suggesting carotenoid entrapment within the co-crystals. Moisture content ranged from 0.22% to 1.37% across the co-crystals, while a_w varied from 0.5870 to 0.6776. Sucrose (CAE) and saccharin (CSE) co-crystals maintained stable lightness (L^*), while xylitol co-crystals (CXE) showed a reduction ($p < 0.05$), all close to 100. The a^* parameter increased in CAE and CXE, shifting toward red, while CSE tended toward green. The b^* parameter decreased in CAE and CSE but remained stable in CXE. FTIR spectra indicated that the co-crystals preserved the matrix structure, with band shifts and broadening due to carotenoids. DSC analysis revealed new endothermic and exothermic peaks, highlighting their influence. XRD confirmed the formation of a crystalline network, with retention and addition of peaks in the matrices. Gelatin containing sucrose co-crystals (GAC) exhibited the least color variation during storage. On the third day of refrigeration, all ready-to-serve samples showed $\Delta E^* < 2$ (except GSA), indicating color changes perceptible only with close observation. By the seventh day, every ready-to-serve gelatins with carotenoid co-crystals exhibited $\Delta E^* < 4.69$. The successful extraction of carotenoids using ethanol in an ultrasonic bath, their co-crystallization, and application in gelatin were demonstrated, highlighting the potential of this innovative ingredient as a natural colorant and source of sugar or sweetener.

Keywords: natural pigment; green technology; sustainability

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Ilustração das diferentes cultivares de manga	6
Figura 2 - Diferentes partes da manga	7
Figura 3 - Mecanismo da co-cristalização	22
Figura 4 - Mangas cv. 'Tommy Atkins' utilizadas no estudo	31
Figura 5 – Esquema com a metodologia do trabalho	32
Figura 6 - Casca da manga seca A) antes da moagem B) após a moagem e padronização.....	34
Figura 7 - Escala cromática CIELab dos parâmetros da casca da manga cv. 'Tommy Atkins fresca'	43
Figura 8 – Cromatograma obtido por HPLC-PDA do extrato etanólico de carotenoides da casca da manga seca	45
Figura 9 - Co-cristais de extrato de carotenoides A) CAE, B) CSE e C) CXE	47
Figura 10 - Variação dos parâmetros de luminosidade (L^*) (A); eixo verde-vermelho (a^*) (B) e eixo azul-amarelo (b^*) (C) nos co-cristais com extrato de carotenoides	50
Figura 11 - Co-cristais com extrato de carotenoides nos dias A) 1, B) 21, e C) 42 de armazenamento	52
Figura 12 - Imagens do MEV com aumento de 50 X das partículas A) AÇU, B) SAC, C) XIL, D) CAE, E) CSE e F) CXE	55
Figura 13 - Espectros FTIR das amostras de A) EC, B) CAE e AÇU, C) CSE e SAC, e D) CXE e XIL.....	58
Figura 14 – Termogramas DSC das amostras A) AÇU, B) CAE, C) SAC, D) CSE, E) XIL e F) CXE	62
Figura 15 - Padrões DRX das amostras A) AÇU, B) CAE, C) SAC, D) CSE, E) XIL e F) CXE	65
Figura 16 - Gelatinas em pó nos dias A) 1, B) 21 e C) 42 de armazenamento	68
Figura 17 - Variação dos parâmetros de luminosidade (L^*) (A); eixo verde-vermelho (a^*) (B) e eixo azul-amarelo (b^*) (C) nas amostras de co-cristais com extrato de gelatina em pó.....	69
Figura 18 - Gelatinas prontas para servir nos dias A)1 e B)7 de armazenamento refrigerado.....	72

Figura 19 - Variação dos parâmetros de luminosidade (L^*) (A); eixo verde-vermelho (a^*) (B) e eixo azul-amarelo (b^*) (C) nas amostras de gelatina prontas para servir em armazenamento refrigerado.	73
--	----

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Carotenoides extraídos da manga e métodos de extração utilizados	18
Quadro 2 - Diferentes técnicas empregadas na formação de partículas e suas classificações	19
Quadro 3 - Aplicações de carotenoides como corante em matrizes alimentícias.....	26
Quadro 4 – Corantes presentes nas formulações de diferentes gelatinas comerciais amarelas.....	29

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição proximal da casca da manga cv. 'Tommy Atkins' (g/100g)..	10
Tabela 2 - Teor de carotenoides ($\mu\text{g/g}$) presentes na polpa nas cvs. Keitt e 'Tommy Atkins' maduras (base úmida)	12
Tabela 3 - Carotenoides predominantes na polpa de manga cv. 'Tommy Atkins' em diferentes fases de desenvolvimento (base úmida)	13
Tabela 4 - Carotenoides ($\mu\text{g/g}$) da casca de diferentes cultivares de manga (base úmida)	14
Tabela 5 - Principais cátions e ânions empregados na formação de líquidos iônicos	16
Tabela 6 - Carotenoides totais obtidos com LIs e etanol em extração no ultrassom de banho e com acetona em extração convencional	43
Tabela 7 - Teor de carotenoides totais nos co-cristais e eficiência do encapsulamento	47
Tabela 8 - Parâmetros de saturação (C^*), ângulo hue (h°) e ΔE^* das amostras de co-cristais com extrato de carotenoides nos dias 1 e 42 de armazenamento	51
Tabela 9 - Termograma DSC dos encapsulantes e dos co-cristais com extrato de carotenoides.....	61
Tabela 10 - Parâmetros de saturação (C^*), ângulo hue (h°) e ΔE^* das amostras de gelatina em pó nos dias 1 e 42 de armazenamento	70
Tabela 11 - Parâmetros de saturação (C^*), ângulo hue (h°) e ΔE^* das amostras de gelatina líquida nos dias 1 e 7 de armazenamento refrigerado	74

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AÇU	Sacarose pura
aw	Atividade de água
CAE	Co-cristal de sacarose com extrato de carotenoides
CSE	Co-cristal de sacarina sódica com extrato de carotenoides
cv	Cultivar
CXE	Co-cristal de sacarina sódica com extrato de carotenoides
EC	Extrato de carotenoides
FDA	Food and Drug Administration
GAB	Gelatina em pó comercial com corantes naturais sabor abacaxi
GAC	Gelatina em pó com co-cristais de sacarose contendo carotenoides
GAE	Equivalente de Ácido Gálico
GMA	Gelatina em pó comercial com corantes artificiais sabor manga
GRAS	Geralmente reconhecidos como seguro
GSA	Gelatina em pó com co-cristais de sacarose e de sacarina sódica contendo extrato de carotenoides
GXI	Gelatina em pó com co-cristais de xilitol contendo extrato de carotenoides
HPLC	Cromatografia Líquida de Alta Eficiência
IN	Instrução Normativa
GAB	Gelatina pronta para servir comercial com corantes naturais sabor abacaxi
GAC	Gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose contendo extrato de carotenoides
GMA	Gelatina pronta para servir comercial com corantes artificiais sabor manga
GSA	Gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose e de sacarina sódica contendo extrato de carotenoides
GXI	Gelatina pronta para servir com co-cristais de xilitol contendo extrato de carotenoides
LI	Líquido Iônico
SAC	Sacarina pura
UAE	Extração assistida por ultrassom
UE	União Europeia
UI	Unidades Internacionais

UV	Ultravioleta
UVB	Ultravioleta tipo B
XIL	Xilitol puro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.1	OBETIVOS.....	5
1.1.1	Objetivo geral	5
1.1.2	Objetivos específicos	5
2	DESENVOLVIMENTO	6
2.1	MANGA.....	6
2.1.1	Composição química da polpa, casca e semente	8
2.1.2	Carotenoides da manga	11
2.2	EXTRAÇÃO DE CAROTENOIDES	14
2.3	ENCAPSULAMENTO	19
2.3.1	Co-cristalização.....	21
2.4	USO DE CAROTENOIDES COMO CORANTES	24
3	MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1	MATERIAIS.....	31
3.2	MÉTODOS	31
3.3	CARACTERIZAÇÃO DA CASCA DA MANGA FRESCA	32
3.3.1	Acidez total titulável e sólidos solúveis totais	33
3.3.2	Carotenoides totais e cor	33
3.4	SECAGEM DAS CASCAS DE MANGA	34
3.5	EXTRAÇÃO DE CAROTENOIDES DA CASCA DA MANGA SECA COM LIS E SOLVENTE GRAS.....	35
3.5.1	Eficiência da extração	35
3.5.2	Determinação dos carotenoides majoritários	36
3.6	ENCAPSULAMENTO DOS CAROTENOIDES POR CO-CRISTALIZAÇÃO	36
3.6.1	Carotenoides totais dos co-cristais	37
3.6.2	Eficiência do encapsulamento.....	37
3.7	CARACTERIZAÇÃO DOS CO-CRISTAIS	38
3.7.1	Microscopia Eletrônica de Varredura e Tamanho de Partícula.....	38
3.7.2	Umidade e atividade de água	38
3.7.3	Variação de cor	38
3.7.4	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	39

3.7.5	Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC)	39
3.7.6	Difração de Raio-X (DRX)	39
3.8	APLICAÇÃO DOS CO-CRISTAIS EM GELATINA EM PÓ E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DA COR	40
3.8.1	Estabilidade da cor das formulações em pó	40
3.8.2	Estabilidade da cor das formulações após o preparo	40
3.9	ANÁLISES ESTATÍSTICAS	41
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1	ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL, SÓLIDOS SOLÚVEIS TOTAIS, CAROTENOIDES TOTAIS E COR DA CASCA DA MANGA FRESCA	41
4.2	CAROTENOIDES TOTAIS DA CASCA DA MANGA SECA OBTIDOS COM LIS, ETANOL (GRAS) E ACETONA	43
4.3	CAROTENOIDES MAJORITÁRIOS DA CASCA SECA	45
4.4	ENCAPSULAMENTO DOS CAROTENOIDES POR CO-CRISTALIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS CO-CRISTAIS	46
4.4.1	Carotenoides totais e eficiência do encapsulamento	47
4.4.2	Parâmetros colorimétricos	49
4.4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura e Tamanho de Partícula	53
4.4.4	Umidade e atividade de água	56
4.4.5	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	57
4.4.6	Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC)	61
4.4.7	Difração de Raio-X (DRX)	64
4.5	ESTABILIDADE DA COR DAS GELATINAS EM PÓ	67
4.5.1	Estabilidade das gelatinas prontas para servir sob refrigeração	71

1 INTRODUÇÃO

O principal produtor de manga (*Mangifera indica* L.) no mundo é a Índia, seguido por Indonésia e China. Em seguida encontram-se Paquistão, México e o Brasil, na sexta posição. A produção mundial de manga ultrapassou 61 milhões de toneladas, em 2023 (Faostat, 2025). No Brasil, o total da produção da fruta nesse mesmo ano foi de 1.758.118 toneladas, e a região Sul contribuiu com 6.826 toneladas. (IBGE, 2023).

Em 2023, foi exportado pelo Brasil o total de 266 mil toneladas de manga, sendo 65,5% destinado a União Europeia, e o valor total de exportação atingiu US\$ 314,47 milhões (MAPA, 2024). Sua notável capacidade de crescimento em diversas condições ambientais garante que esteja prontamente disponível para consumo durante todo o ano (Martins *et al.*, 2023). A cultivar ‘Tommy Atkins’ representa cerca de 79% da área de manga plantada no Brasil (Sá; Messias, 2022). A região Sul do país é a que mais consome a fruta, especialmente o estado de Santa Catarina, que lidera a quantidade de manga consumida per capita anualmente, que é de aproximadamente 1,92 kg por habitante (Embrapa, 2023). Neste trabalho, a cultivar ‘Tommy Atkins’ foi selecionada devido ao seu amplo cultivo, alto teor de β -caroteno e relevância como cultivar de exportação.

Esse consumo está associado as características sensoriais e nutricionais da manga, que é rica em polifenóis e carotenoides, os quais conferem à fruta uma notável atividade antioxidante, assim como vitaminas e fibras tornando-a um ingrediente promissor para a incorporação em produtos alimentícios (Sogi; Siddiq; Dolan, 2015). Os co-produtos provenientes da manga também são ricos em compostos bioativos que podem ser aproveitados. As folhas são fontes de polifenóis e carotenoides. A semente destaca-se como fonte de ácidos graxos poli-insaturados e compostos fenólicos (Castro-Vargas, *et al.*, 2019; Martins *et al.*, 2023).

A casca da manga corresponde de 7 a 24% do peso da fruta, e é rica em fitoquímicos, como polifenóis e carotenoides, além de fibras dietéticas e pectina (Jahurul *et al.*, 2015). Esta porção da fruta, geralmente, é descartada, enfrentando problemas como altos custos de transporte e disponibilidade finita de aterros. Anualmente, são gerados cerca de 15 a 25 milhões de toneladas de co-produtos provenientes do processamento de manga (Jeevitha *et al.*, 2023). Esses co-produtos são provenientes da produção de sucos, geleias, concentrados, conservas, frutas desidratadas, entre outros produtos. Considerando a riqueza de compostos bioativos

presentes na casca, a valorização deste material, muitas vezes descartado como resíduo, levaria a uma movimentação da economia, além de reduzir o impacto no meio ambiente, abordando o conceito da economia circular ao permitir que estes compostos sejam recolocados na cadeia de abastecimento (Campos *et al.*, 2020).

Os produtos derivados da manga têm suscitado crescente interesse, seus carotenoides destacam-se como potenciais corantes naturais amarelo/laranja para substituição dos corantes sintéticos, que atualmente são os mais comuns na indústria alimentícia (Barciela; Perez-Vazquez; Prieto, 2023). Os corantes azo, como o amarelo tartrazina, devido ao seu baixo custo e boa estabilidade, são comumente empregados em alimentos voltados ao público infantil, estando presente na lista de ingredientes de sucos em pó, iogurtes, bebidas adoçadas e doces, como a gelatina, por exemplo (Kaya; Cetinkaya; Ozkan, 2021; Ramos-Souza *et al.*, 2023). Embora os corantes artificiais apresentem vantagens em relação à aparência, o uso elevado dessas substâncias pode estar associado a riscos, incluindo efeitos tóxicos, reações adversas e a possíveis efeitos carcinogênicos (Novais *et al.*, 2022; Barciela; Perez-Vazquez; Prieto, 2023).

No Brasil, conforme a Instrução Normativa (IN) nº 2011 de 2023, alguns carotenoides foram autorizados para uso como corantes naturais em alimentos, tais como: β -caroteno, β -apo-8'-carotenal, bixina, norbixina, extrato de páprica (capsantina), licopeno, flavoxantina, luteína, criptoxantina, rubixantina, violaxantina, rodoxantina e cantaxantina. O Regulamento (CE) N° 1333/2008, da União Europeia (UE), além de autorizar todos os carotenos, autoriza o extrato de páprica expresso tanto em capsantina quanto em capsorubina. Nos Estados Unidos, o FDA (*Food and Drug Administration*) aprova para o uso em alimentos destinados a humanos os carotenoides β -caroteno, β -apo-8'-carotenal, cantaxantina, licopeno e luteína (Food and Drug Administration, 1977).

O mercado global de carotenoides cresce impulsionado pela adoção desses pigmentos pelas indústrias farmacêutica, cosmética e alimentícia, bem como pelo crescente interesse dos consumidores por alimentos "*clean label*". Atualmente, a Ásia está emergindo como o maior mercado em crescimento. A América do Sul, apesar de ter um mercado menor, também está experimentando um aumento na demanda por esses compostos naturais (Mordor Intelligence, 2023).

Associado a essa demanda, técnicas para a extração de compostos bioativos a partir de agentes menos prejudiciais ao ambiente vêm sendo estudadas. O etanol

enquadra-se como tal agente, sendo considerado um solvente GRAS (geralmente reconhecido como seguro) pela Food and Drug Administration (FDA, 2022b). Também apresenta menor impacto ambiental e toxicológico em comparação com solventes orgânicos convencionais, como a acetona, comumente utilizada na extração de carotenoides de alimentos (Fernandes *et al.*, 2024; Rodríguez-Amaya, 2001). Essas características o tornam um solvente adequado para aplicações alimentícias. Além deste, os líquidos iônicos (LIs) também podem ser utilizados em substituição aos solventes orgânicos convencionais, visto que são pouco voláteis e apresentam maior solubilidade e estabilidade quando comparados com estes solventes (Ferreira; Granato; Nunes, 2022).

A aplicação do ultrassom em combinação com solventes tem a capacidade de aprimorar a transferência de massa por meio do efeito de cavitação induzido na estrutura do substrato. Este fenômeno envolve a formação de bolhas que podem colapsar, resultando na ruptura dos tecidos. Esta técnica mostrou-se mais eficaz na extração de compostos bioativos em comparação aos métodos de extração convencionais, como agitação magnética ou maceração (Baria *et al.*, 2019; Pimentel-Moral *et al.*, 2020). Li *et al.* (2013) obtiveram um rendimento de 104% ao combinar a técnica de extração com ultrassom e o óleo de girassol como solvente na obtenção de carotenoides de cenoura quando comparado à extração convencional com hexano. Luengo *et al.* (2014) aumentaram em 143% a eficiência da extração de carotenoides em co-produto de tomate aplicando o ultrassom combinado ao hexano e etanol, quando comparado com a extração convencional com os mesmos solventes. Os principais fatores que influenciam a eficiência da extração assistida por ultrassom incluem a seleção do solvente e a temperatura utilizada. Contudo, outros parâmetros, como a proporção solvente-amostra, o número de ciclos, o tempo de contato e o pH do meio, também podem afetar significativamente o processo de extração (López-Salas *et al.*, 2024).

Após a extração, em função da sua solubilidade em meios lipofílicos, os carotenoides são frequentemente utilizados como corantes em manteiga, óleos, queijos, iogurtes, entre outros (Nabi *et al.*, 2023). No entanto, para viabilizar seu uso em outros tipos de alimentos, bem como aumentar a sua estabilidade ao oxigênio e a luz, os mesmos podem ser submetidos a técnicas de encapsulação. A co-cristalização é uma técnica que encapsula um composto no núcleo de um segundo material, o agente encapsulante, que na maioria dos casos é a sacarose, formando cristais que

protegem o composto de interesse, além de aumentarem a sua solubilidade, dispersão e dissolução (Kaur *et al.*, 2021). O estudo de Kaur *et al.* (2021) co-cristalizou um extrato de carotenoides da cenoura com sacarose, obtendo eficiência de 77%, enquanto outros dois estudos, de López-Córdoba *et al.* (2014) e Federzoni *et al.* (2019) encapsularam através da co-cristalização um extrato aquoso de erva mate e oleorresina de páprica, respectivamente, no entanto os co-cristais obtidos não foram aplicados em alimentos.

Alguns estudos já aplicaram a técnica de co-cristalização utilizando edulcorantes em substituição à sacarose em fármacos (Arafa *et al.*, 2016; Aitipamula; Wong; Kanaujia, 2018; Connor *et al.*, 2019; Queiroz *et al.*, 2022). O uso de edulcorantes possibilita a aplicação dos co-cristais em alimentos para dietas para redução ou controle de peso, assim como para portadores de distúrbios metabólicos, como a diabetes (Mussatto; Roberto, 2002).

Estima-se que o mercado global de gelatina tenha movimentado cerca de US\$ 2 bilhões em 2024, com projeções apontando um crescimento para aproximadamente US\$ 2,51 bilhões até 2029. No que diz respeito às aplicações, o segmento de alimentos e bebidas manteve-se como o principal responsável pela maior participação no mercado global de gelatina (Mordor Intelligence, 2024). A gelatina é um alimento que, geralmente, contém corantes artificiais e açúcares, ou edulcorantes nas versões zero açúcar. Dessa forma, a aplicação de co-cristais de carotenoides nessa matriz não apenas pode conferir coloração natural ao produto, reduzindo a necessidade de corantes artificiais, como também ser fonte de açúcar/edulcorante, possibilitando sua atuação simultânea como corante natural e adoçante.

A utilização da casca da manga cultivar 'Tommy Atkins' como fonte de carotenoides, associada ao uso de ultrassom e LIs e/ou solventes seguros, bem como o encapsulamento dos extratos por co-cristalização e sua aplicação como ingrediente de função dupla, atuando como corante natural e adoçante em gelatina, representa uma abordagem inovadora e constitui o diferencial deste estudo. Além disso, a co-cristalização dos carotenoides com edulcorantes possibilita a aplicação do ingrediente desenvolvido em gelatinas "sem adição de açúcares" ou "reduzidas em açúcar". Esta abordagem pode abrir novos caminhos para a incorporação de carotenoides de co-produtos agroindustriais em alimentos.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Aproveitar a casca da manga 'Tommy Atkins' para a obtenção de carotenoides, utilizando solventes e técnica alternativos ao da extração convencional, além de encapsulá-los por co-cristalização com sacarose e edulcorantes, e aplicá-los em gelatina com função corante/adoçante.

1.1.2 Objetivos específicos

- a) Caracterizar a casca da manga fresca quanto a sua acidez, sólidos solúveis, cor e carotenoides;
- b) Extrair e quantificar os carotenoides presentes na casca da manga seca, usando técnica convencional e combinação de solvente GRAS e LIs com ultrassom;
- c) Determinar os carotenoides majoritários do extrato obtido;
- d) Obter extrato rico em carotenoides;
- e) Co-cristalizar o extrato de carotenoides obtido com sacarose e com edulcorantes (sacarina e xilitol);
- f) Caracterizar os co-cristais quanto ao tamanho e morfologia, umidade e atividade de água (a_w);
- g) Avaliar os co-cristais quanto a cor durante 42 dias de armazenamento em temperatura ambiente;
- h) Caracterizar os co-cristais quanto à estabilidade térmica, interações químicas e cristalinidade.
- i) Aplicar os co-cristais como corante/adoçante em gelatina sem cor e sem sabor;
- j) Avaliar a gelatina em pó com os co-cristais quanto a cor durante 42 dias de armazenamento em temperatura ambiente;
- k) Avaliar a cor da gelatina pronta para consumo adicionada dos co-cristais durante 7 dias de armazenamento refrigerado;
- l) Comparar os resultados dos co-cristais elaborados com sacarose e com edulcorantes e determinar o melhor agente encapsulante.

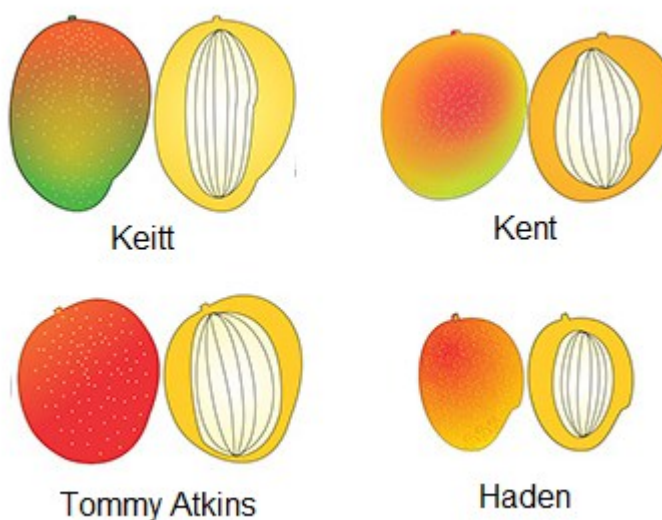
2 DESENVOLVIMENTO

2.1 MANGA

De janeiro a maio de 2023, o Brasil arrecadou US\$ 51,3 milhões com a exportação de mangas, tornando-a a segunda maior receita de exportação de frutas do país. A quantidade de manga exportada exclusivamente pelo Brasil em 2023 totalizou 275.818 toneladas, correspondendo a 45% do volume total de mangas exportadas na região da América do Sul (FAO, 2024).

As cultivares mais conhecidas da manga são a Kent, a 'Tommy Atkins', a Haden e a Keitt (Figura 1). Cada cultivar exibe concentrações específicas de nutrientes e compostos bioativos (Lenucci *et al.*, 2022). Devido a sua resistência a pragas, doenças e principalmente ao transporte em longas distâncias, a cv. 'Tommy Atkins' é a mais produzida no país. Ela também é uma das cultivares mais cultivadas no mundo para exportação (Costa; Santos, 2024). Essas características permitem seu comércio o ano inteiro, facilitando a obtenção da matéria-prima para o desenvolvimento deste trabalho.

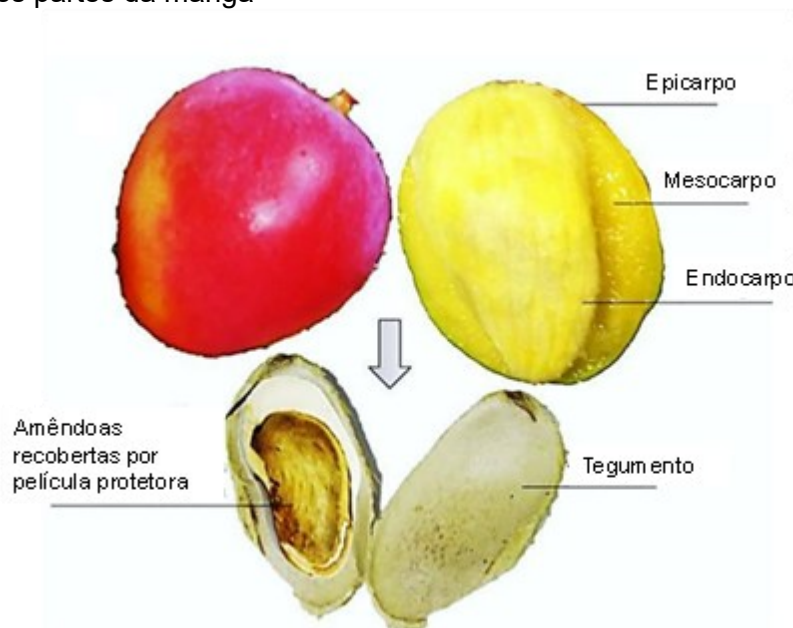
Figura 1 - Ilustração das diferentes cultivares de manga



Fonte: Adaptado de Ceagesp (2024).

As mangas são compostas por três partes distintas: a polpa (mesocarpo), a casca (epicarpo) e a semente (endocarpo) (Figura 2).

Figura 2 - Diferentes partes da manga



Fonte: Cordeiro (2013).

A polpa da manga pode ser utilizada na elaboração de molhos, conservas, sucos, néctares, geleias, purê, iogurtes e gelatina (Tharanathan; Yashoda; Prabha, 2006). No entanto, no processo de produção desses alimentos, a casca e a semente, geralmente, são descartadas (Kaur *et al.*, 2022). Em termos globais, a perda de alimentos pós-colheita e nas etapas subsequentes de processamento foi estimada em 13,23% no ano de 2021. No contexto da América Latina, esse índice é mais elevado, atingindo 14,5% durante o mesmo período (FAO, 2023). No processo de despulpamento da manga, aproximadamente 55% dos co-produtos obtidos consistem em produtos sólidos (Giraldo *et al.*, 2007). Entretanto, observa-se uma escassez de aplicações comerciais para os co-produtos gerados durante o seu processamento. Anualmente, a produção desses co-produtos resultantes do consumo da manga atinge uma magnitude entre 14 e 25 milhões de toneladas.

A semente da manga corresponde de 35 a 55% do peso total da fruta. Ela pode ser subdividida em três partes distintas: a testa, a casca e o caroço, que constituem aproximadamente 3, 29 e 68% do peso total da semente, respectivamente (Odunsi, 2005).

A casca destaca-se como o principal co-produto obtido após o processamento das frutas e, apesar de constituir uma fonte de compostos bioativos, entre eles os carotenoides, é majoritariamente descartada, tornando-se apenas resíduo (Ajila; Bhat;

Rao, 2007; Ruales *et al.*, 2018). Ademais, a casca mangífera apresenta nitrogênio e fósforo, bem como uma considerável proporção de água, suscitando preocupações relacionadas à emissão de gases e à geração de agentes lixiviadores, decorrentes de processos de alteração mediados por microrganismos (Serna-Cock; García-Gonzales; Torres-León, 2015).

O descarte de co-produtos dos vegetais, além de demandar matéria-prima e energia, causam problemas ambientais, levando à necessidade de investimentos para o tratamento adequado dos mesmos. Estes produtos podem conter substâncias com alto valor agregado, as quais podem ser aplicadas em processos como a transformação em ingredientes secundários para a indústria de alimentos, ser bioconvertidos em outros produtos através da fermentação ou serem utilizados como bioadsorventes no tratamento de resíduos, por exemplo (Pelizer; Pontieri; Moraes, 2007). Os co-produtos resultantes do processamento da manga podem desempenhar um papel como ingredientes na elaboração de produtos alimentícios diversos, tais como massas, pães, biscoitos, iogurtes, molhos, entre outras preparações.

2.1.1 Composição química da polpa, casca e semente

A composição química da manga (*Mangifera indica* L.) varia com o tipo de cultivar, e revela-se altamente complexa, com a identificação de mais de 300 compostos, como terpenóides, ésteres, aldeídos cetonas, entre outros. As cultivares provenientes das Américas, como 'Tommy Atkins', Kent, Haden e Ataulfo, apresentam uma riqueza particular em terpenos (Canuto; Souza Neto; Garruti, 2009).

Múltiplos elementos podem influenciar sua composição. Além das condições ambientais em que é cultivada, o genótipo específico da manga, as práticas agrícolas empregadas, o estágio de maturação da fruta e os processos de pré e pós-colheita, que desempenham papéis cruciais na determinação dos componentes e de suas respectivas quantidades em cada parte da fruta (Lenucci *et al.*, 2022).

A manga é uma fruta tropical rica em açúcares (16-18% p/v), ácidos orgânicos, antioxidantes, carotenoides e vitaminas. O principal carboidrato presente na manga verde, assim como na maioria das frutas não maduras, é o amido. Também são encontradas celulose, hemicelulose e pectina (Bernardes-Silva, 2000). Quando verde, a presença dos ácidos cítrico, málico, oxálico, succínico e outros ácidos orgânicos atribuem à manga um sabor mais azedo. No entanto, à medida que amadurece, a manga desenvolve um sabor doce, resultado da interação entre os açúcares e,

principalmente, o ácido málico, que predomina nesse estágio de amadurecimento (Lebaka *et al.*, 2021).

O conteúdo proteico na polpa é baixo e os principais aminoácidos encontrados são ácido glutâmico, alanina, arginina, glicina, serina, leucina e isoleucina, principalmente no seu estágio maduro. Os lipídios também estão em muito baixa concentração (TACO, 2011).

O amadurecimento da fruta é concomitante ao decréscimo gradativo do amido, associado ao aumento da atividade das enzimas amilases. Na fase pós-colheita, os principais açúcares acumulados na polpa incluem glicose, frutose e sacarose, sendo que, na cultivar Tommy, a frutose predomina, ao contrário das cultivares Van Dyke, Haden, Palmer e Keitt, onde há o predomínio da sacarose (Bernardes-Silva, 2000).

A polpa da manga conta ainda com a presença de ácido cítrico e ácido málico. Outros ácidos podem estar presentes, como oxálico, succínico, pirúvico, tartárico, mucônico, galípico, glucurônico e galacturônico. A vitamina C e os precursores da vitamina A são os mais abundantes na manga (Ellong; Adenet; Rochefort, 2015; DAR *et al.*, 2016; Matheyambath; Subramanian; Paliyath, 2016; Maldonado-Celis *et al.*, 2019; Lebaka *et al.*, 2021).

A semente da manga é rica em amido, cujo conteúdo varia de 58 a 80%. O teor de amido impacta a qualidade do sabor da fruta, contribuindo para torná-la mais doce. Quanto maior a quantidade de amido, maior será a síntese de açúcares durante o processo de maturação da manga. Essa parte também é rica em lipídios, os quais representam aproximadamente 9% do seu peso em base seca (Zafar; Sidhu, 2017). Na semente também estão presentes algumas proteínas e taninos. Esta porção também pode ser considerada uma fonte de aminoácidos essenciais, estando presentes leucina, isoleucina, metionina, fenilalanina, lisina, treonina, tirosina, valina e outros aminoácidos essenciais e não essenciais cujos teores variam de acordo com o cultivar da manga e o seu estágio de maturação (Diarra, 2014; Dar *et al.*, 2016; Zafar; Sidhu, 2017; Maldonado-Celis *et al.*, 2019; Lebaka *et al.*, 2021).

A casca da manga é um co-produto do processamento da manga que contém fibras, como pectina, celulose, hemicelulose, variando de 16 a 28% em fibras solúveis e de 29 a 50% em fibras insolúveis, além de lipídios, proteínas e alguns micronutrientes, como carotenoides e polifenóis, que podem ser extraídos e tornarem-se ingredientes em formulações de massas, pães, biscoitos e até em produtos

destinados a bebês, agregando valor ao produto final (Beerh *et al.*, 1976; Aila; Rao, 2013; Dar *et al.*, 2016).

A composição da casca da manga cv. 'Tommy Atkins' está apresentada na Tabela 1:

Tabela 1 - Composição proximal da casca da manga cv. 'Tommy Atkins' (g/100g)

Componente	Teor*
Umidade	78,70 ± 0,45
Proteína	1,24 ± 0,11
Lipídeos	0,18 ± 0,01
Carboidratos totais	12,89 ± 0,00
Fibra alimentar	11,02 ± 0,07
Açúcares redutores	0,55 ± 0,02
Açúcares não redutores	1,69 ± 0,04
Amido	0,19 ± 0,13
Resíduo mineral fixo	0,99 ± 0,05

Fonte: Adaptado de MARQUES *et al.* (2010). *Média ± desvio padrão.

A pectina, um heteropolissacarídeo prevalente nas estruturas das paredes celulares vegetais, é primariamente encontrada na casca da manga, especialmente após a completa maturação do fruto. Berardini *et al.* (2005) realizaram uma análise do teor de pectina na casca da manga da cultivar 'Tommy Atkins', obtendo valores em torno de 20% (base seca), com um grau de esterificação superior a 60%. O grau de esterificação encontrado pode ser considerado elevado, assemelhando-se aos graus observados em amostras de maçã, cujos graus de esterificação situam-se na faixa entre 70 e 88%. A quantidade de pectina extraída da casca da manga por Ribeiro *et al.* (2021) foi de 21,82 ± 0,95%.

O conteúdo lipídico na casca é maior do que na polpa. O teor de ácidos graxos na casca pode variar de 0,75 a 1,7%, e durante o processo de amadurecimento da fruta, observa-se um incremento nos ácidos graxos insaturados, incluindo uma relação ω -6: ω -3 (≤ 1) (Pathak; Sarada, 1974; Deshpande *et al.*, 2016; Lebaka *et al.*, 2021).

A mudança de coloração na casca durante a maturação varia entre os cultivares e se deve, principalmente, à degradação da clorofila, em especial a clorofila *a*, e à síntese de carotenoides. A degradação da clorofila manifesta-se aparentemente com uma taxa mais acelerada em comparação à síntese de carotenoides, sendo este fenômeno um processo sensível à temperatura (Medlicott; Bhogal; Reynolds, 1986). A cultivar 'Tommy Atkins', por exemplo, transita de uma coloração inicialmente verde em sua casca para um matiz predominantemente vermelha, com um fundo amarelo-

laranja. Em contrapartida, a cultivar Keitt evolui de um estágio verde para uma tonalidade amarela (Mercadante; Rodriguez-Amaya, 1998).

Minerais como cálcio e potássio estão mais concentrados na casca em comparação com a polpa da manga. Essa região, especialmente quando a fruta está madura, também é uma fonte significativa de vitamina E (Nijiru *et al.*, 2014). O teor de antocianinas totais na casca da manga é de apenas aproximadamente 0,4 µg/100 g (base seca), considerado um valor baixo quando comparada à quantidade de antocianinas totais de outras fontes, como o bagaço de uva que pode conter até 13.186 µg/100 g (base seca) (Kammerer *et al.*, 2004; Berardini *et al.*, 2005). A quantidade de polifenóis varia de 55 a 110 mg/g (base seca) e, nas cultivares 'Tommy Atkins' e Chok Anan, a quantidade de mangiferina se sobressai em relação a outros polifenóis (Lakshminarayana; Subhadra; Subramanyam, 1970; Berardini *et al.*, 2005; Ribeiro *et al.*, 2008).

2.1.2 Carotenoides da manga

Os carotenoides presentes nos alimentos são geralmente compostos tetraterpenoides (C₄₀) com uma estrutura fundamental que consiste em uma cadeia de carbono linear e simétrica. Essa cadeia muitas vezes possui grupos metil nas laterais e pode apresentar modificações nas extremidades, como estruturas cíclicas ou outras alterações, como hidrogenação, desidrogenação, rearranjo e isomerização. Muitos deles existem em diferentes formas isoméricas, incluindo isômeros *cis* e *trans* (E/Z), sendo esta última a forma prevalente na natureza, devido a sua maior estabilidade. Essas modificações levam a uma ampla variedade de estruturas de carotenoides diferentes. A presença de sistemas de ligações duplas conjugadas faz com que essas moléculas se comportem como cromóforos, o que significa que elas têm a capacidade de absorver luz. Isso é o que confere a pigmentação amarela, laranja ou vermelha encontrada em muitos alimentos (Rodriguez-Amaya; Kimura, 2004).

Essas moléculas são categorizadas com base em sua estrutura molecular em carotenos e xantofilas, sendo estas últimas produtos resultantes da oxigenação dos carotenos, o que confere propriedades físicas e fisiológicas distintas. As xantofilas, por sua vez, ainda são classificadas com base na presença de grupos funcionais como carboxila, carbonila, hidroxila e epóxido (Zhang, 2018; Rehman *et al.*,

2020). α -caroteno, β -caroteno e licopeno são classificados em carotenos, enquanto luteína, zeaxantina ou violaxantina classificam-se como xantofilas.

Em plantas, os carotenoides sintetizados geralmente acumulam-se nos cloroplastos e cromoplastos. Nos cloroplastos, os carotenoides estão ligados à clorofila, na membrana fotossintética, formando complexos pigmento-proteína. À medida que a fruta amadurece, os cloroplastos dão lugar aos cromoplastos, em que há associações entre carotenoides, lipídios polares e proteínas, formando complexos responsáveis por reter e gerar um acúmulo de carotenoides (Lu; Li, 2008).

O teor de carotenoides na manga é altamente influenciado pelo tipo de cultivar. Em diversos cultivares de manga, tal como 'Tommy Atkins', Alphonso, Keitt e Kent, em meio a outras, foram identificados mais de 25 carotenoides, existindo em formas livres e/ou esterificadas. Os carotenoides predominantes, geralmente, são as xantofilas *all-trans*-violaxantina e *9-cis*-violaxantina, seguidas pelo caroteno *all-trans*- β -caroteno. No entanto, enquanto a cultivar 'Tommy Atkins' apresenta valores mais elevados de *all-trans*-violaxantina e *9-cis*-violaxantina quando comparada à cultivar Keitt, esta possui uma maior quantidade do *all-trans*- β -caroteno. O teor de alguns dos carotenoides majoritários presentes na polpa destas duas cultivares, no estágio maduras está apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 - Teor de carotenoides ($\mu\text{g/g}$) presentes na polpa nas cvs. Keitt e 'Tommy Atkins' maduras (base úmida)

Carotenoides	Keitt	'Tommy Atkins'
<i>all-trans</i> - β -caroteno	$6,70 \pm 1,60$	$5,80 \pm 2,50$
<i>all-trans</i> -violaxantina	$18,00 \pm 4,00$	$22,40 \pm 9,10$
<i>9-cis</i> -violaxantina	$7,20 \pm 1,40$	$14,50 \pm 4,70$
Carotenoides totais	$38,80 \pm 7,70$	$51,20 \pm 16,80$

Fonte: Adaptado de Mercadante e Rodriguez-Amaya (1998).

Durante o estágio inicial de amadurecimento, ocorre principalmente a formação das xantofilas, incluindo violaxantina, anteraxantina e auroxantina. Por outro lado, a colheita mais tardia possibilita a síntese de β -caroteno, α -caroteno, δ -caroteno e γ -caroteno (Dar *et al.*, 2016; Maldonado-Celis *et al.*, 2019; Lebaka *et al.*, 2021). Na Tabela 3 estão destacados os principais carotenoides presentes em 3 lotes de manga cv. 'Tommy Atkins', provenientes do Brasil, em diferentes estádios de maturação.

Tabela 3 - Carotenoides predominantes na polpa de manga cv. 'Tommy Atkins' em diferentes fases de desenvolvimento (base úmida)

Carotenoides	Concentração (µg/g)		
	Verde	Parcialmente madura	Madura
all- <i>trans</i> -β-caroteno	2,00 ± 0,80	4,00 ± 0,80	5,80 ± 2,50
Isômeros de luteoxantina	1,30 ± 0,70	2,70 ± 1,10	2,00 ± 0,60
all- <i>trans</i> -violaxantina	6,90 ± 3,00	18,00 ± 7,00	22,00 ± 9,00
9- <i>cis</i> -violaxantina	3,30 ± 1,30	9,00 ± 3,20	14,00 ± 5,00
all- <i>trans</i> -neoxantina	2,60 ± 1,80	6,60 ± 5,10	4,90 ± 4,50
Carotenoides totais	17,00 ± 7,80	45,10 ± 20,70	51,20 ± 16,80

Fonte: Adaptado de Mercadante e Rodriguez-Amaya (1998).

É possível observar o aumento do teor de carotenoides com o amadurecimento em mangas do cultivar 'Tommy Atkins', com notável acréscimo de all-*trans*-β-caroteno, all-*trans*-violaxantina e 9-*cis*-violaxantina (Mercadante; Rodriguez-Amaya, 1998). Esse processo é amplamente influenciado pela ação das clorofilases e peroxidases (Medlicott; Bhogal; Reynolds, 1986; Tharanathan; Yashoda; Prabha, 2006). Durante o amadurecimento, a quantidade de carotenoides na casca pode aumentar em até cinco vezes, alcançando seu pico quando a fruta atinge a maturidade completa. O nível de carotenoides na casca da manga madura serve como um indicador valioso do momento ideal para a colheita. Em comparação com a polpa, a casca da manga madura pode conter de 3 a 8 vezes mais carotenoides (Medlicott; Bhogal; Reynolds, 1986; Hu *et al.*, 2018).

Ranganath *et al.* (2018) realizaram a análise do perfil de carotenoides da casca de 12 cultivares diferentes de manga, identificando como principais compostos o β-caroteno, *cis*-β-caroteno, violaxantina e luteína. Na Tabela 4 estão apresentados os teores dos carotenoides identificados em alguns dos cultivares, com predominância do β-caroteno.

Tabela 4 - Carotenoides ($\mu\text{g/g}$) da casca de diferentes cultivares de manga (base úmida)

Carotenoide	'Tommy Atkins'	Lalmuni	Hamlet	Amrapali
β -caroteno	2,05	1,90	1,59	3,24
<i>cis</i> - β -caroteno	1,06	1,05	1,02	2,09
Luteína	0,73	0,43	0,53	0,50
Violaxantina	0,53	0,52	0,23	0,59
Total	5,47	6,27	4,23	12,19

Fonte: Ranganath *et al.* (2018)

2.2 EXTRAÇÃO DE CAROTENOIDES

A presença de uma variedade de carotenoides, cada um com suas próprias características, pode apresentar desafios na extração desses compostos, especialmente em frutas. As frutas possuem matrizes complexas, que diferem entre si e contêm uma ampla gama de macro e micronutrientes. Normalmente, a extração de carotenoides dessas fontes envolve o uso de solventes orgânicos, que são escolhidos com base na polaridade e em outras propriedades dos pigmentos (Saini; Keum, 2018).

O processo de extração de carotenoides envolve várias etapas, começando pela identificação da fonte dos carotenoides, que pode ser frutas, vegetais, fungos, bactérias, microalgas, leveduras, co-produtos industriais, entre outros. A extração convencional dos carotenoides consiste na maceração da amostra com um solvente em um processo chamado de extração exaustiva. Após essa etapa, é possível fazer a quantificação dos carotenoides totais por espectrofotometria Uv-Vis ou, realizar uma etapa de saponificação e lavagem do extrato para remoção do álcali, seguida por separação, identificação e quantificação por cromatografia líquida de alta eficiência (Rodriguez-Amaya, 2001).

Carotenoides menos polares assim como carotenos e os ésteres de xantofilas, geralmente são extraídos usando solventes orgânicos apolares, como hexano ou éter de petróleo, por exemplo. Por outro lado, carotenoides mais polares são frequentemente extraídos com solventes como acetona, etanol e acetato de etila, que são mais polares em comparação com os solventes mencionados anteriormente (Saini; Keum, 2018).

A solubilidade de carotenoides varia em diferentes solventes, tornando a seleção do solvente uma fase crucial na análise de alimentos (Su; Rowley; Balazs, 2002; Saini; Keum, 2018). Apesar de suas vantagens, como baixa polaridade, facilidade de remoção por evaporação, ponto de ebulição conveniente e estabilidade,

que são características benéficas para a extração de carotenoides, a maioria dos solventes orgânicos apresenta potenciais riscos para o meio ambiente, a saúde e a segurança do manipulador. Quando comparados com o hexano ou o clorofórmio, a acetona e o etanol ainda são preferíveis devido a considerações relacionadas a questões ambientais, de saúde e de segurança (Alfonsi *et al.*, 2008; Yara-Varón *et al.*, 2016).

O etanol é um solvente classificado pelo FDA como GRAS (geralmente reconhecidos como seguro). Uma substância é classificada como tal, quando possui a segurança da sua utilização elucidada e conhecida por especialistas (Burdock; Carabin, 2004). O uso de solventes GRAS reduz os impactos e os custos ambientais, além de reduzir os danos à saúde (Tiwari, 2015). Além disso, a não utilização de solventes tóxicos está inserida no contexto da “química verde”, a qual preza pela utilização de substâncias que não sejam persistentes, bioacumuláveis e tóxicas (PBT), perigosas, corrosivas e/ou gerem grande quantidade de resíduos (Armenta; Garrigues; La Guardia, 2015).

Os solventes considerados "verdes" são substâncias que causam um impacto ambiental moderado ou baixo e são capazes de garantir uma extração segura e eficaz. Esses solventes possuem a capacidade de extrair carotenoides com alto grau de pureza, requerem um tempo de extração mínimo, são não tóxicos e não explosivos, são compatíveis com uma variedade de carotenoides, podem ser recuperados e apresentam propriedades físico-químicas vantajosas, como baixo ponto de fusão e alta estabilidade (Viñas-Ospino *et al.*, 2023).

Atualmente, técnicas de potencialização da extração de compostos bioativos a partir de agentes de ruptura celular, os líquidos iônicos (LIs), também têm sido estudadas e utilizadas. Os LIs são sais orgânicos pouco voláteis e inflamáveis, e com ponto de fusão, geralmente, inferior a 100° C, devido à assimetria apresentada na estrutura dos seus íons. São obtidos através da associação de grandes cátions orgânicos com diversos ânions orgânicos ou inorgânicos e, por este motivo, são moldáveis (Murador *et al.*, 2019). Os principais cátions e ânions empregados na formação dos líquidos iônicos estão representados na Tabela 5. Estima-se que existam, atualmente, mais de 1014 substâncias com líquido iônico (LI) sintetizadas e a estimativa da receita obtida através do seu uso na extração de compostos, até o final de 2021, era de US\$ 39,6 milhões (Ferreira; Granato; Nunes, 2022). Apesar disso, ainda não há uma regulação por parte de agências como FDA e Codex

Alimentarius sobre o uso dos LI em alimentos.

Tabela 5 - Principais cátions e ânions empregados na formação de líquidos iônicos

Cátions	Ânions
Amônio (NH_4^+)	Fosfonato (PO_3^-)
Imidazólio ($\text{C}_3\text{H}_5\text{N}_2^+$)	Fosfato (PO_4^{-3})
Fosfônio (PH_4^+)	Hexafluorofosfato (PF_6^-)
Quinolínio ($\text{C}_9\text{H}_8\text{N}^+$)	Tetrafluoroborato (BF_4^-)
Piperidínio ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}^+$)	Sulfato (SO_4^{-2})
Piridínio ($\text{C}_5\text{H}_6\text{N}^+$)	Dicianamida ($\text{N}(\text{CN})_2^-$)
Morfolínio ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{NO}^+$)	Carboxilato (CHO_2^-)
Pirrolidínio ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}^+$)	Sulfonato trifluorometano ($\text{CF}_3\text{O}_3\text{S}^-$)

Fonte: Adaptado de Richu *et al.* (2022).

A principal vantagem dos LIs em relação aos solventes convencionais é sua alta pressão de vapor, o que reduz sua volatilidade e, assim, reduz perdas ocasionadas pela sua evaporação. Em comparação com solventes orgânicos voláteis, os LIs não apenas possuem uma densidade e viscosidade maiores, mas também exibem uma solubilidade e estabilidade significativas. A estrutura química de certos LIs confere a eles uma polaridade semelhante à polaridade de alguns solventes orgânicos, o que os torna substitutos altamente eficazes para esses compostos. Além disso, as interações que realizam, como troca aniônica, ligações de hidrogênio e interações hidrofóbicas, promovem a interação entre o solvente e o analito, o que representa uma vantagem significativa em técnicas de extração (Ferreira; Granato; Nunes, 2022).

Os líquidos iônicos têm sido empregados na extração de compostos bioativos, especialmente de carotenoides, em vegetais e algas marinhas. Geralmente, eles são utilizados em conjunto com co-solventes nos mais diversos métodos de extração, como ultrassom, agitação, homogeneização, incubação, entre outros (Yu *et al.*, 2022).

Métodos empregando LIs, como cloreto de 1-butil-3-metilimidazólio ([BMIM][Cl]) e hexafluorofostato de 1- butil-3-metilimidazólio ([BMIM][PF₆]) ou etanol, em conjunto com ultrassom já foram empregados na extração de carotenoides provenientes da casca de laranja, que contou com uma etapa de recuperação dos LIs, demonstrando uma otimização do processo em relação aos métodos convencionais (Murador *et. al*, 2019). Em co-produto sólido de manga foi empregado o LI cloreto de 1-octil-3-metilimidazólio ([C₈MIm][Cl]) para a obtenção de um extrato bioativo contendo principalmente mangiferina e hiperosídeo (Segatto *et al.*, 2022). Não foram

identificados trabalhos com uso de LIs para a extração de carotenoides de manga e de seus co-produtos.

Além da busca por novos solventes, destaca-se o uso de alguns equipamentos, tal como o ultrassom, que também pode ser utilizado na extração de carotenoides. Isso é possível devido ao fenômeno da cavitação acústica, que ocorre quando o ultrassom é aplicado a uma matriz em meio líquido. Esse processo leva à ruptura das células na matriz e aumenta a transferência dos compostos do material da matriz para o solvente (Saini; Keum, 2018).

As ondas sonoras emitidas possuem frequência superior a 20 kHz e exercem altas forças de cisalhamento no meio. A implosão das bolhas durante a cavitação na superfície da matriz sólida resulta na remoção de camadas superficiais, erosão e fragmentação das partículas. No entanto, a extração assistida por ultrassom (UAE) não se dá através de apenas um mecanismo e sim de diferentes mecanismos independentes ou em conjunto, incluindo fragmentação, erosão, capilaridade, detexturização e sonoporação (Chemat *et al.*, 2017).

No Quadro 1 estão apresentados estudos que realizaram a extração de carotenoides da manga, assim como os tipos de solventes empregados e as técnicas de extração utilizadas. Ressalta-se que esses estudos tinham como objetivo a extração quantitativa para caracterização das amostras quanto ao teor de carotenoides. As técnicas de extração empregadas variaram muito entre os diferentes trabalhos, porém observa-se que os solventes empregados com maior frequência foram a acetona e o hexano.

Quadro 1 - Carotenoides extraídos da manga e métodos de extração utilizados

Amostra	Cultivar	Solvente	Extração	Carotenoides totais (µg/g)	Referência
Polpa de manga	Keitt	Acetona	Extração exaustiva por maceração	55,0 ± 5,0 (b.s.)	Mercadante, Rodriguez-Amaya e Britton (1997)
Polpa de manga	Gopal Bhog, Shidura, Him sagar, Misrikanto, Chini Guri, Aamrupali, Lakshmon Bhog, Kali Bhog, Surmi Fajli, Langra, Fajli e Arshini	Acetona e n-hexano	Extração exaustiva por maceração	94,22-444,66 (b.u.)	Haque <i>et al.</i> (2015)
Polpa de manga	Haden, 'Tommy Atkins', Palmer e Ubá	Acetona	Extração exaustiva por maceração	20-27 (b.u)	Ribeiro <i>et al.</i> (2007)
Polpa de manga	'Tommy Atkins'	Acetona e hexano	Agitação em agitador magnético	13,7 (b.u.)	Sogi <i>et al.</i> (2012)
Polpa e casca de manga	Tainong e Jinhuang	Etanol e hexano	Centrifugação	84,01-116,78 (casca); 47,53-77,48 (polpa) (b.u.)	Liang <i>et al.</i> (2020)
Polpa e casca de manga	Nam Dok Mai Sithong, Nam Dok Mai No.4 e Kaituk	Hexano, acetona, etanol e carbonato de magnésio	Centrifugação	500 µg/g (casca); 100 µg/g (polpa) (b.u.)	Yungyuen <i>et al.</i> (2021)
Casca de manga	Raspuri e Badami	Acetona	Centrifugação	73,5-436 µg/g (b.s.)	Ajila <i>et al.</i> (2007)
Casca de manga	Cartagena, Hilacha e Corazón	Etanol	Micro-ondas	168,60 µg/g (b.s.)	Vélez-Erazo <i>et al.</i> (2021)
Casca de manga	Tainong 1 e Hongyu	Tampão de extração de pigmento	Sonificação em ultrassom de banho	36,24-177,16 µg/g (b.s.)	Ma <i>et al.</i> (2018)
Polpa de manga	Kent	Éter dietílico e éter de petróleo	Sonificação de sonda	66,2 ± 1,3 µg/g (b.s.)	Rodríguez-Rodríguez <i>et al.</i> (2024)
Polpa de manga	Keitt e Osteen	Etanol	Sonificação (não especificado)	18,10-122,8 µg/g (b.s.)	Fратиanni <i>et al.</i> (2020)

Fonte: A autora (2024). b.u. = base úmida. b.s. = base seca.

O único trabalho encontrado com o objetivo de obter carotenoides da casca da manga para fins de aplicação em alimento foi o de Sánchez-Camargo *et al.* (2019), em que conduziram a extração de carotenoides da casca da manga cv. Sugar e avaliaram a sua aplicação como antioxidante natural em óleo de girassol, com o

objetivo de investigar sua eficácia na prevenção da oxidação lipídica. Os resultados mostraram que, enquanto o *all-trans*- β -caroteno isolado não apresentou atividade antioxidante significativa na matriz testada, o extrato de carotenoides obtido da casca da manga demonstrou eficácia na inibição da oxidação lipídica.

2.3 ENCAPSULAMENTO

As técnicas de encapsulação fornecem uma barreira física entre os carotenoides e o meio de aplicação, e podem ser classificadas em químicas/físico-químicas ou físico-mecânicas. O material secundário, cuja função é aprisionar as partículas do núcleo, o composto de interesse, pode ser do tipo reservatório, em que o núcleo é acondicionado no interior de uma estrutura em formato de concha, ou do tipo matriz, em que o composto principal encontra-se distribuído de maneira uniforme sobre o material secundário, podendo ser encontrado tanto em seu interior quanto em sua superfície (Soukoulis; Bohn, 2017). As técnicas empregadas na formação de partículas são diversas e estão representadas e classificadas em químicas, físico-químicas ou físico-mecânicas no Quadro 2.

Quadro 2 - Diferentes técnicas empregadas na formação de partículas e suas classificações

Técnica	Classificação
Secagem por pulverização	Físico-mecânica
Revestimento por extrusão	
Revestimento de leite fluidizado	
Evaporação de solvente	
Difusão de solvente	
Nanoprecipitação	
Gelificação iônica	
Atomização eletrohidrodinâmica	
Aprisionamento de lipossomos	Química
Coacervação	
Complexação de inclusão	Físico-química
Co-cristalização	
Polimerização interfacial	
<i>Salting-out</i>	

Fonte: Martínez-Álvarez, Calvo e Gómez-Estaca (2020).

Tipicamente, no contexto da encapsulação de partículas, são frequentemente utilizados materiais de matriz polimérica como encapsulante, como substratos poliméricos não cristalinos, exemplificados por amido modificado quimicamente,

maltodextrinas, gomas, alginatos, pectinas, gelatina, proteínas do soro de leite, caseinato de sódio e proteína de soja, bem como açúcares amorfos notadamente sacarose, lactose e trealose, e polióis como sorbitol e manitol, (Soukoulis; Bohn, 2017).

O sistema de encapsulação deve ser composto por ingredientes considerados GRAS. Adicionalmente, é crucial assegurar que o componente encapsulado não sofra degradação, enquanto se mantém a viabilidade econômica do processo por meio da seleção apropriada de ingredientes e técnicas (Steiner; McClements; Davidov-Pardo, 2018).

A técnica de encapsulamento aplicada, além de tecnicamente e economicamente viável, também deve ser facilmente escalonável do nível laboratorial ao nível industrial, garantindo um processo eficiente em termos de produção em larga escala. Além disso, é muito importante que essa abordagem seja ambientalmente sustentável, minimizando o impacto ambiental e otimizando o uso de recursos ao longo de todas as etapas do processo de encapsulamento. Sua seleção deve abordar as propriedades do material do núcleo e da parede da partícula, facilidade de dispersão, tamanho, morfologia, solubilidade, estabilidade, e mecanismos de cinética e degradação durante a digestão gastrointestinal (Soukoulis; Bohn, 2017).

Alguns autores já conduziram a extração de carotenoides de fontes vegetais e realizaram a sua encapsulação através de diferentes técnicas. Cabezas-Terán *et al.* (2023) realizaram a encapsulação de extrato de carotenoides obtido da manga através da técnica de *spray drying* em uma emulsão contendo maltodextrina, goma arábica, lecitina. Três formulações foram preparadas, uma contendo apenas o extrato de carotenoides e os materiais encapsulantes, enquanto outra, além destes compostos, contava com a adição de frutoligossacarídeos e outra com inulina. Todas foram avaliadas quanto a sua estabilidade na ingestão *in vitro*, obtendo-se uma média de 68% de recuperação de β -caroteno.

Encapsulamento de extrato rico em carotenoides obtido do pequi através de emulsão o/a com maltodextrina e emulsificante, seguido de secagem em estufa com circulação de ar foi descrito por Pinto *et al.* (2018). O conteúdo de carotenoides variou de acordo com as diferentes temperaturas de secagem empregadas (60, 70, 80 e 90 °C) entre 6,43 a 9,61 $\mu\text{g/g}$.

Ordoñez-Santos, Martínez-Girón e Villamizar-Vargas (2018) realizaram a formulação de duas microcápsulas contendo β -caroteno extraído do co-produto da

pupunha. A primeira formulação foi preparada com maltodextrina e goma arábica enquanto a segunda formulação continha gelatina em pó, açúcar e lecitina. Ambas foram secas por *spray drying*, e a retenção de carotenoides foi de 66,81 e de 88,24%, respectivamente.

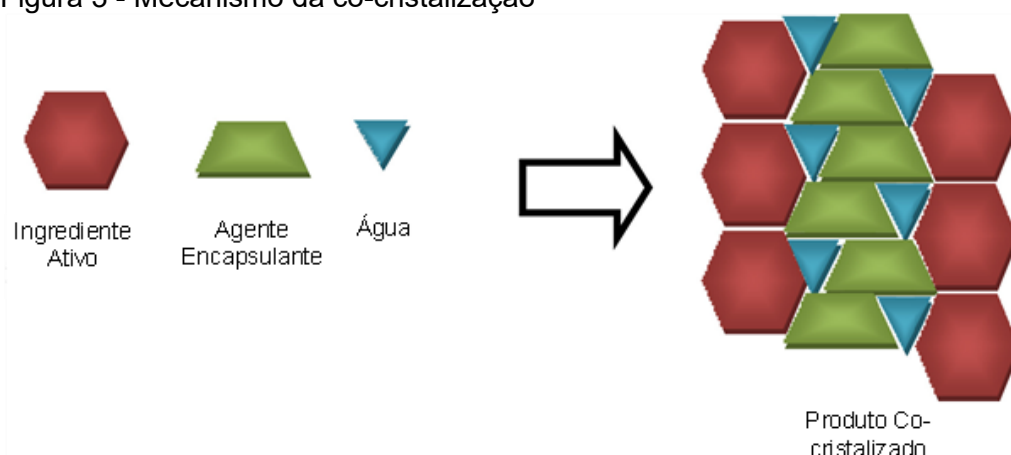
Uma alternativa simples e de baixo custo para a encapsulação de carotenoides seria a co-cristalização. A técnica de co-cristalização, além de não necessitar de equipamentos complexos, é capaz de aumentar a solubilidade, a taxa de dissolução, a permeabilidade, a biodisponibilidade e a estabilidade do material encapsulado (Sopyan *et al.*, 2021).

2.3.1 Co-cristalização

Co-cristais são estruturas cristalinas compostas por duas ou mais moléculas as quais se diferem quimicamente (Steed, 2013). Em tal arranjo, uma molécula age como formadora do cristal, enquanto a outra é o composto que se pretende encapsular. Essas moléculas tendem a ser sólidas em condições de temperatura ambiente e estabelecem interações por meio de ligações de hidrogênio. A principal vantagem da técnica de co-cristalização reside em sua simplicidade e no baixo custo do processo. Além de aprimorar as propriedades de solubilidade, molhabilidade e estabilidade do material encapsulado, os co-cristais também podem atuar como ingredientes adoçantes, contribuindo para mascarar o sabor do composto ativo (Chezanoglou; Goula, 2021).

No processo de co-cristalização, coformadores inertes são transformados em aglomerados irregulares, fornecendo uma matriz porosa onde pode-se incorporar um composto bioativo (Figura 3). Para isto, o composto de interesse é introduzido em solução supersaturada do material que irá compor a matriz, ocasionando a cristalização simultânea (López-Córdoba *et al.*, 2014; Kaur *et al.*, 2021). Esta solução deve ser aquecida e estar em constante agitação, para causar a nucleação e a cristalização espontâneas. O material incorporado à matriz porosa pode ser transformado em pó sem a necessidade de secagem adicional (Fang; Bhandari, 2012). Essa técnica tem o potencial de aprimorar as características de solubilidade, dispersão, dissolução e hidratação do composto encapsulado (Kaur *et al.* 2021).

Figura 3 - Mecanismo da co-cristalização



Fonte: Adaptado de Chezanoglou e Goula (2021).

A adição de outros ingredientes, como componentes de baixo peso molecular, pode afetar a solubilidade da matriz, inibindo a sua cristalização e diminuindo a sua difusividade, ocasionados pela transferência de massa, interações com a sua superfície e deposição molecular. Ao mesmo tempo, a adição de um princípio ativo pode auxiliar na cristalização simultânea de ambos e na sua retenção na matriz, através da formação de aglomerados extremamente porosos e ricos em espaços vazios onde o princípio ativo pode ser incorporado. Portanto, é importante avaliar o tipo de composto que será incorporado, avaliando seu peso molecular e o estado físico em que se apresenta, como líquido ou seco, por exemplo (Chezanoglou; Goula, 2021).

Kaur *et al.* (2021) produziram co-cristais contendo extrato carotenoides da cenoura com sacarose, alcançando uma eficiência de 77%. Esses co-cristais demonstraram estabilidade térmica, com ponto de fusão superior ao do β -caroteno 99% puro, baixos níveis de umidade (0,156-0,162 g/100g) e higroscopicidade reduzida em relação ao β -caroteno puro.

A co-cristalização de extrato aquoso de erva-mate, rico em compostos fenólicos, em sacarose, conduzida por López-Córdoba *et al.* (2014), preservou a atividade antioxidante do composto encapsulado cujas partículas demonstraram alta estabilidade, em análise de polifenóis totais, que não apresentaram diferença, e atividade antioxidante, que apresentou redução máxima de 50%, durante 120 dias. Ademais, estas partículas variaram em tamanho de 0,2 a 2 mm e apresentaram uma atividade de água (a_w) inferior a 0,5%.

Federzoni *et al.* (2019) utilizaram xarope de sacarose supersaturado para encapsular oleorresina de páprica através da co-cristalização, a fim de formular um corante alimentício hidrofílico. As partículas apresentaram umidade reduzida (2,67%, p/p) e baixa atividade de água (0,590), enquanto a degradação do β -caroteno pôde ser reduzida quando comparada à oleorresina livre, mantendo a coloração estável por mais tempo.

Além da sacarose, que é comumente empregada na formação de co-cristais, a utilização de edulcorantes é possível e pode se tornar um benefício adicional na formulação de alimentos adicionados desses ingredientes (Arafa *et al.*, 2015). O uso de edulcorantes como substituto da sacarose pode auxiliar no combate de doenças metabólicas, como a obesidade e a diabetes, podendo ser empregado em formulações de alimentos com baixa caloria e zero açúcar.

A sacarina é o adoçante artificial mais antigo, seu poder adoçante é 300 vezes superior ao da sacarose e trata-se de uma substância estável ao calor. Além disso, a sacarina não é metabolizada no corpo humano, sendo excretada pelos rins (Iizuka, 2022). A sacarina está presente em muitos dos rótulos das gelatinas comerciais baixas em caloria, porém seu uso é controverso, já que alguns estudos apontam que seu uso pode acarretar problemas à saúde (Baran; Yilmaz, 2006).

Por outro lado, existem estudos mais atuais que demonstram que seu uso é seguro. Serrano *et al.* (2021) conduziram um estudo explorando os efeitos da sacarina na microbiota intestinal e na tolerância à glicose em homens e mulheres saudáveis, com a ingestão diária máxima aceitável, durante 2 semanas, além da ingestão de altas doses de sacarinas por camundongos, durante 10 dias. Em nenhum dos casos, a ingestão de sacarina foi capaz de afetar a microbiota intestinal ou induzir a intolerância à glicose em humanos ou ratos. Pavanello *et al.* (2023) conduziram uma revisão sistemática de evidências epidemiológicas e toxicológicas do uso de adoçantes não açucarados, entre eles a sacarina, avaliando 22 estudos de corte e 46 de caso-controle, em que a maior parte não comprovou evidências de que estes adoçantes estão associados a efeitos genotóxicos e carcinogênicos.

O xilitol é um álcool de açúcar o qual faz parte do grupo dos polióis e pode tanto ser encontrado na natureza quanto sintetizado quimicamente ou através de fermentação (Benahmed, 2020). Este edulcorante é muito utilizado principalmente por não participar de reações de escurecimento não enzimático, como a reação de

Maillard, além disso ele apresenta propriedades de secagem rápida e cristalização. O seu poder adoçante é similar ao do açúcar (Ur-Rehman, 2013).

Arafa *et al.* (2016) incorporaram xilitol no processo de co-cristalização da felodipina, visando a produção de comprimidos sublinguais. Nesse contexto, o xilitol foi empregado com dupla finalidade: melhorar a dissolução da felodipina e mascarar o sabor desagradável do composto. A proporção utilizada foi de 1 parte de felodipina para 2 partes de xilitol, alcançando esses objetivos.

Em um estudo conduzido por Aitipamula, Wong e Kanaujia (2018), foi realizada uma avaliação comparativa entre dois edulcorantes, acessulfame e sacarina, na formulação de co-cristais contendo teofilina, uma droga broncodilatadora utilizada no tratamento de asma, bronquite e outras doenças respiratórias. Os resultados apontaram que a formulação que continha sacarina foi a preferencial em termos de estabilidade termodinâmica, doçura percebida e liberação do medicamento.

Queiroz *et al.* (2022) desenvolveram uma matriz mista de sacarose, eritritol e fibra, resultando na produção de co-cristais com um teor elevado de fibras destinados a serem incorporados em formulações de baixo teor de açúcar. O produto final exibiu um teor de 29,8g de fibras solúveis por cada 100g do produto e apresentou propriedades reológicas favoráveis, incluindo comportamento de escoamento e compressibilidade adequados.

Connor *et al.* (2019) obtiveram êxito na formação de co-cristais envolvendo a sacarina e a indometacina, um fármaco empregado para reduzir a febre, aliviar dores, combater a rigidez e o inchaço, bem como no tratamento de enxaquecas.

Entretanto, nenhum estudo relatou a co-cristalização de carotenoides usando adoçantes em substituição a sacarose, especificamente para aplicações alimentícias, destacando a novidade de explorar os co-cristais formados como corante e potencial ingrediente para gelatina com teor reduzido ou sem açúcar.

2.4 USO DE CAROTENOIDES COMO CORANTES

A coloração de um produto, particularmente em alimentos, representa um atributo de significativa importância na decisão de compra por parte do consumidor. Além disso, constitui um indicador de qualidade intrínseco, correlacionado ao frescor, estágio de maturação e integridade higiênica de um determinado ingrediente. É frequente a categorização dos corantes utilizados em alimentos em duas categorias distintas: os naturais, provenientes de fontes naturais, e os artificiais, sintetizados em

laboratório, podendo ou não apresentar uma estrutura química similar ou idêntica aos seus análogos naturais (Fuenmayor; Baron-Cangrejo; Salgado-Rivera, 2021).

A crescente demanda por alimentos naturalmente coloridos tem sido impulsionada pela tendência dos consumidores em buscar opções alimentares que ofereçam menor impacto negativo na saúde ou mesmo potenciais benefícios à mesma (Liu *et al.*, 2024). Os carotenoides têm sido objeto de crescente interesse devido ao seu potencial como corantes naturais em alimentos, substituindo corantes artificiais como o amarelo tartrazina, o amarelo crepúsculo ou o vermelho allura, que estão frequentemente relacionados a reações alérgicas, particularmente em crianças (Tiwari; Yawale; Upadhyay, 2022; Nabi *et al.*, 2023).

A pigmentação dos carotenoides tipicamente abrange uma variedade de tons, incluindo amarelo, laranja e vermelho, oferecendo assim uma ampla gama de opções de corantes. Devido a sua natureza lipofílica, esses pigmentos podem ser empregados em uma variedade de produtos ricos em lipídios, como queijos, iogurtes e manteigas. Além do potencial efeito colorante atribuído aos carotenoides, eles também podem atribuir atividade antioxidante à matriz em que estão incorporados, oferecendo assim uma dupla vantagem como ingrediente. Isso é particularmente relevante, visto que a maioria dos antioxidantes, assim como os corantes, utilizados em formulações de alimentos são sintéticos (Fuenmayor; Baron-Cangrejo; Salgado-Rivera, 2021; Vega *et al.*, 2023).

Conforme a Instrução Normativa nº 211/2023 da ANVISA, que regulamenta os aditivos alimentares autorizados para uso no Brasil, diversos carotenoides são permitidos como corantes alimentares, oriundos tanto de fontes naturais quanto sintéticas. O β -caroteno (INS 160a) pode ser obtido de fontes como cenoura, óleo de palma, algas ou fungos como *Blakeslea trispora*, ou ainda por síntese química (160a(ii)), sendo ambos quimicamente idênticos. O extrato de urucum (INS 160b), contendo bixina e norbixina, é extraído das sementes do urucuzeiro (*Bixa orellana*). A paprica oleoresina (INS 160c) é proveniente de pimentões vermelhos (*Capsicum annuum*), e é rica em capsantina e capsorubina. O licopeno (INS 160d) pode ser extraído de tomate, goiaba e melancia, ou obtido por fermentação microbiana ou por síntese química. O β -apo-8'-carotenal (INS 160e) e o éster etílico de ácido β -apo-8'-carotênico (INS 160f) são carotenoides sintéticos. A luteína (INS 161b) é extraída principalmente das flores de calêndula (*Tagetes erecta*). A legislação permite o uso desses compostos dentro dos limites estabelecidos, visando garantir a segurança

alimentar e a funcionalidade tecnológica dos corantes naturais e sintéticos nos alimentos industrializados.

O β -caroteno, obtido da cenoura (*Daucus carota* L.) e da microalga *Dunaliella salina*, é reconhecido e aprovado para uso como corante natural em alimentos tanto na Europa quanto nos Estados Unidos. Da mesma forma, a luteína, extraída da planta *Tagetes erecta* L., a bixina, proveniente do urucum, o licopeno, obtido de tomates vermelhos, assim como a capsantina e a capsorubina, extraídas da páprica, também são aprovados para essa finalidade (Vega *et al.*, 2023).

Outras matrizes estão sendo investigadas como fontes potenciais de carotenoides destinados à utilização como corantes em alimentos. O licopeno, por exemplo, pode ser extraído da goiaba (*Psidium guajava*), com concentrações que variam de 76,64 a 135 mg por 100 g de fruta, conferindo um pigmento de coloração vermelha intensa (Lima; Nunes; Block, 2019). Estudos sobre o uso de carotenoides como corante em alimentos estão apresentados no Quadro 3:

Quadro 3 - Aplicações de carotenoides como corante em matrizes alimentícias

Carotenoide	Fonte	Cor	Aplicação	Referência
β -caroteno	Corante natural: β -caroteno	Vermelho	logurte sabor morango	Toniazzo <i>et al.</i> (2014)
β -caroteno	Estearina de palma	Amarelo	Sorvete sabor baunilha	Lima, Brito-Oliveira e Pinho (2016)
β -caroteno	Cenoura desidratada e estearina de palma	Laranja	logurte sabor mel, laranja e cenoura	Molina <i>et al.</i> (2018)
β -caroteno	Óleo de palma	Vermelho	logurte e pão	Rutz <i>et al.</i> (2016)
Curcumina	Corante natural: curcumina	Amarelo-alaranjado	Sorvete sabor baunilha	Mangolim <i>et al.</i> (2014)
Licopeno	Corante natural: licopeno disperso em óleo	Rosa	Bolo	Rocha, Fávaro-Trindade e Grosso (2012)
Astaxantina	<i>Phaffia rhodozyma</i>	Vermelho	Licor, vinagre de maçã e vinagre de arroz	Jiang e Zhu (2019)
Luteína	Casca de limão, cenoura e folha de acelga	Amarelo	Doces	Al-Ali, Al-Hilifi e Al-MossaWi (2020)
Extrato de carotenoides	Casca de manga	Amarelo	Macarrão	AJILA <i>et al.</i> , 2010

Fonte: A autora (2024).

2.5 APLICAÇÃO DE PIGMENTOS NATURAIS EM GELATINA E PRODUTOS À BASE DE GELATINA

A demanda por produtos naturais e “clean label” (sem aditivos artificiais) está crescendo. Gelatinas pigmentadas naturalmente podem se alinhar a esse mercado, agregando valor ao produto. Pigmentos naturais, como carotenoides, antocianinas, betalaínas e clorofilas, podem ser usados para colorir gelatinas, tornando-as mais atraentes aos olhos do consumidor. Os pigmentos naturais têm grande potencial de aplicação em gelatinas, oferecendo não apenas benefícios estéticos (como cor e apelo visual), mas também vantagens funcionais e de saúde (Zhang *et al.*, 2024). Além disso, pigmentos naturais podem ainda ser obtidos de co-produtos da indústria de alimentos, como cascas de frutas e vegetais, gerando menor impacto ambiental.

Silva *et al.* (2023) aplicaram extratos ricos em antocianina, obtidos a partir de inflorescência de *Melinis minutiflora* (M), casca de *Plinia. Cauliflora* (JP) e casca e sementes de *P. cauliflora* (JPS), como corantes naturais em gelatina, e armazenaram sobre refrigeração (4 ± 1 °C), durante 10 dias. A coloração variou entre vermelho e amarelo para o extrato M e entre amarelo e verde para os extratos JP e JPS. Durante os dez dias de armazenamento, houve aumento de ΔE em todas as amostras, devido à sinérese e degradação de pigmentos, com maior perda de cor no extrato M. A intensidade dos pigmentos aumentou com o tempo, enquanto a tonalidade tendeu ao vermelho no controle e no extrato M e ao amarelo nos extratos JP e JPS.

Quelatos de antocianina férrica de extratos de sabugueiro (EB-E), cenoura roxa (PC-E) e suco de repolho roxo (RC-J) foram aplicados a géis baseados em gelatina e polissacarídeos para avaliar seu potencial como corantes alimentares azuis naturais. As amostras foram armazenadas durante 2 (dois) meses, ao abrigo de luz sob duas condições de temperatura, 20 ± 2 °C e 4 ± 2 °C, e sob incidência luminosa a $25 \pm 0,5$ °C. Tons azuis intensos foram observados em géis de gelatina e ágar-ágar com pectina amidada, com maior estabilidade de cor para PC-E, independente da temperatura e luz. A gelatina melhorou a estabilidade da cor, exceto para PC-E, que manteve boa estabilidade em ambas as matrizes (Buchweitz *et al.*, 2013).

Gomas de gelatina e bebidas foram preparadas com suco ou polpa de pitaya para avaliar a retenção de pigmento e a estabilidade da cor durante o armazenamento. As gomas receberam 4,6% de suco/polpa e as bebidas 5% de suco, resultando em tonalidades amarelas próximas às de produtos comerciais. As gomas pigmentadas foram armazenadas por 28 dias em tubos de ensaio a 40 °C no escuro, e as bebidas

pigmentadas foram armazenadas por 28 dias a 4 °C no escuro, ou por 24 h a 25 °C com ou sem luz. A perda de 50% dos pigmentos ocorreu em 11 dias para gomas a 40 °C, enquanto em bebidas a 25 °C isso aconteceu em apenas 20 horas. As gomas mantiveram melhor a estabilidade da cor em comparação com as bebidas, que sofreram mudanças mais drásticas, especialmente sob condições adversas (temperatura elevada e exposição à luz), sugerindo que a matriz gelatinosa pode proteger melhor os pigmentos ao longo do tempo (Rodríguez-Sánchez; Victoria; Barragán-Huerta, 2017).

Brauch *et al.* (2016) reportaram a extração de um pigmento azul, denominado azul de Jagua, a partir do fruto *Genipa americana* L. Esse pigmento natural demonstrou propriedades cromáticas similares às do corante sintético Azul nº 2. O pigmento obtido foi aplicado a géis preparados com gelatina, que foram armazenados durante 21 dias, a 25 °C, sob incidência luminosa e ao abrigo de luz. O gel contendo azul de Jagua apresentou maior estabilidade à luz do que os géis com corantes sintéticos Blue nº 1 e nº 2. Enquanto o azul de Jagua teve uma meia-vida de 14,5 dias sob iluminação, o Blue nº 2 degradou-se rapidamente, sendo relatado como instável à luz e açúcares redutores. O Blue nº 1, apesar de conhecido por sua boa estabilidade, apresentou degradação acelerada, possivelmente devido à matriz de gelatina ou à baixa concentração do pigmento. Além disso, a mudança de matiz foi mais pronunciada nos géis com corantes sintéticos, com o Blue nº 2 desbotando para tons amarelados já após dois dias de armazenamento sob iluminação.

A incorporação de cápsulas ricas em betalaína obtida do extrato da fruta *Opuntia-ficus-indica*, em balas de goma feitas com gelatina foi realizada em estudo de Otálora *et al.* (2019). Foram obtidas gomas de coloração vermelho-púrpura, e a estabilidade da coloração foi avaliada durante o armazenamento a 4 °C, durante 30 dias, sem variação significativa, confirmando a estabilidade do pigmento.

Apesar dos estudos demonstrando a aplicação de pigmentos naturais em gelatina e/ou balas/gomas à base de gelatina, a maior parte das marcas comerciais de gelatina utiliza corantes artificiais em sua formulação. Essa prática está relacionada a diversos fatores tecnológicos, econômicos e sensoriais que tornam os corantes artificiais amplamente preferidos na indústria alimentícia, especialmente para produtos de consumo em larga escala, como as gelatinas. Além disso, a utilização de pigmentos naturais em produtos alimentícios é muito limitada em relação à legislação. No entanto, à medida que cresce a demanda por produtos mais naturais e saudáveis,

a indústria alimentícia enfrenta o desafio de desenvolver alternativas baseadas em pigmentos naturais que sejam igualmente estáveis, econômicas e esteticamente atraentes.

No Quadro 4 estão apresentados os corantes utilizados em diferentes gelatinas comerciais de coloração amarela.

Quadro 4 – Corantes presentes nas formulações de diferentes gelatinas comerciais amarelas

Marca	Sabor	Corante
Dr. Oetker	Abacaxi	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Dr. Oetker	Abacaxi (zero açúcar)	Vermelho Bordeaux S e amarelo crepúsculo
Dr. Oetker	Abacaxi	Cúrcuma e urucum
Qualitá	Abacaxi (zero açúcar)	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Royal	Abacaxi	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Sol	Abacaxi	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Linea	Abacaxi	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Lowçucar	Manga (zero açúcar)	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Royal	Maracujá	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Royal	Maracujá (zero açúcar)	Tartrazina e amarelo crepúsculo
Dr. Oetker	Maracujá	Tartrazina e amarelo crepúsculo

Fonte: A autora (2024).

De acordo com a Instrução Normativa (IN) nº 75/2020 (BRASIL, 2020), um alimento pode ser considerado "reduzido em açúcar" se atender às seguintes condições: redução mínima de 25% no teor total de açúcares em relação a um alimento de referência da mesma categoria e deve haver uma diferença absoluta mínima de 5g de açúcares por 100g de alimento sólido ou 2,5g por 100mL de alimento líquido. Além de atender aos critérios de redução percentual e absoluta, o produto não pode exceder os limites de açúcares adicionados estabelecidos no Anexo XV da IN 75/2020 (alimentos sólidos ou semissólidos: quantidade maior ou igual a 15 g de açúcares adicionados por 100 g do alimento). Ainda de acordo com essa IN, um alimento pode ser rotulado como "sem adição de açúcares" se atender aos critérios de não conter nenhum tipo de açúcar adicionado e não conter ingredientes que naturalmente possuam açúcares adicionados durante o processamento.

Nesse contexto, o desenvolvimento de co-cristais utilizando sacarina e xilitol, em substituição parcial ou total à sacarose, pode contribuir diretamente para o enquadramento dos produtos em categorias como "reduzido em açúcares" ou "sem adição de açúcares", dependendo da formulação final. Essa abordagem é especialmente relevante para aplicações em alimentos com apelo funcional, como gelatinas, pois permite a manutenção do dulçor desejado associado à entrega de cor

natural, graças à presença dos carotenoides, sem comprometer os critérios regulatórios relacionados ao teor de açúcar.

A cor é um atributo que impacta diretamente a aceitação do produto, no entanto, o uso de corantes artificiais é contraditório entre diferentes países, não havendo um consenso entre a permissão e proibição dos mesmos (NOVAIS *et al.*, 2022). Reforçando a necessidade de alternativas naturais alinhadas à crescente demanda por alimentos mais saudáveis, destaca-se a importância da obtenção de corantes naturais. Os carotenoides são pigmentos promissores para substituir corantes artificiais, pois conferem coloração atrativa. No entanto, ainda há uma lacuna científica na extração, co-cristalização e aplicação de carotenoides obtidos a partir de co-produtos da manga como ingredientes com dupla função, atuando simultaneamente como corantes e adoçantes. A valorização desses co-produtos não apenas impulsiona a inovação, mas também atende às exigências do mercado por rótulos limpos (*clean label*) e produtos mais sustentáveis.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

As mangas da cultivar 'Tommy Atkins' foram adquiridas no mês de julho de 2024, em um mercado local de Florianópolis/SC. A seleção das frutas foi feita de forma visual, sendo selecionadas as frutas com a cor da casca mais avermelhada, com aparência de mais maduras. Foram utilizadas 12 mangas maduras (cv. Tommy Atkins), com peso médio aproximado de 400 g por fruto, para a preparação das amostras de casca. A Figura 4 apresenta algumas das mangas utilizadas neste estudo. A gelatina incolor e a gelatina de manga, assim como o edulcorante xilitol também foram obtidas em comércio local. A sacarina sódica foi obtida da empresa Quimisul/SC (Joinville, Brasil).

Figura 4 - Mangas cv. 'Tommy Atkins' utilizadas no estudo



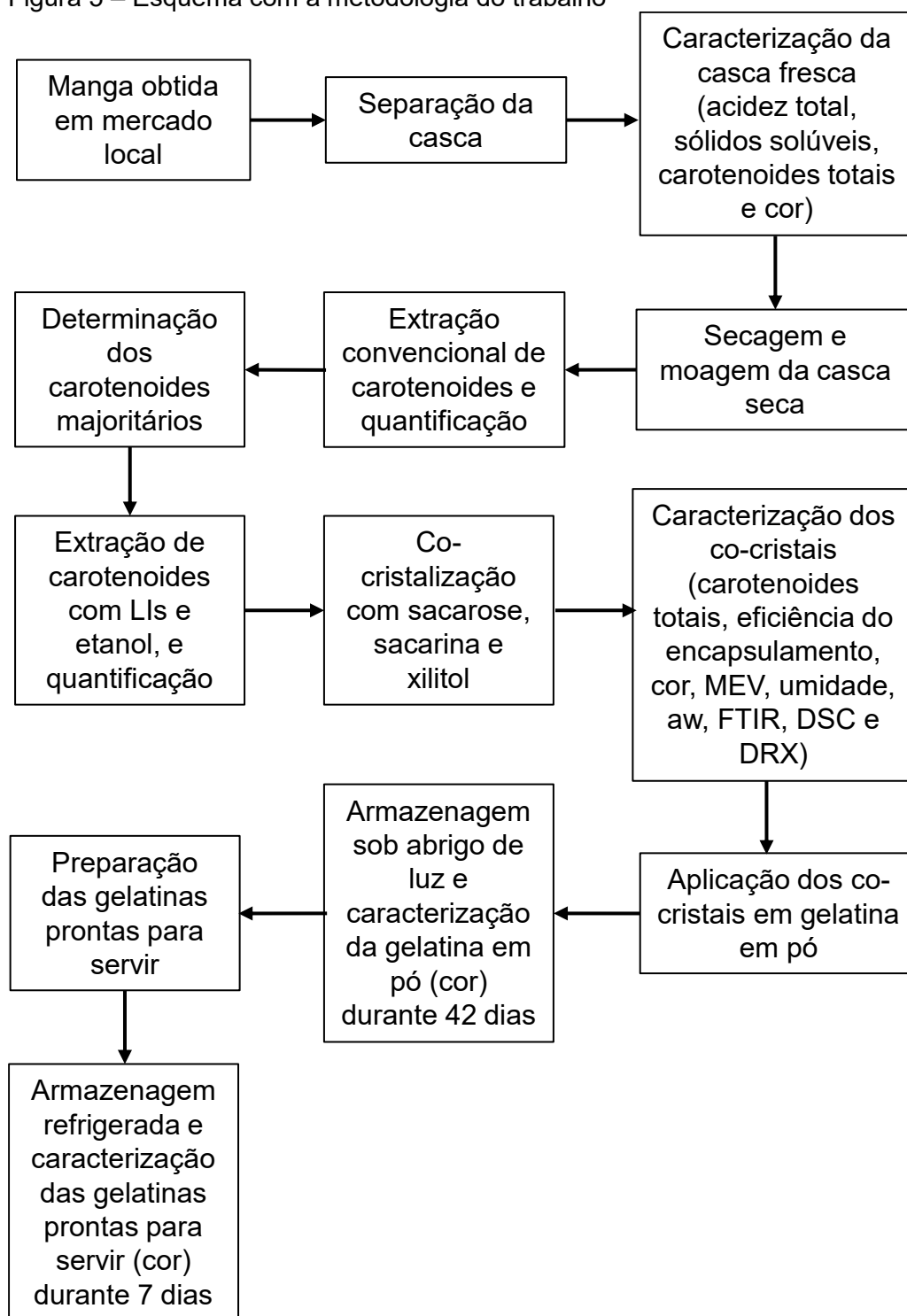
Fonte: A autora (2024).

Os LIs [BMIM][BF₄] ($\geq 98\%$ pureza) e [HMIM][Cl] ($\geq 97\%$ pureza), e o padrão *all-trans*- β -caroteno (99% de pureza) foram adquiridos da Sigma-Aldrich (São Paulo, Brasil). Os reagentes de grau HPLC metanol e TBME (terc-butil-metil-éter), foram obtidos de Honeywell (São Paulo, Brasil) e Fisher (São Paulo, Brasil), respectivamente. Acetona, éter etílico, éter de petróleo, etanol e os demais reagentes foram todos de grau analítico e obtidos da Labsynth (Diadema, Brasil).

3.2 MÉTODOS

O esquema da metodologia do trabalho está apresentado na Figura 5:

Figura 5 – Esquema com a metodologia do trabalho



Fonte: A autora (2025).

3.3 CARACTERIZAÇÃO DA CASCA DA MANGA FRESCA

As frutas foram lavadas em água corrente e descascadas, removendo-se a polpa e a semente. As cascas coletadas foram reunidas, resultando em um total de

817 g de casca fresca, que posteriormente foram cortadas em lâminas de dimensões aproximadas de 5 mm.

Foram conduzidas análises de acidez total titulável, sólidos solúveis totais, carotenoides totais e cor nas amostras de casca de manga fresca.

3.3.1 Acidez total titulável e sólidos solúveis totais

A acidez total titulável foi determinada seguindo o método 942.15 da AOAC (2016), utilizando solução de hidróxido de sódio e fenolftaleína, e foi expressa em gramas de ácido cítrico por 100g de amostra.

Os sólidos solúveis totais foram medidos de acordo com o método 932.12 da AOAC (2016) em refratômetro de bancada (REDI-P-102, Megabrix, China), com escala de 0 a 95 °Brix.

3.3.2 Carotenoides totais e cor

O método utilizado para extrair e quantificar o teor de carotenoides totais foi o descrito por Mercadante, Britton e Rodriguez-Amaya (1998), com adaptações, através da extração convencional por maceração. Aproximadamente 4 g da amostra foram macerados com 3 g de celite e submetidos à extração exaustiva com acetona em almofariz. O extrato foi transferido para éter de petróleo em funil de separação, e em seguida avolumado em balão volumétrico.

A absorbância foi medida em espectrofotômetro UV-Vis (K37-UVVIS, Kasvi, São José dos Pinhais, Brasil), a 450 nm ($\lambda_{\text{máx}}$ do β -caroteno em éter de petróleo). O teor de carotenoides foi calculado conforme a Equação 1.

$$\text{Teor de carotenoides totais } \left(\frac{\mu\text{g}}{\text{g}} \right) = \frac{A \cdot V \text{ (ml)} \cdot 10^4}{A_{1\text{cm}}^{1\%} \cdot \text{peso da amostra (g)}} \quad (1)$$

Onde:

A = absorbância

V = volume total do extrato

$A_{1\text{cm}}^{1\%}$ = Coeficiente de absorvidade do β -caroteno em éter de petróleo (2592).

A análise de cor da casca foi realizada em colorímetro CR-400 (Minolta, Osaka, Japão), com iluminante D₆₅, ângulo de observação de 2° e escala CIELab,

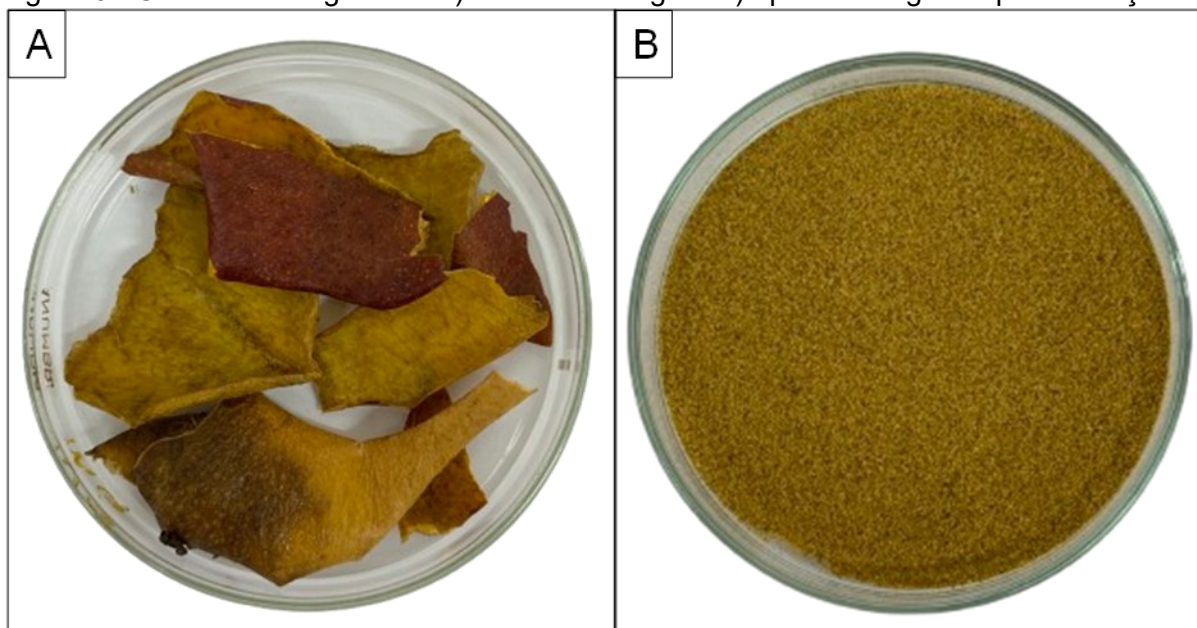
sendo L^* associado à luminosidade, com variação entre 0 (preto) e 100 (branco), a^* relacionado à tonalidade, variando de verde (-a) a vermelho (+a), b^* representando a tonalidade de azul (-b) a amarelo (+b), Hue° (tonalidade) e Croma (saturação) (BUCHWEITZ *et al.*, 2013). Para a realização da análise, os dados de cor foram coletados em nove pontos distintos da casca, garantindo uma avaliação abrangente e representativa da amostra.

3.4 SECAGEM DAS CASCAS DE MANGA

As cascas foram acomodadas em formas de silicone, em configuração de camada única. O procedimento de secagem foi conduzido conforme descrito por Sogi *et al.* (2013), mediante o emprego de uma estufa com circulação de ar (NT535, Nova Técnica, Piracicaba, Brasil), mantida a temperatura de $60 \pm 2^\circ\text{C}$, por aproximadamente 24 horas, até que as amostras atingissem peso constante.

Em seguida, as cascas desidratadas foram trituradas em um moinho analítico de impacto (A11 basic, IKA, Campinas, Brasil), e o tamanho de partícula padronizado em peneira de mesh 0,5 mm (Figura 6). As amostras foram armazenadas em embalagem de polipropileno, ao abrigo de luz, a $-18 \pm 2^\circ\text{C}$.

Figura 6 - Casca da manga seca A) antes da moagem B) após a moagem e padronização



Fonte: A autora (2024).

3.5 EXTRAÇÃO DE CAROTENOIDES DA CASCA DA MANGA SECA COM LIS E SOLVENTE GRAS

As extrações de carotenoides da casca da manga seca com o uso de Lis e de etanol foi realizada de acordo com Mesquita *et al.* (2019), com modificações. Os Lis escolhidos para a extração dos carotenoides da casca da manga foram o [HMIM][Cl] e o [BMIM][BF₄], ambos utilizados na concentração de 2 mol/L. O co-solvente empregado foi o etanol. A razão sólido-líquido aplicada foi de 1:3 (m/v). A homogeneização ocorreu em um ultrassom de banho com potência de 165 W e frequência de 37 kHz (Ultronique, modelo Q5.9/37, Indaiatuba, Brasil) por 20 minutos, seguida de centrifugação a 4000 rpm por 10 minutos para a separação da fase sólida, realizando-se três extrações consecutivas sob as mesmas condições. O mesmo protocolo foi seguido para a extração utilizando apenas etanol 99% (solvente GRAS). As extrações foram realizadas até a obtenção do quantitativo necessário de carotenoides para aplicação nos co-cristais.

As frações sobrenadantes combinadas foram então submetidas a um processo de saponificação usando hidróxido de potássio metanólico 10% (1:1 v/v) com incubação por 16 horas em temperatura ambiente. Após a saponificação, a mistura foi ressuspensa em uma solução de éter etílico e éter de petróleo (1:2 v/v) dentro de um funil de separação e lavada repetidamente com água destilada. A lavagem continuou até que a fase aquosa atingisse pH neutro, confirmando a remoção completa do álcali. O extrato de carotenoide foi posteriormente seco sob fluxo de nitrogênio (pureza ≥ 99%) para remover os solventes residuais e armazenado a -18 °C, protegido da luz.

Para fins de comparação, a extração convencional com acetona e quantificação de carotenoides foi realizada conforme o item 3.3.2.

3.5.1 Eficiência da extração

A eficiência da extração foi calculada de acordo com a Equação 2:

$$Eficiência da extração = \frac{Y}{X} * 100 \quad (2)$$

Onde:

X = Teor de carotenoides obtido na extração convencional

Y = Teor de carotenoides obtido na extração com LIs e etanol

O solvente que proporcionou a maior eficiência de extração foi utilizado para a obtenção dos extratos que foram submetidos às etapas seguintes.

3.5.2 Determinação dos carotenoides majoritários

Os carotenoides majoritários foram determinados com base na metodologia adaptada de Rosso e Mercadante (2007a). Os extratos foram filtrados através de uma membrana de PTFE hidrofóbica (0,22 μm) e posteriormente analisados por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) utilizando um sistema Shimadzu (Shimadzu, Kyoto, Japão). Este sistema incluiu um detector de arranjo de fotodiodos (PDA, modelo SPD-M20A, Kyoto, Japão), um conjunto de bombas quaternárias (LC-20AT, Kyoto, Japão), um degaseificador integrado e um injetor automático.

Foi utilizada uma coluna C₃₀ (YMCTM Carotenoid, 3 μm , 4,6 mm $\times$ 250 mm, Waters, Wexford, Irlanda), com uma fase móvel composta de metanol e MTBE em gradiente linear, de 95:5 a 70:30 em 30 minutos, a 50:50 em 20 minutos e 95:5 a 65 minutos, com vazão de 0,7 mL/min a 24 °C. Os carotenoides majoritários foram estimados com base nas porcentagens de área dos picos. A identificação foi baseada nas seguintes informações combinadas: ordem de eluição na coluna C₃₀, co-cromatografia com padrões autênticos, espectro UV-visível (λ_{max}), estrutura fina espectral (%III/II), intensidade do pico *cis* (%AB/II) em comparação com dados da literatura (Rosso & Mercadante, 2007a; Rosso & Mercadante, 2007b).

3.6 ENCAPSULAMENTO DOS CAROTENOIDES POR CO-CRISTALIZAÇÃO

A produção dos co-cristais seguiu o procedimento descrito por Kaur *et al.*, (2021), com adaptações. Uma solução de sacarose e água na proporção de 6:1 (p/v) foi, inicialmente, preparada para obter um xarope o qual foi mantido em uma chapa de aquecimento (modelo MA186, Marconi, Piracicaba, Brasil) a 70°C sob agitação em homogeneizador a 500 rpm (modelo RW 20DSO32, Ika, Campinas, Brasil). Quando se observou uma leve turbidez na mistura, indicando o início da nucleação no processo de cristalização, o extrato de carotenoides foi rapidamente adicionado ao xarope de açúcar. Esse procedimento foi aplicado também utilizando os edulcorantes sacarina sódica e xilitol, em substituição a sacarose. A concentração de carotenoides

totais nos co-cristais elaborados por cada ingrediente foi de 26,23 µg/g. Também foram preparados co-cristais com sacarose, sacarina sódica e xilitol sem a adição do extrato de carotenoides (controles).

A mistura foi mantida à temperatura ambiente sob agitação até a formação de aglomerados secos. Em seguida, esses aglomerados foram transferidos para uma estufa a vácuo (modelo SL 104/12, Solab científica, Piracicaba, Brasil) a 40 °C por 15 horas para secagem. Os co-cristais puros foram armazenados em frascos de vidro, a temperatura ambiente, sob proteção de luz, durante 42 dias. Os co-cristais contendo extrato de carotenoides foram nomeados de acordo com o edulcorante utilizado: CAE para sacarose, CSE para sacarina sódica e CXE para xilitol. Já os co-cristais controle receberam as denominações CAC, CSC e CXC, respectivamente.

3.6.1 Carotenoides totais dos co-cristais

A extração dos carotenoides totais dos co-cristais foi realizada de acordo com Kaur *et al.* (2021), com modificações. Aproximadamente 0,5 g de co-cristais foram dissolvidos em 5 mL de água destilada e mantidos sob agitação em agitador magnético (Quimis, modelo 221.2, Diadema, Brasil) durante 5 minutos. Em seguida, 25 mL de acetona foram adicionados, mantendo a solução sob agitação durante 30 minutos. A mistura foi ressuspensa em éter etílico e éter de petróleo (2:1) em funil de separação, sendo realizadas lavagens com água até a total remoção do solvente de extração. Os carotenoides totais foram quantificados por espectrofotometria UV-VIS conforme descrito no item 3.3.2.

3.6.2 Eficiência do encapsulamento

A eficiência do encapsulamento foi calculada de acordo com Karangutkar e Ananthanarayan (2020), através da Equação 3:

$$Eficiência\ do\ encapsulamento = \frac{Y}{X} * 100 \quad (3)$$

Onde:

X = Teor de carotenoides inicial do extrato adicionado

Y = Teor de carotenoides final dos co-cristais

3.7 CARACTERIZAÇÃO DOS CO-CRISTAIS

As características morfológicas dos co-cristais foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os parâmetros físico-químicos analisados foram: umidade (AOAC, 925.45 (b) (2016)) e atividade de água (aw), seguindo a metodologia ISO 21807:2004, no equipamento Aqualab (Series 4 TE, Decagon Devices, Inc., Pullman, EUA), a 25 °C. Também foram realizadas análises de cor, de acordo com o item 3.2.2, de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), de Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC) e de Difração de Raio-X (DRX).

3.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura e Tamanho de Partícula

As amostras foram analisadas quanto a sua morfologia em microscópio eletrônico de varredura convencional com filamento de tungstênio (JSM 6390LV, Joel Co. Ltd., Peabody, MA, EUA) com ampliação de 1000X e voltagem de aceleração de 10 kV.

O tamanho das partículas foi determinado através do software ImageJ 1.54 (National Institutes of Health, Maryland, USA), por meio da análise das micrografias obtidas no MEV (Schneider; Rasband; Eliceiri, 2012).

3.7.2 Umidade e atividade de água

A umidade foi determinada por secagem em estufa a vácuo a 70 °C ± 2, durante 10 horas, até peso constante. A medição da atividade de água (aw) foi feita em higrômetro (Aqualab, Series 4TE, Decagon Devices, Inc., Pullman, EUA), a 25 °C.

3.7.3 Variação de cor

Aproximadamente 2 g de amostra foram acondicionados em placas de Petri e foram avaliados quanto à cor de acordo com o item 3.3.2. Foi calculada a diferença total da cor (ΔE^*) entre os dias de armazenamento (Equação 4).

$$\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad (4)$$

Onde ΔL^* é a diferença de luminosidade para a mesma amostra entre os dias 1 e 42 de armazenamento; assim como Δa^* é a diferença entre a intensidade da cor vermelha; e Δb^* a diferença de intensidade da cor amarela (Buchweitz *et al.*, 2013).

3.7.4 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os co-cristais contendo extrato foram macerados com brometo de potássio (KBr), prensados no formato de “pellets”, e analisados em espectrofotômetro FTIR (Bruker, modelo TENSOR 27, Ettlingen, Alemanha), em temperatura ambiente na faixa de frequência de 400 a 4000 cm^{-1} com uma resolução de 2 cm^{-1} (Khawas; Deka, 2016). A análise também foi conduzida para o extrato seco de carotenoides (EC) e encapsulantes sacarose (AÇU), sacarina sódica (SAC) e xilitol (XIL).

3.7.5 Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC)

O comportamento térmico dos co-cristais contendo extrato, assim como dos encapsulantes AÇU, SAC e XIL, foi determinado em um Analisador Térmico DSC (Multi Cell DSC, TA, Estados Unidos). Aproximadamente 3 mg de cada amostra foram escaneadas em placas de alumínio fechadas hermeticamente sob fluxo de nitrogênio de 10 mL/min. A taxa de varredura do fluxo de calor e da calibração da temperatura foi de 2 °C/min, com uma faixa de temperatura de -20 a 145 °C (Khawas; Deka, 2016).

3.7.6 Difração de Raio-X (DRX)

Os padrões de difração de raios-X dos co-cristais com extrato e dos encapsulantes (AÇU, SAC e XIL) foram obtidos através do instrumento Rigaku Miniflex (Japão), em temperatura ambiente, usando radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,15418 \text{ nm}$) na faixa de 2θ de 5° e 60°, *step size* de 0,03° e velocidade de 5°/min (Khawas; Deka, 2016).

A cristalinidade das amostras foi calculada de acordo com a Equação 5 (Kaur *et al.*, 2021):

$$\text{Cristalinidade} = \frac{\text{Área dos picos cristalinos}}{\text{Área de todos os picos}} * 100 \quad (5)$$

Não foi possível conduzir essa análise na amostra EC, devido à natureza da amostra.

3.8 APLICAÇÃO DOS CO-CRISTAIS EM GELATINA EM PÓ E AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DA COR

A gelatina em pó, incolor e sem sabor, foi incorporada de co-cristais contendo extrato de carotenoides (2:1 p/p) e ácido L-ascórbico para ajuste do pH (4,0). As quantidades de açúcar e edulcorante foram definidas de acordo com a quantidade de açúcar da gelatina comercial.

Foram elaboradas quatro formulações de gelatina: GAC: gelatina adicionada de cocrists de sacarose com extrato de carotenoides, GSA: gelatina com 25 % de co-cristais de sacarina sódica e 75% de co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides, e GXI: gelatina com 100% de co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

Como controle de cor, foram utilizadas duas amostras comerciais de gelatina: uma contendo corantes artificiais (amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo) sabor manga (GMA) e uma sabor abacaxi com corantes naturais, contendo suco de abacaxi, suco de cenoura, cúrcuma e urucum (GAB). As amostras foram armazenadas em embalagens de vidro com tampa durante 42 dias, em temperatura ambiente, ao abrigo da luz.

3.8.1 Estabilidade da cor das formulações em pó

Foram realizadas análises em triplicata de cor das amostras em pó (GAC, GSA, GXI, GMA e GAB) nos dias 0, 7, 14, 21, 28, 35 e 42, de acordo com a metodologia descrita nos itens 3.7.3.

3.8.2 Estabilidade da cor das formulações após o preparo

As amostras de gelatina contendo os 3 tipos de co-cristais (GAC, GSA, GXI) e de gelatinas comerciais com corante artificial sabor abacaxi (GAB) e com corantes naturais sabor manga (GMA) foram dissolvidas em água mineral, conforme a indicação da embalagem (250 mL de água quente + 250 mL de água fria para 20 g de pó de gelatina). As gelatinas dissolvidas foram acondicionadas em recipientes plásticos fechados e armazenadas sob refrigeração (4 ± 2 °C) durante 7 dias.

A análise de cor das amostras foi realizada em triplicata diariamente por sete dias, utilizando um colorímetro CR-400 (Minolta, Osaka, Japão). Para cada medição, as amostras foram retiradas da refrigeração, mantidas à temperatura ambiente até atingirem o estado líquido e acondicionadas em cubetas, garantindo condições uniformes de análise.

3.9 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Os resultados obtidos na quantificação de carotenoides da casca da manga seca, bem como da eficiência de extração, carotenoides totais dos co-cristais e a eficiência de encapsulamento, caracterização dos co-cristais em termos de umidade, a_w e cor, e caracterização das formulações de gelatina em pó e gelatina pronta para servir foram analisados estatisticamente com o programa Statistica 13.5.0.17 (StatSoft, Tulsa, Estados Unidos), por análise de variância (ANOVA) e pelo teste de Tukey a 95% de confiança. Com exceção de MEV, FTIR, DSC e DRX, as análises foram realizadas em triplicata e os resultados expressos como média $\pm$ desvio padrão.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL, SÓLIDOS SOLÚVEIS TOTAIS, CAROTENOIDES TOTAIS E COR DA CASCA DA MANGA FRESCA

Os resultados obtidos demonstraram uma acidez total titulável de $413,4 \pm 40,8$ mg de ácido cítrico por 100 g de amostra de casca de manga (b.s.). A acidez da manga se deve principalmente a presença dos ácidos cítrico e málico, no entanto, os ácidos oxálico, succínico, málico e pirúvico também já foram relatados (Maldonado-Celis *et al.*, 2019).

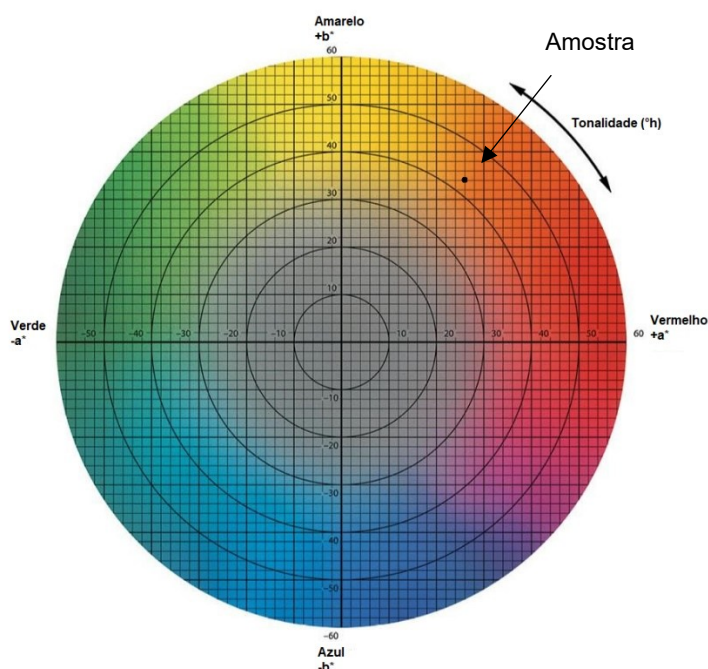
O valor de sólidos solúveis da casca de manga foi de $9,8 \pm 0,4$ °Brix. Geralmente, o índice de sólidos solúveis na casca da manga é menor do que na polpa. A casca das frutas costuma conter menos açúcares e mais fibras, resultando em menor concentração de sólidos solúveis. Valores entre 9,48-15,46 °Brix foram reportados para polpas de manga cv. 'Tommy Atkins' (Brunini, Durigan e Oliveira (2002), Boas *et al.* (2004) e Silva *et al.* (2011). Teor de sólidos de $13,33 \pm 0,15$ °Brix para casca da manga cv. Haden foi reportado por Damiani *et al.* (2009). Não foram encontrados trabalhos com dados do teor de sólidos solúveis em casca da manga cv. 'Tommy Atkins'.

O teor de carotenoides totais na casca da manga fresca foi de $142,0 \pm 8,0$ $\mu\text{g/g}$ (b.s.). Esse valor é superior ao de $5,47$ $\mu\text{g/g}$ (b.ú.) descrito por Ranganath *et al.* (2018) para casca de manga fresca da mesma cultivar. Essa diferença de concentração pode se dar por diversos fatores, como o estágio de maturação da manga, já que frutas mais maduras tendem a acumular maiores quantidades de carotenoides em comparação com as mais verdes; as condições de cultivo, fatores como solo, clima, irrigação, altitude e exposição solar podem influenciar a síntese desses pigmentos; época de colheita; e o manuseio pós-colheita, pois o tempo entre a colheita e a análise pode ocasionar degradação dos carotenoides, os quais são compostos sensíveis à luz, ao oxigênio e ao calor (Kapoor *et al.*, 2022).

Na Figura 7 está apresentada a escala cromática de acordo com os parâmetros de cor obtidos da casca da manga fresca. O parâmetro L^* (luminosidade) obtido foi de $50,57 \pm 7,91$, estando em um ponto intermediário entre o preto absoluto e o branco absoluto. A coordenada a^* , relacionada à variação vermelho-verde, foi de $26,03 \pm 14,58$ indicando que as cores da casca tendem mais para o vermelho. Já a coordenada b^* , relacionada à variação amarelo-azul indicam uma tendência das cores para o amarelo, visto que o valor obtido foi de $34,65 \pm 11,3$. O croma (C^*) médio obtido de $46,59 \pm 3,3$ indica que as cores são moderadamente saturadas. Por fim, o ângulo de tonalidade ($^{\circ}\text{h}$) sugere que as cores estão em uma região entre o vermelho e o amarelo no círculo cromático, com um valor de $52,52 \pm 23,07^{\circ}$.

Lopes *et al.* (2016) analisaram o parâmetro C^* de mangas cv. 'Tommy Atkins' em estágio fisiológico maduro, obtendo valores entre 24 (0 dias de armazenagem após colheita) e 35 (7 dias de armazenagem), indicando que as mangas avaliadas pelos pesquisadores encontravam-se em um estágio de maturação inferior ao das mangas avaliadas neste trabalho. Costa *et al.* (2019) analisaram a cor da casca da manga cv. 'Tommy Atkins' em diferentes estágios de maturação e obtiveram valores de a^* entre -4,98 a 17,35, valores relativamente inferiores aos obtidos neste trabalho, valores de b^* de 22,12 a 38,15 e de L^* entre 41,64 e 51,26, resultados similares aos obtidos para as frutas avaliadas neste trabalho.

Figura 7 - Escala cromática CIELab dos parâmetros da casca da manga cv. 'Tommy Atkins fresca'



Fonte: Adaptado de Konica Minolta (2024).

4.2 CAROTENOIDES TOTAIS DA CASCA DA MANGA SECA OBTIDOS COM LIS, ETANOL (GRAS) E ACETONA

Os carotenoides totais obtidos da casca de manga com diferentes LIs e com etanol (GRAS) em ultrassom de banho, assim como o teor obtido a partir da extração convencional com acetona por maceração, estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Carotenoides totais obtidos com LIs e etanol em extração no ultrassom de banho e com acetona em extração convencional

Solvente	Carotenoides totais ($\mu\text{g/g}$)	Eficiência de extração (%)
BMIM[BF ₄]	$32,28 \pm 1,65^c$	$21,91 \pm 1,96^c$
HMIM[Cl]	$74,11 \pm 4,92^b$	$50,31 \pm 3,31^b$
Etanol	$139,08 \pm 7,70^a$	$94,42 \pm 5,54^a$
Extração convencional	$147,30 \pm 8,06^a$	$100,00 \pm 0,00^a$

Fonte: A autora (2024). BMIM[BF₄] = 1-butil-3-metilimidazólio tetrafluoroborato; HMIM[Cl] = 1-hexil-3-metilimidazólio cloreto. ^{a,b,c} Diferentes letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os teores de carotenoides totais ($p < 0,05$).

O etanol mostrou-se mais eficiente na extração de carotenoides totais ($139,08 \pm 7,7 \mu\text{g/g}$) em comparação aos líquidos iônicos (LIs) BMIM[BF₄] e HMIM[Cl] ($p < 0,05$). A extração com etanol assistida por ultrassom foi semelhante à extração convencional

com acetona ($p > 0,05$). O método oferece uma alternativa mais sustentável, rápida e segura para aplicações em sistemas alimentares, em conformidade com o uso de solventes GRAS (FDA, 2022b; Rodríguez-Rodríguez et al., 2024). Embora o metanol, o éter etílico e o éter de petróleo não sejam classificados como solventes GRAS, seu uso foi limitado à etapa de saponificação. Devido à sua volatilidade, a secagem com nitrogênio foi aplicada para obter um extrato seco. De acordo com a Diretiva 2009/32/CE da Comissão Europeia (2009), para aplicações alimentares, os solventes devem ser completamente removidos ou reduzidos a níveis residuais entre 2 e 10 mg/kg, como é o caso do éter e do metanol. No entanto, análises de toxicidade dos extratos são necessárias para garantir a segurança dos produtos desenvolvidos.

A acetona é amplamente utilizada na extração de carotenoides devido à sua boa capacidade de solvatação para compostos de diferentes polaridades e à sua baixa viscosidade, que facilita a difusão no material vegetal. No entanto, o etanol é um solvente de polaridade moderada, o que o torna eficaz para extrair tanto carotenos quanto xantofilas presentes no extrato. As xantofilas, possuem grupos funcionais polares (hidroxilas), que podem estabelecer ligações de hidrogênio com o etanol, facilitando sua solubilização. Dessa forma, sua eficácia na extração pode se igualar à da acetona, mesmo em métodos não convencionais. O etanol, comparado aos LIs, possui menor viscosidade, o que facilita a difusão do solvente nas amostras, permitindo uma maior interação entre o solvente e os carotenoides presentes na casca da manga (Bogdanov, 2014).

O HMIM[Cl] (cadeia alquila C_6) demonstrou maior eficiência na extração de carotenoides em comparação ao BMIM[BF₄] (cadeia alquila C_4), devido à sua cadeia alquila mais longa e ao ânion cloreto ([Cl]⁻). A polaridade do [Cl]⁻ favorece interações com xantofilas, enquanto a maior cadeia alquila pode melhorar a extração de carotenos. No entanto, a complexidade estrutural dos líquidos iônicos pode limitar a eficiência global da extração, resultando em menor rendimento total em comparação ao etanol (Tang *et al.*, 2012; Zhang *et al.*, 2024). O uso de LIs é promissor, pois contribui para a sustentabilidade no processo de obtenção de carotenoides, devido a sua reciclabilidade, mas por outro lado o elevado custo e a ausência de legislações para aplicação em alimentos dificulta a sua aplicabilidade real.

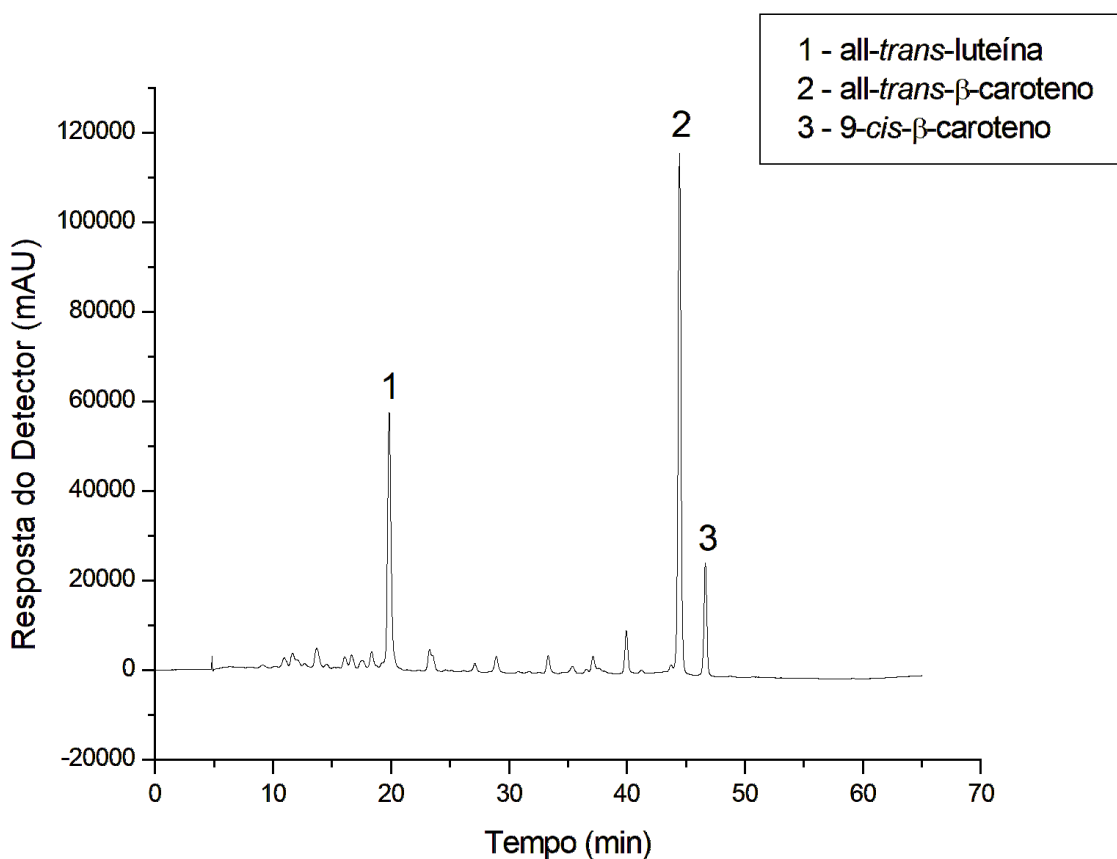
Como o etanol obteve a maior eficiência de extração (94,42%) quando comparado ao rendimento da extração convencional, seguido do HMIM[Cl] (50,31%)

e do BMIM[BF₄] (21,91%), ele foi selecionado como solvente para as etapas seguintes.

4.3 CAROTENOIDES MAJORITÁRIOS DA CASCA SECA

O *all-trans*- β -caroteno e a *all-trans*-luteína foram os carotenoides majoritários na casca da manga seca, seguidos do 9-*cis*- β -caroteno. Estes carotenoides corresponderam a $41,8\% \pm 1,8$, $26,1 \pm 0,5\%$ e $9,3 \pm 0,3\%$ do conteúdo total de carotenoides, respectivamente.

Figura 8 – Cromatograma obtido por HPLC-PDA do extrato etanólico de carotenoides da casca da manga seca



Fonte: A autora (2025). Condições: coluna C₃₀; fase móvel metanol/TBME de 75:25 a 50:50 em 25 min e 50:50 até 65 min, vazão de 0,7 mL/min.

O alto teor de β -caroteno pode estar relacionado ao estágio de maturação da manga, uma vez que, à medida que a fruta amadurece, há um aumento significativo na sua concentração (Mercadante; Rodriguez-Amaya, 1998).

A análise cromatográfica realizada por Sánchez-Camargo *et al.* (2019) em amostras de casca de manga cv. Sugar revelou a presença de all-*trans*- β -caroteno, 9-*cis*- β -caroteno e 13-*cis*- β -caroteno como os principais carotenoides. O all-*trans*- β -caroteno foi o composto mais abundante, representando 82% da fração de carotenoides na amostra liofilizada (FD-MP) e 74% na amostra desidratada por ar quente (AD-MP).

Ranganath *et al.* (2018) analisaram cultivares de manga com diferentes colorações de casca e identificaram a presença de oito carotenoides principais durante o amadurecimento dos frutos. As cultivares foram classificadas em três grupos: verdes ('Langra', 'Amrapali', 'Hamlet' e 'Bombay N°. 1'), amarelas ('Arka Anmol', 'Lazzat Baksh', 'Peach' e 'Banganapalli') e vermelhas ('Tommy Atkins', 'Gulabi', 'Lalmuni' e 'Janardhan Pasand'). Entre os compostos identificados, destacaram-se β -caroteno, *cis*- β -caroteno e isômeros de violaxantina. Na cv. Tommy Atkins, os carotenoides mais abundantes foram β -caroteno e *cis*- β -caroteno, seguidos de luteína.

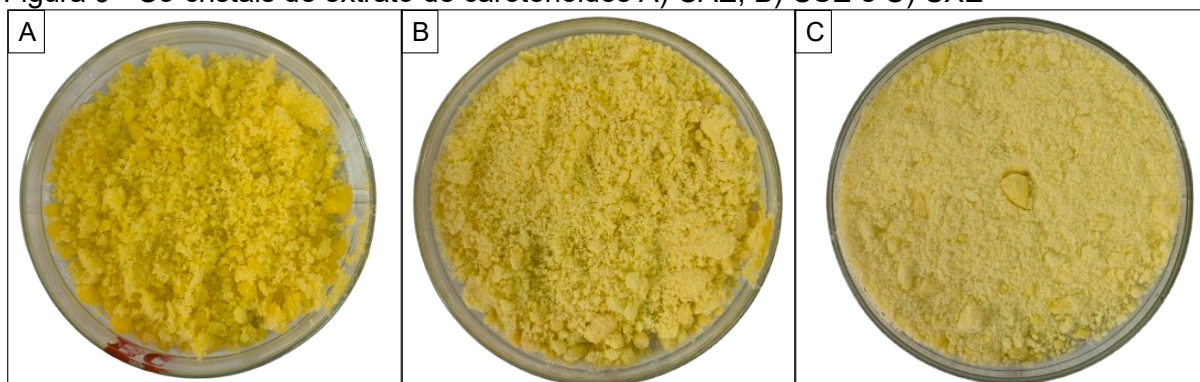
No extrato obtido da casca da manga cv. Tainong por Hu *et al.* (2023) foram identificados quatro carotenoides principais: luteína (203,85 $\mu\text{g/g}$), β -caroteno (41,4 $\mu\text{g/g}$), zeaxantina (4,2 $\mu\text{g/g}$) e α -caroteno (1,5 $\mu\text{g/g}$).

Os resultados reforçam o potencial da casca da manga como uma boa fonte natural de carotenoides, especialmente em abordagens voltadas à valorização de co-produtos agroindustriais.

4.4 ENCAPSULAMENTO DOS CAROTENOIDES POR CO-CRISTALIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS CO-CRISTAIS

Os extratos de carotenoides, obtidos com etanol, foram encapsulados com sacarose, sacarina sódica e xilitol, formando co-cristais (Figura 9).

Figura 9 - Co-cristais de extrato de carotenoides A) CAE, B) CSE e C) CXE



Fonte: A autora (2024). CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

4.4.1 Carotenoides totais e eficiência do encapsulamento

Os teores de carotenoides totais presentes nos co-cristais elaborados com sacarose (CAE), sacarina sódica (CSE) e xilitol (CXE), e a eficiência do encapsulamento dos carotenoides estão apresentados na Tabela 7:

Tabela 7 - Teor de carotenoides totais nos co-cristais e eficiência do encapsulamento

Co-cristal	Teor de carotenoides totais ($\mu\text{g/g}$)	Eficiência do encapsulamento (%)
CAE	$13,60 \pm 0,09^a$	$51,86 \pm 0,33^a$
CSE	$13,28 \pm 0,00^b$	$50,62 \pm 0,37^b$
CXE	$13,59 \pm 0,10^a$	$51,80 \pm 0,00^a$

Fonte: A autora (2024). CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides. ^{a,b} Diferentes letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os teores de carotenoides totais ($p < 0,05$).

Entre os materiais encapsulantes empregados, a eficiência de encapsulamento da sacarose e do xilitol foram semelhantes ($p > 0,05$), mas ambos foram superiores à sacarina sódica ($p < 0,05$).

Os resultados da eficiência de encapsulamento obtidos neste estudo foram inferiores aos reportados para β -caroteno co-cristalizado com sacarose em diferentes concentrações (Kaur *et al.*, 2021), no qual um incremento de 1% na eficiência de encapsulação foi considerado estatisticamente significativo nas concentrações de extrato de 700 $\mu\text{g/g}$ (77,1%), 800 $\mu\text{g/g}$ (77,9%) e 1000 $\mu\text{g/g}$ (78,0%), evidenciando uma tendência de melhora da eficiência com o aumento da concentração do extrato. A diferença na eficiência de encapsulamento pode ser atribuída a variações na

composição do extrato de carotenoides. O extrato da casca de manga contém uma mistura complexa de carotenoides, incluindo todos os isômeros *trans*-luteína e *cis*, que são mais suscetíveis à degradação térmica e à oxidação em comparação com o *all-trans*- β -caroteno (Rodriguez-Amaya, 2001; Zepka; Mercadante, 2009). Essas diferenças na composição provavelmente reduziram a estabilidade dos carotenoides durante a co-cristalização e sua interação com a matriz de sacarose, levando a uma menor eficiência de encapsulamento.

A eficiência de encapsulamento de extrato aquoso de erva-mate, realizado por López-Córdoba *et al.* (2014) foi de 85%, superior à eficiência de 72% obtida no encapsulamento de extrato em pó de erva mate (72%), por Deladino *et al.*, (2007). Essa diferença pode estar relacionada ao uso do extrato na forma líquida, que possivelmente contribuiu para um maior rendimento do processo, aprimorando a distribuição do composto ativo na matriz de sacarose (López-Córdoba *et al.*, 2014). Khawas & Deka (2016) obtiveram uma eficiência de encapsulamento de 75 a 80% usando sacarose para encapsular extrato de antioxidantes naturais obtidos da polpa e da casca de banana.

A eficiência de encapsulamento com o uso de xilitol no presente trabalho foi superior àquela observada no encapsulamento de mentol, um álcool terpenoide cíclico natural, cujos valores variaram de 2,93% a 7,49%. As variações nos resultados foram atribuídas pelos autores à concentração de álcool (5-10%) empregada em conjunto com a água como solvente (90-95%), e às diferentes temperaturas aplicadas durante o processo de co-cristalização (10-20 °C) (Wang *et al.*, 2017).

A encapsulação e a formação de co-cristais são influenciadas diretamente pela temperatura aplicada durante o processo de co-cristalização, bem como do tipo e das propriedades dos biocompostos incorporados (Nik *et al.*, 2019). A eficiência intermediária de encapsulação observada no presente estudo pode ser atribuída ao tempo prolongado de exposição dos carotenoides às temperaturas de 70 °C durante a co-cristalização e de 50 °C no processo de secagem, uma vez que esses compostos são sensíveis ao calor e suscetíveis à degradação térmica (Kaur *et al.*, 2021). Além disso, a etapa de lavagem da solução com água pode ter causado perdas de carotenoides, que possivelmente foram removidos junto com a fase aquosa.

As eficiências de encapsulação intermediárias ($50,62 \pm 0,37$ a $51,86 \pm 0,33\%$) observadas neste trabalho também podem ser justificadas pela própria natureza do processo de co-cristalização e pelas características dos compostos envolvidos.

Conforme descrito por López-Córdoba *et al.* (2014) e Kaur *et al.* (2021), a técnica de co-cristalização envolve a formação de aglomerados porosos que permitem a incorporação do composto bioativo. No entanto, esse mesmo caráter poroso pode resultar em perdas do princípio ativo durante o processo, seja por difusão para o meio externo ou por uma incorporação menos eficiente devido a interações fracas entre os carotenoides e a matriz cristalina.

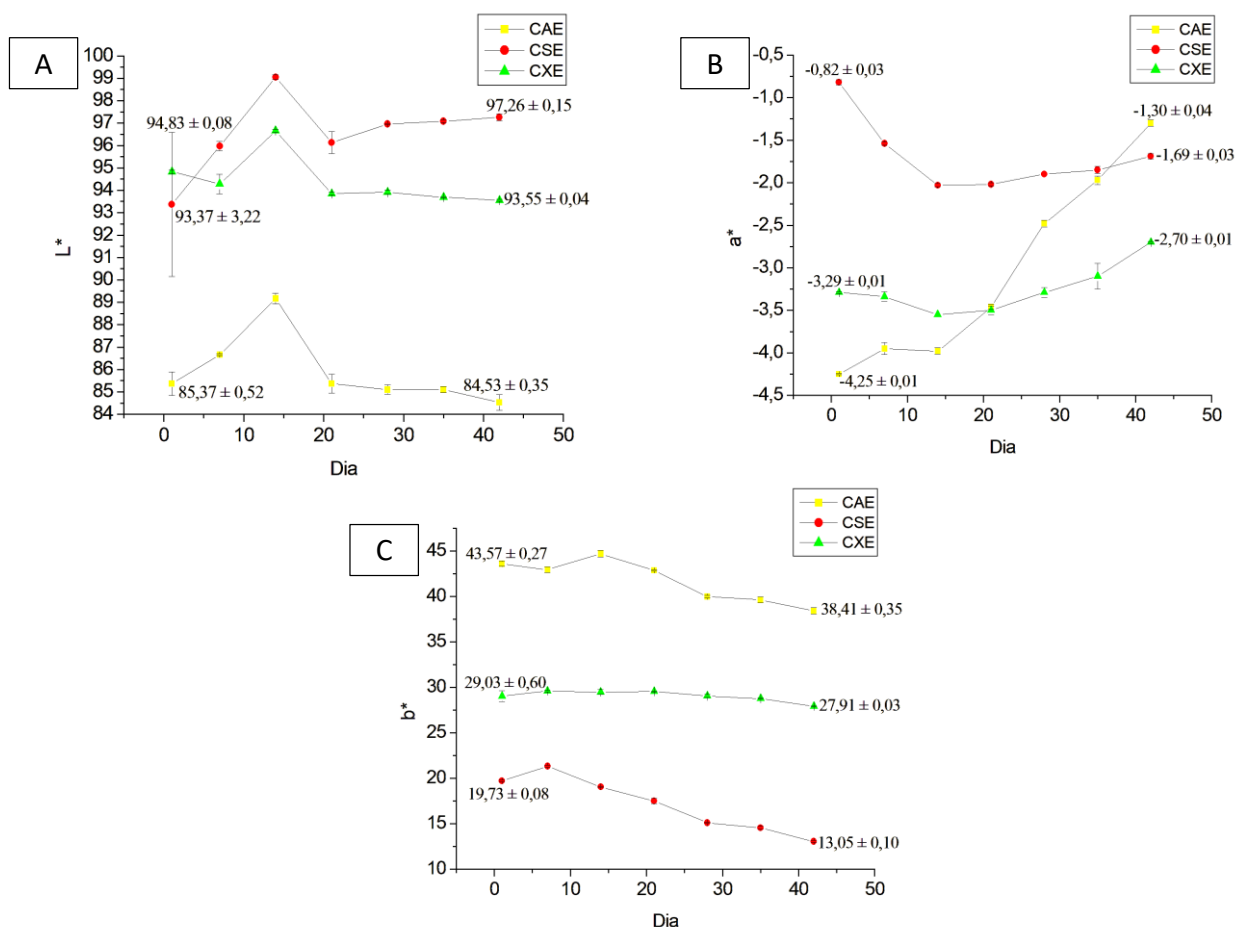
Portanto, os resultados encontrados sugerem que, apesar da capacidade da técnica de melhorar a estabilidade e solubilidade dos carotenoides, otimizações no processo de co-cristalização, como ajustes na composição da matriz e nas condições de nucleação (temperatura de reação e de secagem, tempo de agitação e concentração do extrato), podem ser necessárias para aumentar a retenção do composto ativo e, conseqüentemente, melhorar a eficiência de encapsulação.

Dentre os materiais encapsulantes empregados, a sacarose e o xilitol não apresentaram diferença estatística entre si ($p > 0,05$), no entanto, ambos demonstraram-se superior à sacarina sódica ($p < 0,05$). A sacarose é amplamente utilizada na co-cristalização por sua alta solubilidade em água, facilidade de cristalização e capacidade de formar estruturas porosas que favorecem a incorporação de compostos bioativos. Já o xilitol, um poliol de origem natural com propriedades edulcorantes semelhantes à sacarose, apresenta um perfil mais hidrofílico e uma estrutura cristalina distinta, o que pode influenciar o modo como os carotenoides são retidos na matriz. A similaridade nos resultados obtidos com ambos os encapsulantes sugere que o xilitol pode ser uma alternativa viável e funcional à sacarose em processos de co-cristalização, especialmente em formulações voltadas a públicos com restrições ao consumo de açúcares (Chezanoglou; Goula, 2021; Kaur *et al.*, 2021; Peixoto *et al.*, 2022).

4.4.2 Parâmetros colorimétricos

A variação dos parâmetros L^* , a^* e b^* nos co-cristais com extrato de carotenoides armazenados por 42 dias, sob o abrigo de luz, está apresentada na Figura 10.

Figura 10 - Variação dos parâmetros de luminosidade (L^*) (A); eixo verde-vermelho (a^*) (B) e eixo azul-amarelo (b^*) (C) nos co-cristais com extrato de carotenoides



Fonte: A autora (2024). CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

Ao avaliar o parâmetro de luminosidade (L^*), observa-se que não há variação ($p > 0,05$) do mesmo, entre o primeiro e o último dia de armazenamento, nos co-cristais de sacarose (CAE) e co-cristais de sacarina sódica (CSE). Os co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides (CXE) apresentaram uma redução significativa de L^* durante o armazenamento ($p < 0,05$). O parâmetro de L^* varia de 0, representando o preto absoluto (nenhuma luz refletida), a 100, representando o branco puro (máxima luz refletida). Todas as amostras apresentaram L^* próximo a 100, indicando que estas refletem uma grande quantidade de luz (Schanda, 2007). Os valores mais altos de L^* observados em CAE e CSE, quando comparados à CXE, podem ser atribuídos à maior capacidade de reflexão da luz pelas matrizes de sacarose e sacarina, que possuem estrutura cristalina altamente organizada e superfície mais brilhante. Por outro lado, o xilitol, embora também cristalino, apresentou coloração mais opaca e

menor proporção de luz refletida, possivelmente devido à maior incorporação dos carotenoides na matriz e à formação de uma superfície mais irregular durante o processo de co-cristalização.

O parâmetro a^* na escala CIELab indica a posição da cor no eixo cromático que vai do verde (valores negativos) ao vermelho (valores positivos). As amostras CAE e CXE apresentaram um aumento ($p < 0,05$) no a^* entre os dias 1 e 42 de armazenamento, aproximando-se ligeiramente do tom vermelho. Já a amostra CSE, apresentou uma tendência de diminuição do a^* durante o armazenamento.

O parâmetro b^* na escala CIELab indica a posição da cor no eixo cromático que vai do azul ($-b^*$) ao amarelo ($+b^*$). As amostras CAE e CSE sofreram redução ($p < 0,05$) desse parâmetro durante o armazenamento, embora tenham permanecido próximas ao eixo amarelo. A amostra CXE manteve-se estável ao longo do período de armazenamento ($p > 0,05$).

Os parâmetros de saturação (C^*) e o ângulo hue (h°), dos dias 1 e 42 de armazenamento, dos co-cristais contendo extrato de carotenoides são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros de saturação (C^*), ângulo hue (h°) e ΔE^* das amostras de co-cristais com extrato de carotenoides nos dias 1 e 42 de armazenamento

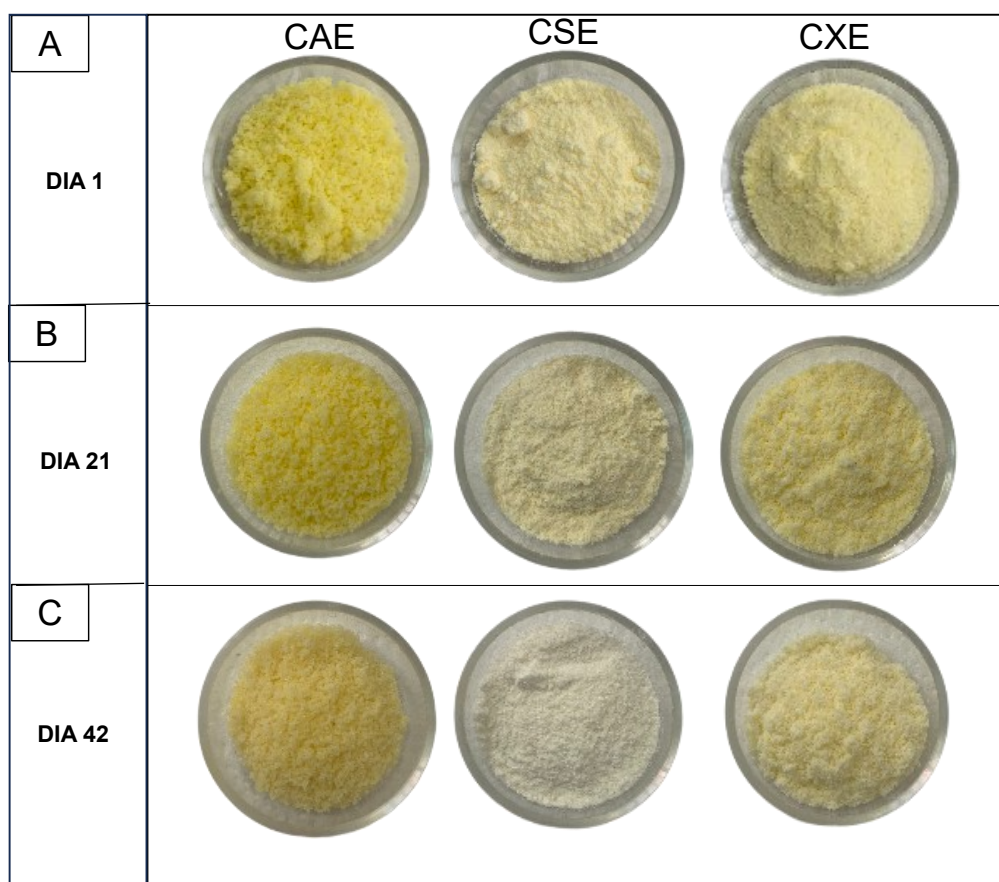
	Amostra		
	CAE	CSE	CXE
C^* (dia 1)	$43,77 \pm 0,27^{aA}$	$19,75 \pm 0,08^{aC}$	$29,21 \pm 0,59^{aB}$
C^* (dia 42)	$38,43 \pm 0,35^{bA}$	$13,17 \pm 0,11^{bC}$	$28,04 \pm 0,03^{bB}$
h° (dia 1)	$95,57 \pm 0,04^{aB}$	$92,38 \pm 0,07^{bC}$	$96,48 \pm 0,11^{aA}$
h° (dia 42)	$91,94 \pm 0,06^{bC}$	$97,39 \pm 0,06^{aA}$	$95,52 \pm 0,01^{bB}$
ΔE^*	6,00	7,78	1,80

Fonte: A autora (2024). CAE = co-cristais de sacarose com carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com carotenoides. ^{a,b} Diferentes letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os períodos de armazenamento ($p < 0,05$). ^{A,B,C} Diferentes letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as amostras ($p < 0,05$).

A amostra CAE apresentou a maior saturação entre as amostras, seguida por CXE e CSE, evidenciando que a matriz influencia na intensidade da cor do co-cristal, mesmo contendo teor aproximado de carotenoides. Durante o armazenamento (dias 1 a 42), todas as amostras tiveram redução na saturação, possivelmente devido à degradação dos pigmentos. O ângulo hue (h°) variou entre 91,94 e 97,39°, indicando a proximidade com o tom amarelo típico dos carotenoides (Federzoni *et al.*, 2019). CAE e CXE mostraram redução ($p < 0,05$) de h° com o tempo, enquanto CSE

apresentou aumento, possivelmente devido à decomposição dos pigmentos, que desloca a cor para tons amarelo-verdes. A cor dos co-cristais no início, meio e final do armazenamento podem ser vistas na Figura 11.

Figura 11 - Co-cristais com extrato de carotenoides nos dias A) 1, B) 21, e C) 42 de armazenamento



Fonte: A autora (2024). CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides

A diferença de cor (ΔE^*) dos co-cristais entre os dias 1 e 42 de armazenamento sob o abrigo de luz foi de 6,00; 7,78 e 1,80 para as amostras CAE, CSE e CXE, respectivamente. De acordo com Tiwari *et al.* (2008) as diferenças em cada amostra podem ser classificadas como muito diferente ($\Delta E^* > 3,0$), diferente ($3,0 \geq \Delta E^* \geq 1,5$) e ligeiramente diferente ($\Delta E^* < 1,5$). Portanto, observa-se que as amostras CAE e CSE demonstraram uma grande diferença de cor entre os dias de armazenamento, representando uma menor estabilidade. Já a amostra CXE demonstrou-se mais estável frente às alterações de cor com o tempo.

As diferenças observadas na percepção de cor e nos parâmetros de cor podem ser atribuídas à eficiência de encapsulamento e às propriedades ópticas intrínsecas de cada material encapsulante. Fatores como composição da matriz, morfologia da superfície, tamanho das partículas e cristalinidade afetam significativamente a dispersão da luz e dos pigmentos (Chezanoglou; Goula, 2021). Uma hipótese é que cocristais compostos de sacarose, sacarina e xilitol interagem de forma diferente com os carotenoides, influenciando sua intensidade de cor, luminosidade e ângulo de matiz. Portanto, mesmo quando a eficiência de encapsulamento é comparável, podem ocorrer diferenças visuais de cor entre as formulações.

4.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura e Tamanho de Partícula

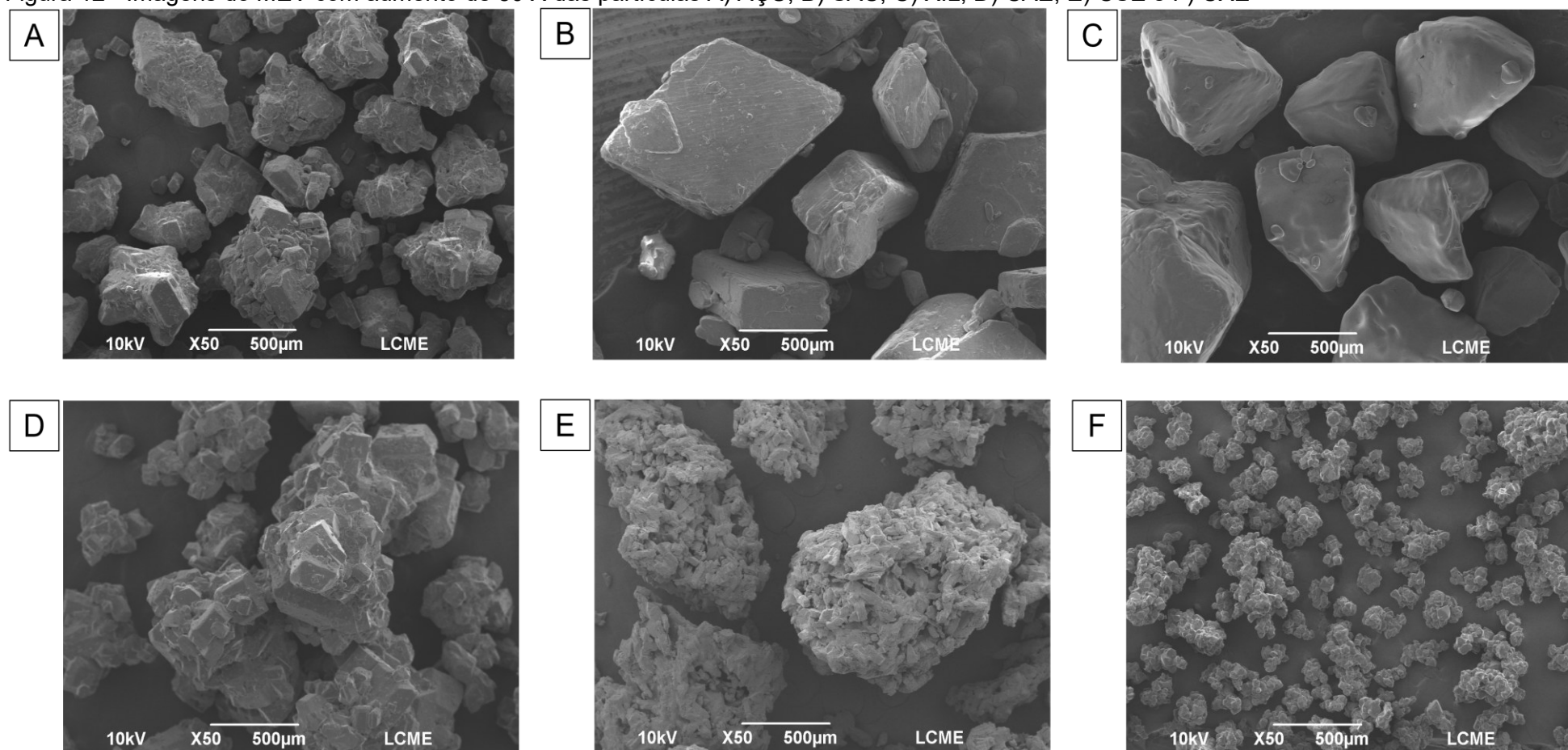
As partículas de sacarose pura (AÇU) (Figura 12 - A) apresentam estrutura predominantemente cúbica ou prismática, com arestas bem definidas, típicas de cristais desse composto. Essa organização cristalina, já descrita por Deladino *et al.* (2007), Sardar e Singhal (2013) e Kaur *et al.* (2021), resulta de arranjos atômicos regulares. Além disso, as partículas possuem superfície rugosa, bordas irregulares e, ocasionalmente, formam aglomerados, com tamanho médio de $147 \pm 176 \mu\text{m}$. Em contraste, os co-cristais de sacarose contendo extrato de carotenoides (CAE) (Figura 12 - D) apresentam estrutura aglomerada e irregular, com partículas menores formando agregados. A superfície das partículas CAE é rugosa e porosa, provavelmente devido ao processo de co-cristalização, e a forma predominante é irregular. Essas diferenças indicam que a presença de carotenoides altera a morfologia dos cristais, tornando-os menos uniformes e mais porosos. Além disso, os co-cristais apresentaram um aumento no tamanho médio das partículas ($4 \pm 61 \text{ mm}$). Durante o processo, a presença de carotenoides pode alterar a solubilidade e recristalização da sacarose, formando cristais maiores ou aglomerados, com variabilidade influenciada por temperatura, concentração e solventes (Deladino *et al.*, 2007; Chezanoglou; Goula, 2021).

As partículas de sacarina sódica pura (SAC) (Figura 12 - B) apresentam estrutura predominantemente prismática e irregular, com muitas exibindo formas retangulares ou angulares. Sua superfície é rugosa, porém menos porosa em comparação com as partículas de sacarose, com pequenas irregularidades e marcas visíveis nas faces. O tamanho médio das partículas de SAC foi de $153 \pm 156 \mu\text{m}$. Em

contraste, os co-cristais de sacarina com extrato de carotenoides (CSE) (Figura 12 - E) apresentam estrutura mais irregular, aparência mais porosa e maior tendência à aglomeração. Esse aumento da porosidade pode estar relacionado à interação entre a sacarina e os carotenoides, que promove a formação de espaços vazios na estrutura cristalina (Chezanoglou; Goula, 2021). Além disso, os co-cristais exibiram um tamanho médio significativamente maior ($438 \pm 661 \mu\text{m}$), evidenciado pelos aglomerados observados, sugerindo que a presença de carotenoides influencia diretamente a morfologia e organização das partículas.

As partículas de xilitol puro (XIL) (Figura 12 - C) apresentam formato irregular, com faces planas e arestas bem definidas, lembrando poliedros. Sua superfície aparenta ser lisa, com pequenas irregularidades e possíveis inclusões, que podem indicar a incorporação de impurezas ou a presença de diferentes fases cristalinas. O tamanho médio das partículas de XIL foi de $330 \pm 256 \mu\text{m}$. Em contraste, os co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides (CXE) (Figura 12 - F) exibem uma estrutura mais aglomerada e densa, com partículas significativamente menores ($35 \pm 43 \mu\text{m}$). Essa diferença no tamanho resulta das condições controladas de co-cristalização, que favorecem nucleação rápida e crescimento cristalino limitado, gerando partículas menores em relação ao xilitol puro.

Figura 12 - Imagens do MEV com aumento de 50 X das partículas A) AÇU, B) SAC, C) XIL, D) CAE, E) CSE e F) CXE



Fonte: A autora (2024). AÇU = sacarose pura. SAC = sacarina sódica pura. XIL = xilitol puro. CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides. CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides. CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

Cada composto tem seu próprio mecanismo de nucleação e crescimento durante a cristalização. No caso do xilitol, o processo de co-cristalização pode levar a uma nucleação mais abundante e precoce, formando muitos núcleos pequenos que se desenvolvem em partículas menores. Em contrapartida, sacarose e sacarina sódica podem ter taxas de nucleação e crescimento diferentes, formando cristais maiores antes que o processo de co-cristalização seja interrompido pela presença de carotenoides. Isso resulta em partículas maiores para esses compostos.

No contexto da aplicação dos co-cristais em gelatina incolor, onde se busca a atuação simultânea como corante e adoçante, o xilitol se destaca como a opção mais interessante. Isso porque os co-cristais de xilitol com carotenoides (CXE) apresentaram as menores partículas, o que pode favorecer uma melhor dispersão na matriz da gelatina, promovendo uma coloração mais homogênea. A co-cristalização reduz o tamanho das partículas para a faixa micrométrica e fornece uma estrutura porosa, o que melhora a dispersibilidade e a solubilidade dos carotenoides em sistemas hidrofílicos.

4.4.4 Umidade e atividade de água

Como é possível observar na Tabela 10, a amostra CAE apresentou o maior valor de umidade ($1,37 \pm 0,26\%$) e a_w ($0,6245 \pm 0,0075$), indicando que a presença do extrato na sacarose influenciou a retenção de água. Esse aumento pode estar relacionado à presença de compostos hidrofílicos no extrato, que interagem com a matriz de sacarose e favorecem a retenção de água ligada. Os co-cristais de xilitol controle (CXC) apresentaram a maior a_w ($0,6776 \pm 0,0059$), sugerindo maior disponibilidade de água livre em comparação com os outros co-cristais. A amostra CSE apresentou os menores valores tanto de umidade ($0,22 \pm 0,08\%$) quanto de a_w ($0,5870 \pm 0,0035$), indicando que este co-cristal retém menos água e possui menor disponibilidade de água para reações químicas ou degradação, o que potencialmente favorece uma maior estabilidade.

Tabela 10 - Umidade e aw dos co-cristais

Co-cristal	Umidade (%)	aw
CAE	1,37 ± 0,26 ^a	0,6245 ± 0,0075 ^b
CAC	0,32 ± 0,09 ^b	0,6165 ± 0,0038 ^{b,c}
CSE	0,22 ± 0,08 ^b	0,5870 ± 0,0035 ^d
CSC	0,45 ± 0,17 ^b	0,5944 ± 0,0063 ^d
CXE	0,32 ± 0,33 ^b	0,5963 ± 0,0011 ^{c,d}
CXC	0,60 ± 0,09 ^{a,b}	0,6776 ± 0,0059 ^a

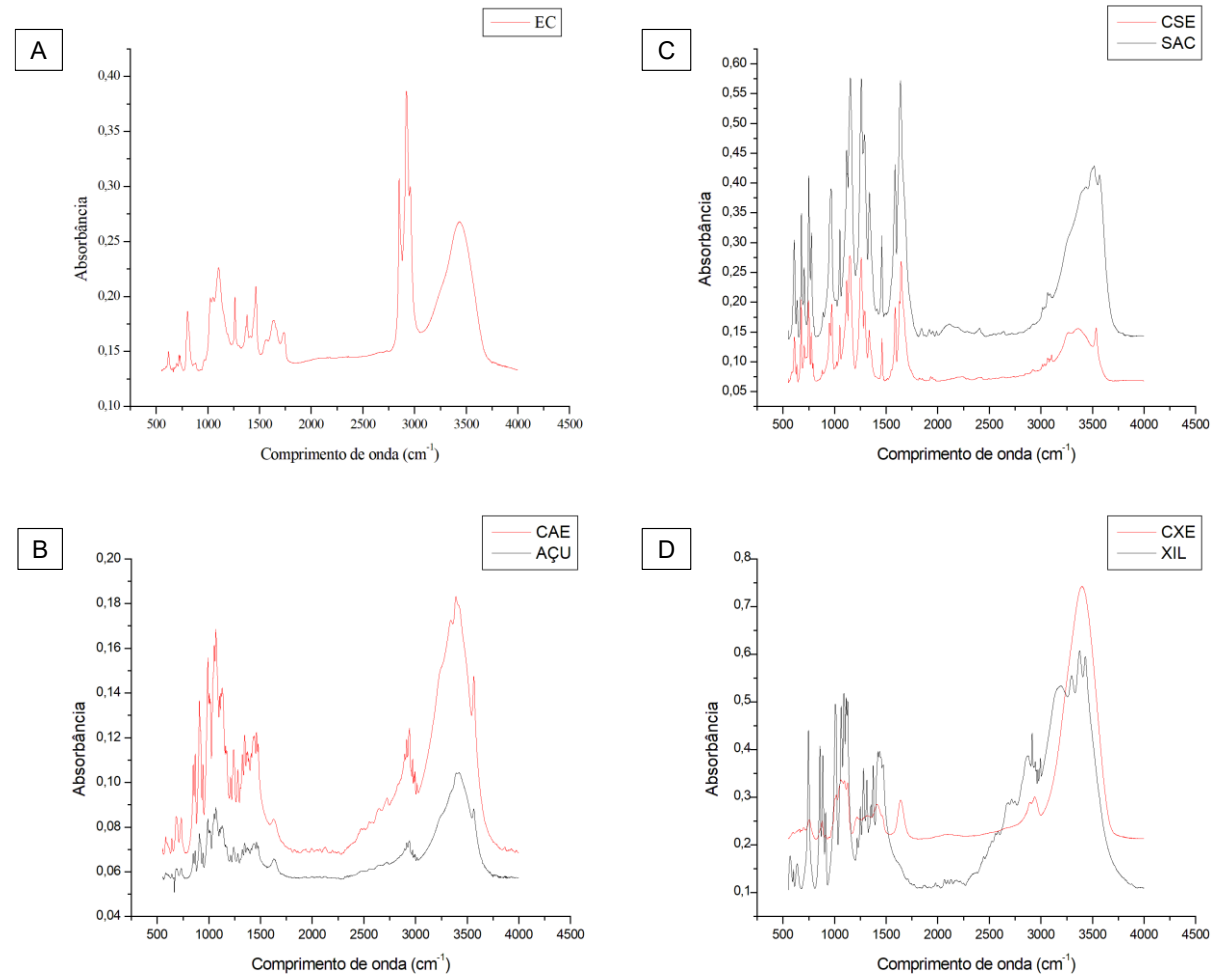
Fonte: A autora (2024). CAE = co-cristais de sacarose contendo carotenoides; CAC = co-cristais de sacarose controle; CSE = co-cristais de sacarina contendo carotenoides; CSC = co-cristais de sacarina controle; CXE = co-cristais de xilitol contendo carotenoides; CXC = co-cristais de xilitol controle.^{a,b,c,d} Diferentes letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os teores de umidade e aw ($p < 0,05$).

Uma hipótese para co-cristais com baixo teor de umidade apresentarem alto valor de aw é que o teor de água não era homogêneo nos co-cristais, apesar de sua grande área de superfície, o que poderia favorecer a adsorção de água, o que significa que a água interage principalmente com a superfície dos sólidos (Lavelli; Zanoni; A Zaniboni, 2007). Dependendo do agente encapsulante, sua estrutura química pode conter vários sítios de ligação de hidrogênio (por exemplo, –OH, –COOH, –NH), que podem interagir com a umidade atmosférica por meio de ligações de hidrogênio e formar diferentes tipos de sintonas supramoleculares com moléculas de água, facilitando assim a adsorção de superfície e a potencial penetração na rede cristalina (Dhondale et al., 2023). Para controlar a atividade de água dos cocrystal durante o armazenamento e garantir sua estabilidade a longo prazo, estratégias como embalagem a vácuo, gases inertes e a incorporação de absorvedores de umidade podem ser promissoras (Cichello, 2015; Cutter, 2002).

4.4.5 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Na Figura 13 estão apresentados os espectros FTIR das amostras de extrato de carotenoides e dos co-cristais CAE, CSE e CXE.

Figura 13 - Espectros FTIR das amostras de A) EC, B) CAE e AÇU, C) CSE e SAC, e D) CXE e XIL.



Fonte: A autora (2024). EC = extrato de carotenoides. AÇU = sacarose pura. SAC = sacarina sódica pura. XIL = cilitol puro. CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

No espectro do extrato de carotenoides de manga cv. 'Tommy Atkins' (Figura 13 - A) foi observado um estiramento (*stretching*) de ligações C-O em torno de 1000 cm^{-1} , associado a presença de xantofilas, no extrato, que pode também estar relacionado com as vibrações de estiramento C-C em cadeias poliênicas (Quijano-Ortega *et al.*, 2020). A banda observada entre 1396 e 1577 cm^{-1} geralmente está associada a deformações angulares de ligações C-H em grupos metila (CH_3) e metileno (CH_2) (Berezin; Nechaev, 2005). A banda na região entre 1697 e 1789 cm^{-1} é típica do estiramento da ligação C=O, presente em grupos carbonílicos, como aldeídos, cetonas e ésteres (Quijano-Ortega *et al.*, 2020). Em carotenoides, isso pode indicar a presença de estruturas oxigenadas. A região entre 2850 e 3000 cm^{-1} está associada ao estiramento C-H de cadeias alifáticas. Para os carotenoides, isso está relacionado às ligações C-H dos grupos metila (CH_3) e metileno (CH_2) presentes nas longas cadeias de hidrocarbonetos (NIK *et al.*, 2019). A banda entre 3080 e 3751 cm^{-1} pode indicar estiramento de ligações C-H de insaturações (C-H em sp^2), relacionadas às ligações duplas conjugadas nas cadeias poliênicas dos carotenoides. Essa região é importante para confirmar a presença de grupos insaturados (C=C).

Na Figura 13 - B é possível observar que as bandas dos grupos funcionais presentes nas amostras são bandas típicas da molécula de sacarose. Na amostra de sacarose (AÇU) observam-se vibrações de estiramento C-O, comuns em açúcares em 1100 cm^{-1} . Já em 1450 cm^{-1} é possível observar deformações angulares C-H, comum em açúcares e carboidratos, relacionado às vibrações associadas às cadeias alifáticas e grupos metila/metileno. O estiramento C-H de grupos alifáticos presentes nos grupos CH_2 e CH_3 da estrutura da sacarose é observado em 2900 cm^{-1} , assim como o estiramento O-H, típico de grupos hidroxila (OH), está presente em 3400 cm^{-1} (KhaWas; Deka, 2016). Ao analisar o espectro do co-cristal de sacarose com extrato de carotenoides (CAE) é possível observar que a adição do extrato de carotenoides à sacarose resulta em bandas adicionais ou aumentadas, especialmente na região de 2850 - 3000 cm^{-1} , que está associada às vibrações de estiramento C-H de cadeias alifáticas e insaturações.

Ao avaliar a amostra de sacarina (SAC) (Figura 13 - C) é possível observar uma banda de absorção na região de 3113 a 3435 cm^{-1} , indicando um estiramento O-H ou N-H, podendo ser associado ao estiramento de grupos hidroxila (OH) ou aminas (NH), típicos em compostos com ligações de hidrogênio ou aminas secundárias, como na estrutura da sacarina sódica (Prashanth *et al.*, 2022). A região 2833 - 3095 cm^{-1}

representa as vibrações de estiramento de ligações C-H. O estiramento C=O (carbonila) presente na estrutura da sacarina, que é um derivado do ácido sulfâmico, está presente na região de 1700 cm^{-1} . O pico obtido em aproximadamente 1100 cm^{-1} O estiramento simétrico e assimétrico S=O é indicado em 1100 cm^{-1} (Basavoju; Boström; Velaga, 2007). Na amostra de co-cristal de sacarina contendo extrato de carotenoides (CSE) é possível observar que a adição dos carotenoides ocasiona o surgimento de novas bandas e mudanças de intensidade, como o estiramento C=O, em 1750 cm^{-1} , e a ampliação da banda em $2833\text{-}3095\text{ cm}^{-1}$ devido às cadeias alifáticas dos carotenoides. No entanto, os grupos característicos da sacarina ainda são dominantes. Quando o extrato de carotenoides é adicionado à sacarina sódica, ocorre uma mistura dos sinais FTIR de ambos os compostos.

Ao observar o espectro do xilitol (XIL) presente na Figura 13 - D, verifica-se a presença de estiramento O-H (hidroxila) na faixa de $3261\text{ a }3381\text{ cm}^{-1}$ (Santos *et al.*, 2015). Entre $2772\text{ e }3000\text{ cm}^{-1}$ observa-se o estiramento C-H, que representa os estiramentos de ligações C-H, comuns em grupos metileno (CH_2) e metila (CH_3), típicos das cadeias alifáticas do xilitol (Salaün *et al.*, 2011). A região entre $1350\text{ e }1420\text{ cm}^{-1}$ corresponde às deformações angulares das ligações C-H dos grupos metila e metileno do xilitol. O estiramento C-O (álcool) pode ser observado na faixa de $1034\text{ a }1249\text{ cm}^{-1}$, esta faixa é típica de álcoois e representa o estiramento das ligações C-O presentes nos grupos hidroxila (-OH) do xilitol (Salaün *et al.*, 2011; Santos *et al.*, 2015). A banda entre $1700\text{ e }1750\text{ cm}^{-1}$ aparece no espectro da amostra CXE devido à presença de carotenoides, que possuem grupos carbonílicos (C=O), ausentes no xilitol puro. As hidroxilas do xilitol podem formar ligações de hidrogênio com os grupos carbonílicos (C=O) ou hidroxilas presentes nos carotenoides. Essas interações podem diminuir a intensidade ou deslocar a banda O-H ($3261\text{-}3381\text{ cm}^{-1}$) no espectro CXE. Grupos polares, como as carbonilas dos carotenoides e as hidroxilas do xilitol, podem interagir por meio de forças dipolo-dipolo, resultando no surgimento de bandas adicionais (como em $1700\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$) em CXE ou na alteração das bandas relacionadas a estiramentos C-O e C=O.

4.4.6 Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC)

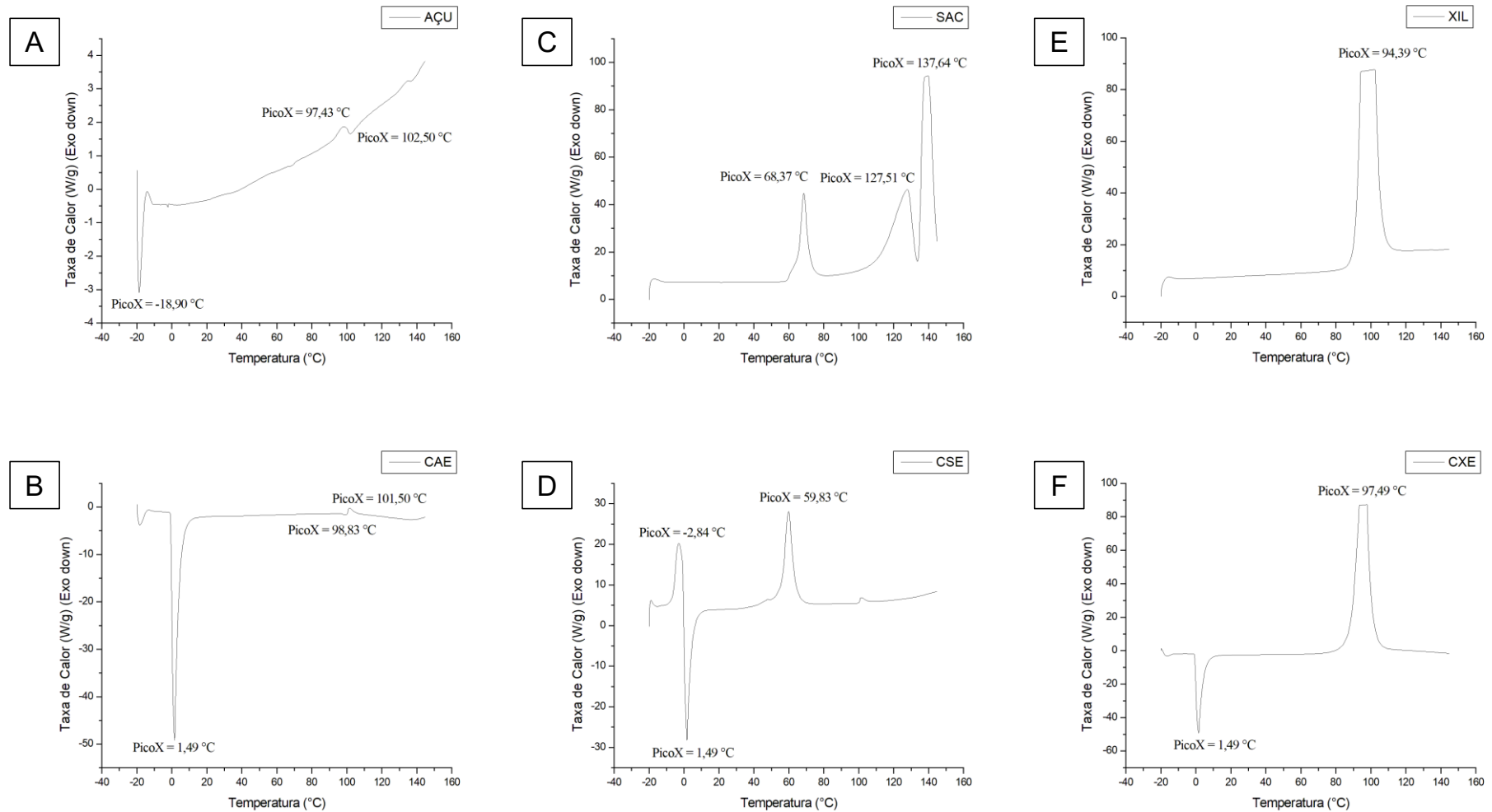
Na Tabela 9 estão os dados obtidos a partir da análise térmica diferencial por DSC e na Figura 14 é apresentado o termograma de DSC das amostras, destacando os eventos exotérmicos observados.

Tabela 9 - Termograma DSC dos encapsulantes e dos co-cristais com extrato de carotenoides

Amostra	Pico	Temperatura de início DSC	Temperatura do pico DSC	Temperatura do final DSC	ΔH
AÇU	1	-20,02 °C	-18,90 °C	-13,97 °C	-2,006 J
	2	92,74 °C	97,43 °C	100,44 °C	0,2070 J
	3	100,45 °C	102,50 °C	108,80 °C	-0,1716 J
CAE	1	-0,53 °C	1,49 °C	16,78 °C	-40,85 J
	2	97,06 °C	98,83 °C	100,16 °C	-0,08548 J
	3	100,29	101,50 °C	105,76 °C	0,7436 J
SAC	1	65,05 °C	68,37 °C	78,57 °C	44,35 J
	2	112,11 °C	127,51 °C	133,91 °C	82,20 J
	3	134,62 °C	137,64 °C	144,37 °C	101,8 J
CSE	1	-6,14 °C	-2,84 °C	-0,31 °C	14,76 J
	2	-0,28 °C	1,49 °C	11,28 °C	-27,54 J
	3	55,86 °C	59,83 °C	75,03 °C	28,71 J
XIL	1	91,52 °C	94,39 °C	115,96 °C	211,7 J
CXE	1	-0,53 °C	1,49 °C	16,36 °C	-41,29 J
	2	88,61 °C	97,49 °C	118,49 °C	206,7 J

Fonte: A autora (2024). AÇU = sacarose pura. SAC = sacarina sódica pura. XIL = cilitol puro. CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

Figura 14 – Termogramas DSC das amostras A) AÇU, B) CAE, C) SAC, D) CSE, E) XIL e F) CXE



Fonte: A autora (2024). AÇU = sacarose pura. SAC = sacarina sódica pura. XIL = cilitol puro. CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

Na amostra de sacarose pura (AÇU), o pico endotérmico (97,43 °C) pode estar relacionado ao ponto de fusão, enquanto o pico exotérmico a 102,50 °C, possivelmente indica uma degradação inicial (KhaWas; Deka, 2016). Na amostra de co-cristais de sacarose com carotenoides (CAE), o pico endotérmico a 101,50 °C, mais intenso que o endotérmico da sacarose pura (97,43 °C), indica uma transição do ponto de fusão, possivelmente induzida pelos carotenoides.

Na amostra de sacarina pura (SAC), o pico endotérmico a 68,37 °C sugere uma transição física, como reorganização cristalina ou perda de água de hidratação, por exemplo. Outro pico endotérmico a 127,51 °C pode indicar fusão parcial, enquanto o terceiro, a 137,64 °C, provavelmente corresponde à fusão completa ou transição final antes da decomposição térmica. Nos co-cristais de sacarina com carotenoides (CSE), o pico o exotérmico a 1,49 °C pode indicar recristalização dos carotenoides. O pico endotérmico a 59,83 °C, com menor energia (28,71 J), ocorre abaixo do primeiro pico da sacarina pura, indicando que os carotenoides reduzem a estabilidade térmica da sacarina (KhaWas; Deka, 2016).

Na amostra de xilitol puro (XIL), o pico endotérmico a 94,39 °C ($\Delta H = 211,7$ J) indica a fusão do xilitol, com ponto típico de fusão entre 92-95 °C (Wang *et al.*, 2017). Nos co-cristais de xilitol com carotenoides (CXE), o pico endotérmico a 97,49 °C sugere que os carotenoides elevam ligeiramente a temperatura de fusão, estabilizando a estrutura cristalina. A energia de fusão (206,7 J) é similar à do xilitol puro, indicando que o processo de fusão mantém características térmicas semelhantes, apesar do aumento na temperatura.

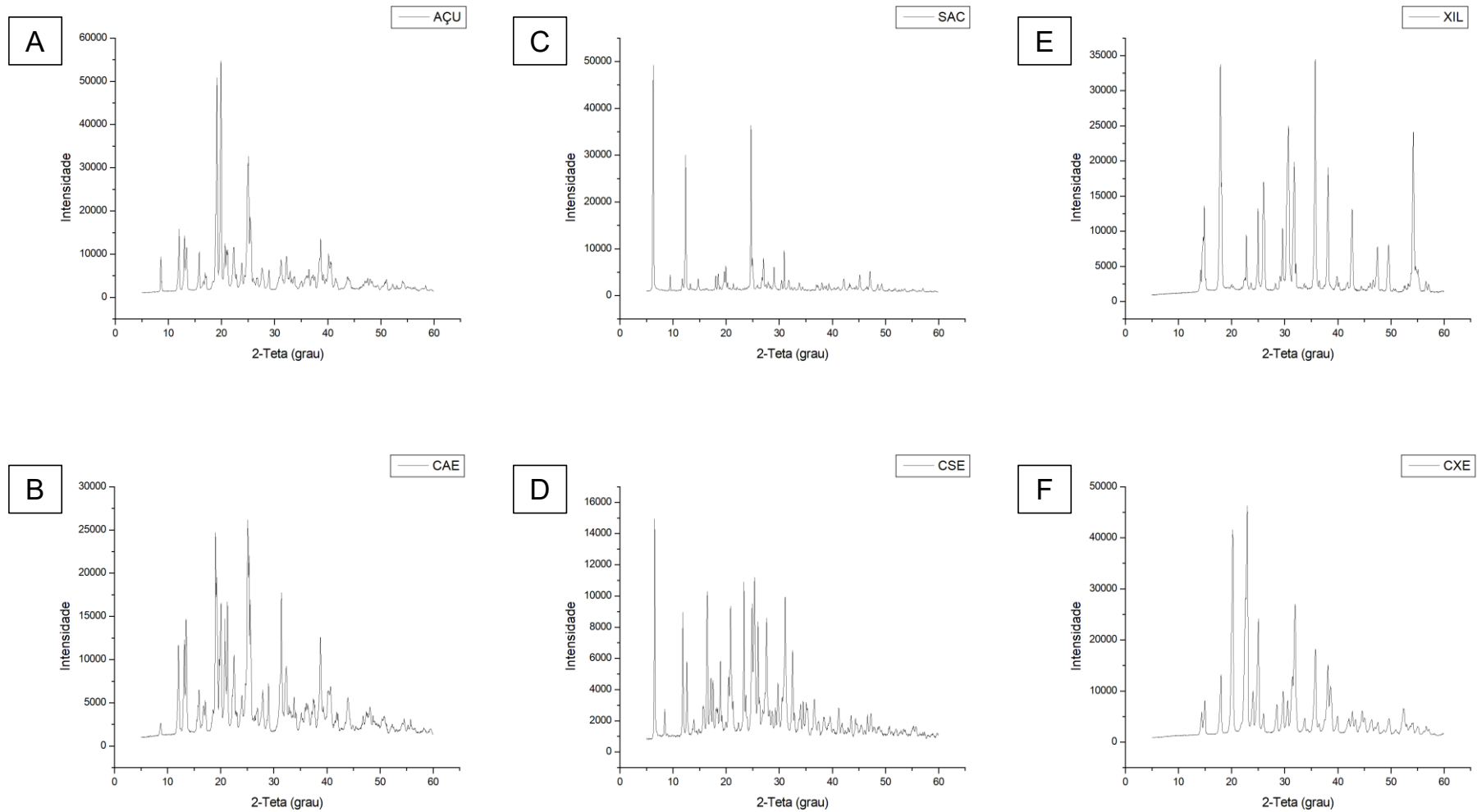
A correlação entre os resultados de FTIR e DSC reforça a ocorrência de interações específicas entre os compostos adoçantes e os carotenoides durante o processo de co-cristalização. Nos co-cristais de sacarose com carotenoides (CAE), a presença de bandas intensificadas na região de 2850–3000 cm^{-1} no FTIR, associadas ao estiramento C–H de cadeias alifáticas, sugere interações entre os grupos funcionais dos carotenoides e as hidroxilas da sacarose, o que se reflete no aumento da temperatura de fusão observado na DSC, indicando maior estabilidade térmica da estrutura cristalina formada. Para os co-cristais de sacarina com carotenoides (CSE), o surgimento de bandas de estiramento C=O e o aumento na intensidade de bandas alifáticas apontam para a presença dos carotenoides na estrutura, mas a redução da temperatura e da entalpia de transição térmica observada na DSC indica uma

estrutura menos organizada e termicamente instável, possivelmente devido à interferência dos carotenoides na rede cristalina da sacarina. Já os co-cristais de xilitol com carotenoides (CXE) apresentaram bandas adicionais em $1700\text{--}1750\text{ cm}^{-1}$ e deslocamentos na faixa de O–H no FTIR, compatíveis com ligações de hidrogênio entre os compostos, as quais resultaram em um leve aumento na temperatura de fusão na DSC, sem alteração expressiva da energia envolvida, sugerindo a formação de uma estrutura cristalina estável e coesa. Esses dados, em conjunto, evidenciam que o perfil de interação molecular entre o extrato de carotenoides e cada adoçante influencia diretamente as propriedades térmicas dos co-cristais obtidos.

4.4.7 Difração de Raio-X (DRX)

A análise de Difração de Raio-X (DRX) dos co-cristais com e sem extrato de carotenoides foi realizada para investigar a propriedade de cristalinidade. Os resultados obtidos estão na Figura 15.

Figura 15 - Padrões DRX das amostras A) AÇU, B) CAE, C) SAC, D) CSE, E) XIL e F) CXE



Fonte: A autora (2024). AÇU = sacarose pura. SAC = sacarina sódica pura. XIL = cilitol puro. CAE = co-cristais de sacarose com extrato de carotenoides; CSE = co-cristais de sacarina sódica com extrato de carotenoides; CXE = co-cristais de xilitol com extrato de carotenoides.

A amostra AÇU apresentou picos em 2θ $19,13^\circ$, $19,89^\circ$ e $25,10^\circ$, enquanto CAE apresentou picos característicos em 2θ $13,50^\circ$, $19,05^\circ$, $20,01^\circ$, $21,31^\circ$, $25,21^\circ$ e $31,49^\circ$. Os picos comuns em 2θ $19,13^\circ$ e $25,10^\circ$ (próximo a $25,21^\circ$ no co-cristal) indicam que parte da estrutura cristalina original da sacarose foi mantida no co-cristal. Os picos novos no co-cristal ($13,5^\circ$, $20,01^\circ$, $21,31^\circ$, $31,49^\circ$) sugerem a formação de uma nova fase cristalina, possivelmente devido à interação da sacarose com os carotenoides. Isso indica a formação bem-sucedida do co-cristal (Basavoju; Boström; Velaga, 2007).

Os picos característicos da amostra SAC foram 2θ $6,28^\circ$, $12,43^\circ$ e $24,63^\circ$. Já a amostra CSE apresentou picos característicos em 2θ $6,51^\circ$, $11,84^\circ$, $16,45^\circ$, $20,96^\circ$, $23,45^\circ$, $25,33^\circ$ e $31,03^\circ$. Picos comuns, $6,28^\circ$ (deslocado para $6,51^\circ$ no co-cristal), $24,63^\circ$ (próximo a $25,33^\circ$), indicam que características da estrutura cristalina da sacarina foram preservadas. Picos novos no co-cristal ($11,84^\circ$, $16,45^\circ$, $20,96^\circ$, $23,45^\circ$, $31,03^\circ$) indicam alterações significativas na estrutura cristalina, sinalizando a formação de uma nova fase devido à presença de carotenoides.

Por fim, a amostra XIL apresentou picos em 2θ $17,88^\circ$, $30,78^\circ$, $31,73^\circ$, $35,63^\circ$, $38,12^\circ$ e $54,10^\circ$ e a amostra CXE apresentou picos em 2θ $20,13^\circ$, $22,97^\circ$, $24,98^\circ$ e $31,85^\circ$. O único pico em comum entre as amostras ($31,73^\circ$ em XIL e $31,85^\circ$ em CXE) indica a preservação de parte da estrutura cristalina do xilitol. Porém, o surgimento de novos picos em CXE, indicam que a interação com carotenoides levou ao surgimento de uma nova estrutura cristalina.

Entre as amostras de co-cristais contendo extrato de carotenoides, há dois picos em comum próximos de 2θ 20° e 31° . Esses picos podem ser atribuídos à organização específica dos carotenoides no sistema cristalino. Isso indicaria que eles participam ativamente da estrutura cristalina dos co-cristais. Embora haja picos comuns, outros picos específicos de cada co-cristal mostram que a interação com o composto-base também desempenha um papel importante na estrutura final.

O grau de cristalinidade depende da quantidade de picos assim como da sua intensidade (Sardar; Singhal, 2013; Kaur *et al.*, 2021). É possível notar que os co-cristais contendo carotenoides elaborados com sacarose e com sacarina apresentaram picos menos intensos quando comparados às amostras puras, sem o extrato de carotenoides, indicando que houve uma diminuição do grau de cristalinidade com a adição dos carotenoides. No entanto, um efeito contrário foi observado na amostra co-cristalizada de xilitol, em que a adição de carotenoides

provocou um aumento da intensidade dos picos e, conseqüentemente, um aumento no grau de cristalinidade quando comparado à amostra de xilitol pura.

O grau de cristalinidade de cada componente foi de 71,65% e 21,90% para as amostras AÇU e CAE, 30% e 14% para as amostras SAC e CSE, e 11,7% e 44,82% para as amostras XIL e CXE, respectivamente.

A redução na intensidade dos picos e no grau de cristalinidade em co-cristais contendo sacarose e sacarina (CAE e CSE) pode ser atribuída a perturbação da estrutura cristalina original, já que a interação dos carotenoides com as moléculas de sacarose ou sacarina pode desorganizar a rede cristalina original, promovendo uma maior formação de regiões amorfas. Os carotenoides, sendo moléculas relativamente grandes e flexíveis, podem agir como "interferentes" na organização regular das moléculas de sacarose e sacarina, dificultando o empacotamento cristalino. A diminuição da cristalinidade da amostra de sacarose com o encapsulamento de oleorresina de cardamomo, formando co-cristais, também foi observada no trabalho de Sardar e Singhal (2013), em que o grau de cristalinidade diminuiu de 52% (sacarose pura) para 39% (co-cristal contendo oleorresina de cardamomo).

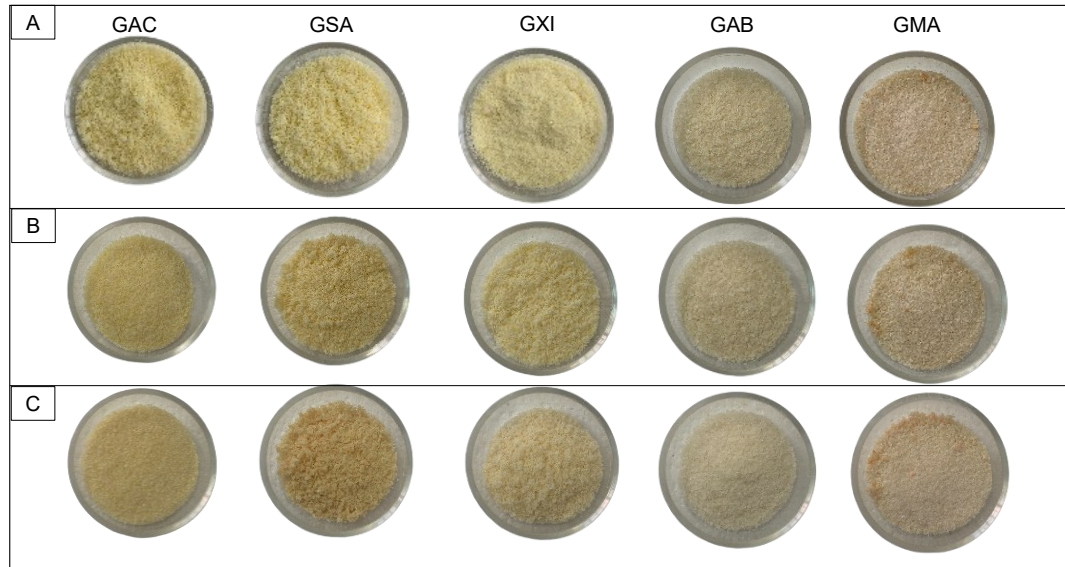
O aumento na intensidade dos picos e no grau de cristalinidade do cocrystal de xilitol pode ser explicado pela compatibilidade estrutural entre xilitol e carotenoides, pois a geometria do xilitol e sua capacidade de formar ligações de hidrogênio podem facilitar a incorporação dos carotenoides de maneira ordenada na rede cristalina. Isso pode levar à formação de uma estrutura cristalina mais estável e regular (LIU *et al.*, 2023).

A redução na intensidade dos picos nas amostras CAE e CSE e o aumento na amostra CXE refletem a natureza específica das interações entre os carotenoides e os compostos-base, incluindo fatores como compatibilidade estrutural, tipo de interação intermolecular e tendência à formação de fases cristalinas ou amorfas.

4.5 ESTABILIDADE DA COR DAS GELATINAS EM PÓ

Na Figura 16 estão representadas as gelatinas em pó durante os dias 1, 21 e 42 de armazenamento. Observa-se variação na coloração dos pós obtidos, resultado da incorporação dos carotenoides nas matrizes cristalinas dos compostos-base. A diferença de tonalidade entre as amostras pode estar relacionada ao tipo de interação molecular, à proporção do extrato incorporado e à eficiência do processo de co-cristalização.

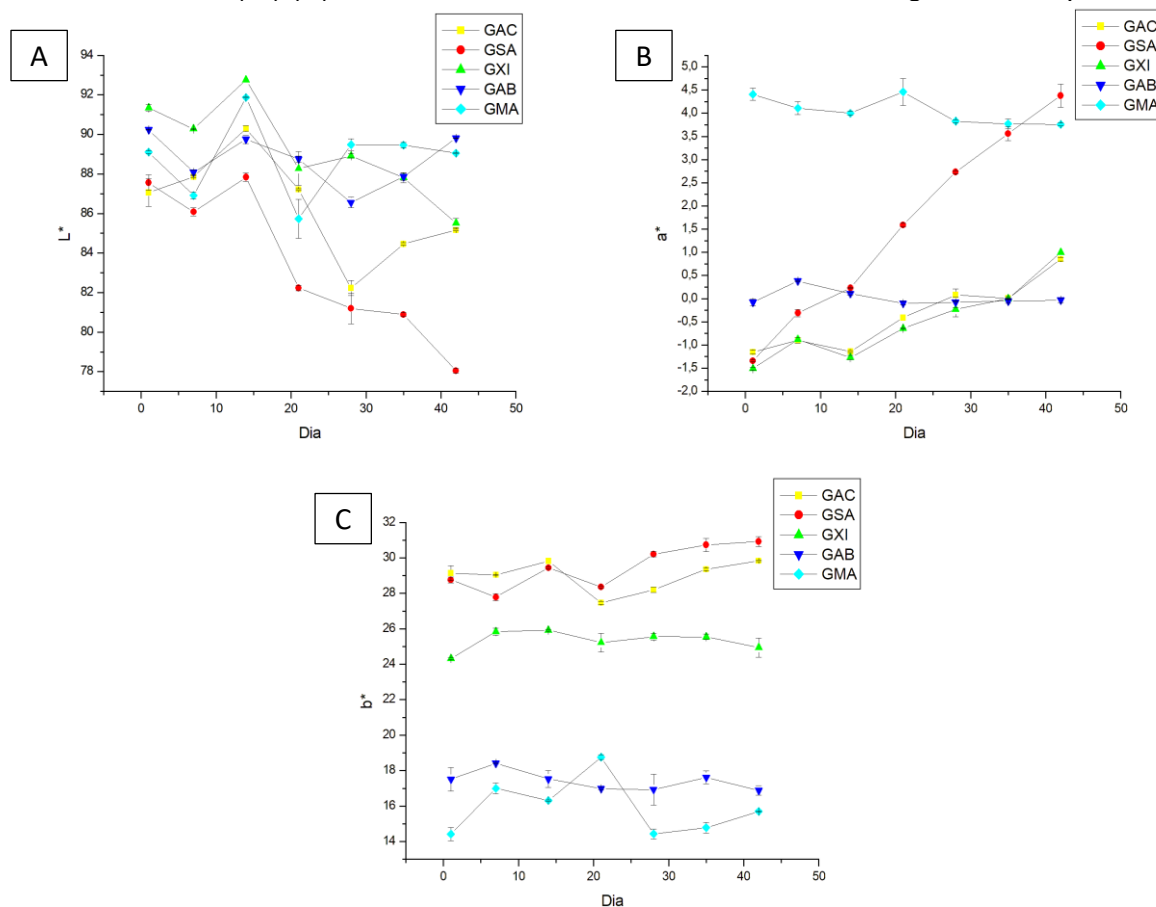
Figura 16 - Gelatinas em pó nos dias A) 1, B) 21 e C) 42 de armazenamento



Fonte: A autora (2024). GAC = gelatina em pó com co-cristais de sacarose contendo carotenoides; GSA = gelatina em pó com co-cristais de sacarose e sacarina sódica contendo carotenoides; GXI = gelatina em pó com co-cristais de xilitol contendo carotenoides; GAB = gelatina em pó comercial com corantes naturais sabor abacaxi; GMA = gelatina em pó comercial com corantes artificiais sabor manga.

Na Figura 17, há a representação da variação dos parâmetros de cor L^* , a^* e b^* durante o período de armazenamento, nas amostras de gelatina em pó.

Figura 17 - Variação dos parâmetros de luminosidade (L^*) (A); eixo verde-vermelho (a^*) (B) e eixo azul-amarelo (b^*) (C) nas amostras de co-cristais com extrato de gelatina em pó



Fonte: A autora (2024). GAC = gelatina em pó com co-cristais de sacarose contendo carotenoides; GSA = gelatina em pó com co-cristais de sacarose e sacarina sódica contendo carotenoides; GXI = gelatina em pó com co-cristais de xilitol contendo carotenoides; GAB = gelatina em pó comercial com corantes naturais sabor abacaxi; GMA = gelatina em pó comercial com corantes artificiais sabor manga.

Na Figura 17 - A, todas as amostras apresentaram luminosidade inicial (L^*) próxima a 90, indicando alta claridade. GAC, GAB e GMA mantiveram L^* estável ($p > 0,05$), enquanto GSA e GXI mostraram redução após 42 dias ($p < 0,05$). No parâmetro a^* (Figura 17 - B), com exceção de GMA, as amostras iniciaram com valores negativos (tom verde) e aumentaram levemente durante o armazenamento, enquanto GMA, com tom inicial mais próximo do vermelho, teve redução de a^* . No parâmetro b^* (Figura 16 - C), todas as amostras apresentaram valores positivos (tons amarelos). GAC, GXI e GAB não variaram significativamente, mas GSA e GMA tiveram aumento significativo ($p < 0,05$) entre os dias 1 e 42.

Na Tabela 10 estão apresentados os parâmetros de saturação (C^*) e ângulo hue (h°) das amostras de gelatina em pó nos dias 1 e 42 de armazenamento sob proteção de luz.

Tabela 10 - Parâmetros de saturação (C^*), ângulo hue (h°) e ΔE^* das amostras de gelatina em pó nos dias 1 e 42 de armazenamento

	Amostrat				
	GAC	GSA	GXI	GAB	GMA
C^* (dia 1)	29,16 $\pm$ 0,43 ^{aD}	28,79 $\pm$ 0,16 ^{bD}	24,43 $\pm$ 0,03 ^{aA}	17,51 $\pm$ 0,66 ^{aB}	15,07 $\pm$ 0,40 ^{bC}
C^* (dia 42)	29,84 $\pm$ 0,04 ^{aB}	31,23 $\pm$ 0,30 ^{aA}	24,96 $\pm$ 0,54 ^{aC}	16,88 $\pm$ 0,27 ^{aD}	16,14 $\pm$ 0,00 ^{aD}
h° (dia 1)	92,25 $\pm$ 0,04 ^{aD}	92,66 $\pm$ 0,06 ^{aD}	93,47 $\pm$ 0,04 ^{aA}	90,27 $\pm$ 0,25 ^{aB}	73,00 $\pm$ 0,07 ^{bC}
h° (dia 42)	88,38 $\pm$ 0,08 ^{bD}	81,94 $\pm$ 0,38 ^{bB}	87,71 $\pm$ 0,05 ^{bD}	90,09 $\pm$ 0,15 ^{aA}	76,54 $\pm$ 0,12 ^{aC}
ΔE^*	2,84	11,31	6,38	0,76	1,44

Fonte: A autora (2024). GAC = gelatina em pó com co-cristais de sacarose contendo carotenoides; GSA = gelatina em pó com co-cristais de sacarose e sacarina sódica contendo carotenoides; GXI = gelatina em pó com co-cristais de xilitol contendo carotenoides; GAB = gelatina em pó comercial com corantes naturais sabor abacaxi; GMA = gelatina em pó comercial com corantes artificiais sabor manga. ^{a,b} Diferentes letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os períodos de armazenamento ($p < 0,05$). ^{A,B,C,D} Diferentes letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as amostras ($p < 0,05$).

Conforme a Tabela 10, as amostras apresentaram níveis de saturação (C^*) variando entre moderados ($29,16 \pm 0,43$) e baixos ($15,07 \pm 0,40$), com diferenças significativas ($p < 0,05$) entre as mesmas. As amostras formuladas com os co-cristais apresentaram grau de saturação superiores às amostras comerciais, sugerindo uma coloração mais forte. O ângulo hue (h°) esteve próximo a 90° em todas as amostras, refletindo tons amarelos, com exceção da amostra comercial GMA, em que o ângulo hue próximo a 70° indica maior proximidade com o tom laranja.

Os valores da diferença de cor (ΔE^*) das amostras de gelatina em pó entre os dias 1 e 42 de armazenamento sob o abrigo de luz foram de 2,84 (GAC), 11,31 (GSA), 6,38 (GXI), 0,76 (GAB) e 1,44 (GMA). Utilizando os parâmetros definidos por Tiwari *et al.* (2008), é possível classificar as amostras quanto a sua variação de cor em: GSA e GXI = muito diferente; GAC = diferente; GAB e GMA = ligeiramente diferente. As amostras GSA e GXI apresentaram mudanças de cor mais evidentes a olho nu, indicando que as matrizes de sacarina e xilitol ofereceram menor proteção ao extrato de carotenoides em comparação à sacarose, quando incorporadas à gelatina. Também se observa que a substituição de 25% do teor de açúcar por sacarina na

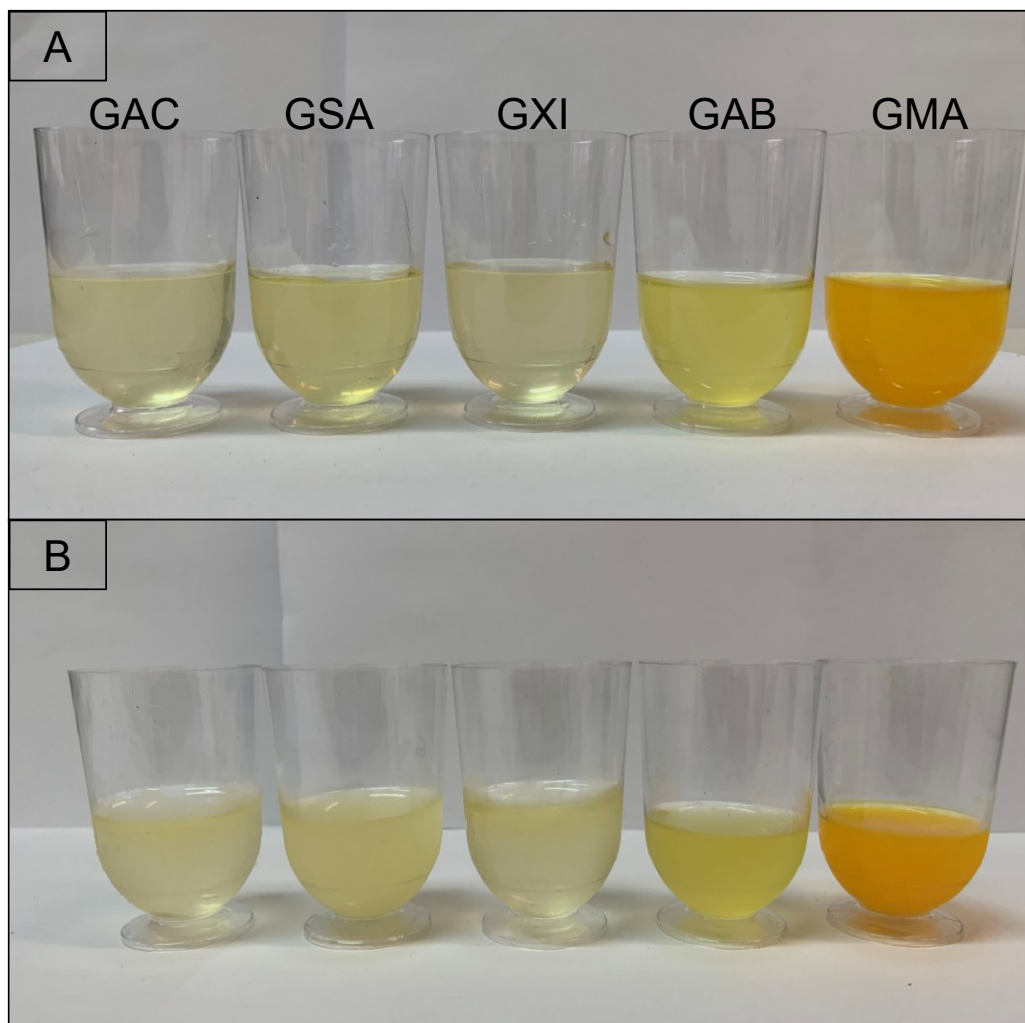
amostra GSA aumentou a variação de cor durante o armazenamento. Já as amostras GAB e GMA apresentam maior estabilidade em seus pigmentos, sendo que os pigmentos de GMA são artificiais, os quais naturalmente são mais estáveis.

Embora a GAC tenha apresentado a maior estabilidade de cor durante o armazenamento, as formulações GSA e GXI oferecem alternativas viáveis para aplicações em gelatinas com teor reduzido de açúcar e sem açúcar. A compensação observada entre estabilidade de cor e objetivos nutricionais ressalta a importância de otimizar os sistemas de co-cristalização com adoçantes alternativos. Essas descobertas fornecem uma base valiosa para estudos futuros que visam aprimorar o ingrediente de dupla função em gelatinas em pó.

4.5.1 Estabilidade das gelatinas prontas para servir sob refrigeração

As gelatinas prontas para servir estão apresentadas na Figura 18.

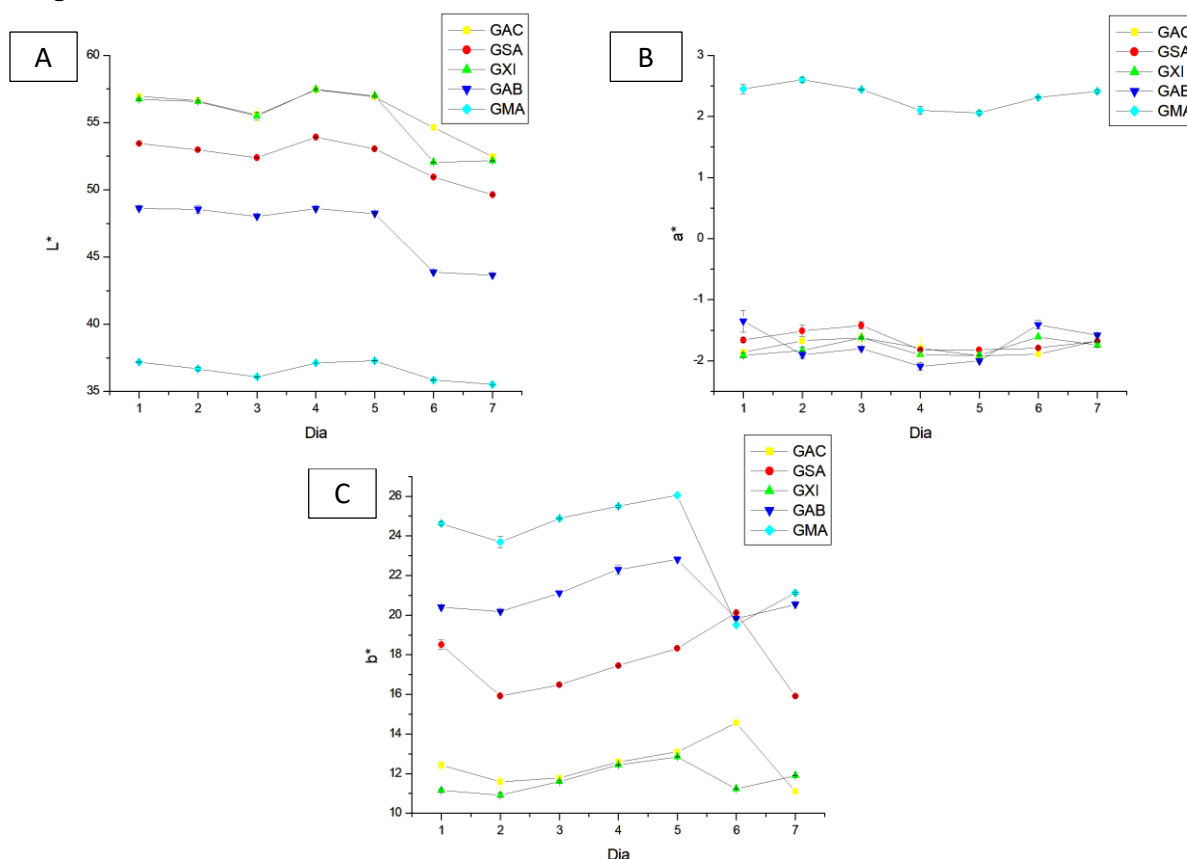
Figura 18 - Gelatinas prontas para servir nos dias A)1 e B)7 de armazenamento refrigerado



Fonte: A autora (2024). GAC = gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose contendo carotenoides; GSA = gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose e sacarina sódica contendo carotenoides; GXI = gelatina pronta para servir com co-cristais de xilitol contendo carotenoides; GAB = gelatina pronta para servir comercial com corantes naturais sabor abacaxi; GMA = gelatina pronta para servir comercial com corantes artificiais sabor manga.

Na Figura 19, há a representação da variação dos parâmetros de cor L^* , a^* e b^* durante o período de armazenamento refrigerado, nas amostras de gelatina prontas para servir.

Figura 19 - Variação dos parâmetros de luminosidade (L^*) (A); eixo verde-vermelho (a^*) (B) e eixo azul-amarelo (b^*) (C) nas amostras de gelatina prontas para servir em armazenamento refrigerado.



Fonte: A autora (2024). GAC = gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose contendo carotenoides; GSA = gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose e sacarina contendo carotenoides; GXI = gelatina pronta para servir com co-cristais de xilitol contendo carotenoides; GAB = gelatina pronta para servir comercial com corantes naturais sabor abacaxi; GMA = gelatina pronta para servir comercial com corantes artificiais sabor manga.

Durante o armazenamento refrigerado, todas as amostras, exceto a gelatina comercial sabor manga (GMA), apresentaram variação significativa na luminosidade (L^*), com redução desse parâmetro ao longo dos dias. Isso pode ser atribuído à degradação dos carotenoides. Apesar de não apresentar variação durante o armazenamento, os valores inicial e final de luminosidade da amostra comercial GMA foram inferiores aos obtidos nas demais amostras.

Quanto ao parâmetro verde-vermelho (a^*), as amostras GSA e GAC não mostraram variação ($p > 0,05$). A amostra formulada com xilitol (GXI) teve aumento de a^* ao longo dos dias, com tendência ao verde, enquanto as amostras comerciais

de abacaxi (GAB) e manga (GMA) diminuíram esse parâmetro, com a GAB também tendendo ao verde e a GMA ao vermelho, devido aos corantes artificiais.

No parâmetro azul-amarelo (b^*), todas as amostras apresentaram variação ($p < 0,05$), com a GMA apresentando os maiores valores iniciais, seguida da GAB e GSA. Todas as amostras tendem à coloração amarela, devido ao extrato de carotenoides das amostras com co-cristais e corantes das amostras comerciais.

A Tabela 11 apresenta as variações dos parâmetros de saturação (C^*) e ângulo hue (h°) entre os dias 1 e 7 de armazenamento refrigerado, entre as diferentes amostras de gelatina líquida.

Tabela 11 - Parâmetros de saturação (C^*), ângulo hue (h°) e ΔE^* das amostras de gelatina líquida nos dias 1 e 7 de armazenamento refrigerado

	Amostra				
	GAC	GSA	GXI	GAB	GMA
C^* (dia 1)	12,57 $\pm$ 0,18 ^{aD}	18,58 $\pm$ 0,23 ^{aC}	11,31 $\pm$ 0,08 ^{bE}	20,44 $\pm$ 0,04 ^{aB}	24,74 $\pm$ 0,07 ^{aA}
C^* (dia 7)	11,23 $\pm$ 0,04 ^{bE}	16,00 $\pm$ 0,02 ^{aC}	12,03 $\pm$ 0,02 ^{aD}	20,61 $\pm$ 0,02 ^{aB}	21,26 $\pm$ 0,05 ^{bA}
h° (dia 1)	98,51 $\pm$ 0,19 ^{aB}	95,13 $\pm$ 0,19 ^{aC}	99,70 $\pm$ 0,12 ^{aA}	93,77 $\pm$ 0,50 ^{bD}	84,32 $\pm$ 0,21 ^{aE}
h° (dia 7)	98,56 $\pm$ 0,01 ^{aA}	96,02 $\pm$ 0,02 ^{aB}	98,30 $\pm$ 0,15 ^{bA}	94,41 $\pm$ 0,05 ^{aC}	83,51 $\pm$ 0,06 ^{bD}
ΔE^* (3 dias)	1,55	2,30	1,35	1,03	1,12
ΔE^* (7 dias)	4,69	4,61	4,62	4,99	3,87

Fonte: A autora (2024). GAC = gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose contendo carotenoides; GSA = gelatina pronta para servir com co-cristais de sacarose e sacarina contendo carotenoides; GXI = gelatina pronta para servir com co-cristais de xilitol contendo carotenoides; GAB = gelatina pronta para servir comercial com corantes naturais sabor abacaxi; GMA = gelatina pronta para servir comercial sabor manga. ^{a,b} Diferentes letras minúsculas indicam diferenças significativas entre os períodos de armazenamento ($p < 0,05$). ^{A,B,C,D,E} Diferentes letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre as amostras ($p < 0,05$).

No primeiro dia de armazenamento refrigerado, as amostras apresentaram diferenças no parâmetro de saturação (C^*), sendo a GMA a mais saturada, com coloração mais intensa. Durante o armazenamento, as amostras GAC e GMA tiveram redução ($p < 0,05$) na saturação, enquanto a GXI apresentou aumento. As demais amostras não apresentaram alteração nesse parâmetro. A redução da saturação pode ser um indicativo da degradação do pigmento.

Quanto ao ângulo hue (h°), todas as amostras mostraram valores próximos a 90° , indicando tonalidade amarela. As amostras GAC e GSA não variaram ao longo

dos dias ($p > 0,05$), enquanto GXI e GMA apresentaram redução ($p < 0,05$) e a GAB apresentou aumento de h° .

A diferença de cor (ΔE^*) de cada amostra entre os 7 dias de armazenamento refrigerado foi de 4,69 (GAC), 4,61 (GSA), 4,62 (GXI), 4,99 (GAB) e 3,87 (GMA). É possível concluir que as alterações de cor podem ser percebidas pelo olho humano em todas as amostras ($\Delta E^* > 3,0$), sendo visível ao consumidor. No entanto, é importante lembrar que a recomendação de armazenamento refrigerado pelo fabricante é de apenas 3 dias. Ao realizar o cálculo de ΔE^* apenas entre os dias 1 e 3, os seguintes resultados foram obtidos: 1,55 (GAC), 2,30 (GSA), 1,35 (GXI), 1,03 (GAB) e 1,12 (GMA). Valores entre $1 < \Delta E^* \leq 2$ indicam a percepção da variação de cor apenas com uma observação atenta, no entanto, a variação obtida pela amostra GSA pode ser percebida com maior facilidade pelo consumidor (Li; Fan; Tang, 2017). Dentre as amostras formuladas com os co-cristais, a amostra GSA em pó também foi a que apresentou a maior variação de cor, confirmando a menor estabilidade dessa matriz em relação à degradação dos pigmentos, quando incorporada à gelatina.

Estudos anteriores relataram valores de ΔE^* mais elevados para carotenoides encapsulados aplicados como corantes naturais em diferentes matrizes alimentícias, como leite saborizado ($\Delta E^* = 5,39 \pm 0,39$) e iogurte ($\Delta E^* > 3,00$), em comparação aos valores observados neste estudo (Coronel-Aguilera and Martín-González, 2015; Bassijeh *et al.*, 2020). Isso sugere que fatores como a composição da matriz e o método de encapsulação podem influenciar a variação de cor dos carotenoides.

A gelatina colorida com corantes naturais apresenta uma coloração menos vibrante em comparação àquela que utiliza corantes artificiais. No entanto, consumidores que preferem produtos naturais estão mais focados em aspectos de saúde, o que sugere que a menor intensidade de cor provavelmente não afetaria a aceitação sensorial desses produtos. Dentre as amostras com co-cristais, a que apresentou coloração mais intensa foi a GSA, no entanto, aquela que se manteve mais estável durante o armazenamento foi a GXI.

5. CONCLUSÕES

Este trabalho demonstrou o potencial da casca da manga como fonte de carotenoides e sua aplicação como corante natural em matriz hidrofílica. A caracterização físico-química da casca da manga fresca revelou acidez de $83,16 \pm 8,2$ mg de ácido cítrico/100 g, sólidos solúveis de $9,8 \pm 0,4$ °Brix e carotenoides totais de $28,57 \pm 1,6$ µg/g. A extração de carotenoides com etanol assistida por ultrassom, da casca de manga seca, apresentou excelente rendimento de pigmentos ($139,08 \pm 7,70$ µg/g), com 94,42% de eficiência de extração, sendo superior à extração com LIs e similar a extração convencional com acetona. Os carotenoides majoritários foram *all-trans*-β-caroteno ($41,8\% \pm 1,8$) e *all-trans*-luteína ($26,1 \pm 0,5\%$).

O método de co-cristalização do extrato de carotenoides em sacarose, sacarina e xilitol apresentou eficiência de encapsulamento entre $50,52 \pm 0,37$ a $51,86 \pm 0,33$, com teores de carotenoides totais entre $13,28 \pm 0,00$ e $13,60 \pm 0,09$ µg/g. As análises indicaram estabilidade térmica, interações químicas entre os carotenoides e os encapsulantes e mudanças na estrutura cristalina dos co-cristais com a presença dos carotenoides. Os co-cristais de xilitol (CXE) e as gelatinas com co-cristais de sacarose (GAC) apresentaram maior estabilidade de cor durante o armazenamento; no entanto, todas as gelatinas prontas para servir (GAC, GSA, GXI) apresentaram diferenças de cor semelhantes. Os resultados demonstram que os co-cristais produzidos têm potencial para o desenvolvimento de formulações de gelatina com, sem ou com teor reduzido de açúcar.

Os resultados destacam o potencial sustentável dos co-produtos de manga para obtenção de corantes naturais amarelos. A co-cristalização dos carotenoides com diferentes agentes encapsulantes mostrou-se promissora para aplicação dos co-cristais como ingrediente com função de corante natural e de adoçante em gelatina.

A gelatina revelou-se uma matriz ideal para os co-cristais de carotenoides devido à sua natureza incolor, que realça as alterações de cor promovidas pelos pigmentos. Sua ampla aceitação como alimento, frequentemente formulado com corantes artificiais, permite comparação direta com corantes naturais. A aplicação nos formatos seco e pronto para servir reforça a versatilidade da gelatina como veículo para o ingrediente com função corante/adoçante.

REFERÊNCIAS

- AITIPAMULA, S.; WONG, A. B.H.; KANAUIA, P. Evaluating Suspension Formulations of Theophylline Cocystals With Artificial Sweeteners. **Journal Of Pharmaceutical Sciences**, [S.L.], v. 107, n. 2, p. 604-611, fev. 2018.
- AJILA, C.M.; AALAMI, M.; LEELAVATHI, K.; RAO, U.J.S. Prasada. Mango peel powder: a potential source of antioxidant and dietary fiber in macaroni preparations. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [S.L.], v. 11, n. 1, p. 219-224, jan. 2010.
- AJILA, C.M.; BHAT, S.G.; RAO, U.J.s. Prasada. Valuable components of raW and ripe peels from two Indian mango varieties. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 102, n. 4, p. 1006-1011, jan. 2007.
- AJILA, C.M.; NAIDU, K.A.; BHAT, S.G.; RAO, U.J.S. Bioactive compounds and antioxidant potential of mango peel extract. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 105, n. 3, p. 982-988, 2007.
- AL-ALI, R.M.; AL-HILIFI, S.A.H.; AL-MOSSAWI, A.H.J. Extraction of Lutein from some plant source in different conditions and application in food system. **Plant Archives**, [S.L.], v. 20, n. 1, p. 1679-1685, 2020.
- ALFONSI, K.; COLBERG, J.; DUNN, P.J.; FEVIG, T.; JENNINGS, S.; JOHNSON, T.A.; KLEINE, H.P.; KNIGHT, C.; NAGY, M.A.; PERRY, David A. Green chemistry tools to influence a medicinal chemistry and research chemistry based organisation. **Green Chem.**, [S.L.], v. 10, n. 1, p. 31-36, 2008.
- ANVISA. **Instrução Normativa - In N° 211**. Diário Oficial da União, 08 mar. 2023.
- AOAC – **Association of Official Analytical Chemists**. Official Methods of Analysis of AOAC. 20 ed. Washington, 2016.
- ARAFI, M.F.; EL-GIZAWY, S.A.; OSMAN, M.A.; MAGHRABY, G.M. El. Sucralose as co-crystal co-former for hydrochlorothiazide: development of oral disintegrating tablets. **Drug Development And Industrial Pharmacy**, [S.L.], v. 42, n. 8, p. 1225-1233, 7 dez. 2015.
- ARAFI, M.F.; EL-GIZAWY, S.A.; OSMAN, M.A.; MAGHRABY, G.M. El. Xylitol as a potential co-crystal co-former for enhancing dissolution rate of felodipine: preparation and evaluation of sublingual tablets. **Pharmaceutical Development And Technology**, [S.L.], v. 23, n. 5, p. 454-463, 3 nov. 2016.
- ARAKI, M.; KAKU, N.; HARADA, M.; ANDO, Y.; YAMAGUCHI, R.; SHINDO, K. Production of Auroxanthins from Violaxanthin and 9-cis-Violaxanthin by Acidic Treatment and the Antioxidant Activities of Violaxanthin, 9-cis-Violaxanthin, and Auroxanthins. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 64, n. 49, p. 9352-9355, 5 dez. 2016.

ARMENTA, S.; GARRIGUES, S.; LAGUARDIA, M.de. The role of green extraction techniques in Green Analytical Chemistry. **Trac Trends In Analytical Chemistry**, [S.L.], v. 71, p. 2-8, set. 2015.

AZIZ, N. A. A.; WONG, L. M.; BHAT, R.; CHENG, L. H. Evaluation of processed green and ripe mango peel and pulp flours (*Mangifera indica* var. Chokanan) in terms of chemical composition, antioxidant compounds and functional properties. **Journal Of The Science Of Food And Agriculture**, [S.L.], v. 92, n. 3, p. 557-563, 30 ago. 2011.

BARAN, E.J.; YILMAZ, V.T. Metal complexes of saccharin. **Coordination Chemistry Reviews**, [S.L.], v. 250, n. 15-16, p. 1980-1999, ago. 2006.

BARCIELA, P.; PEREZ-VAZQUEZ, A.; PRIETO, M.A. Azo dyes in the food industry: features, classification, toxicity, alternatives, and regulation. **Food And Chemical Toxicology**, [S.L.], v. 178, p. 113935, ago. 2023.

BARIA, B.; UPADHYAY, N.; SINGH, A.K.; MALHOTRA, R.K. Optimization of 'green' extraction of carotenoids from mango pulp using split plot design and its characterization. **Lwt**, [S.L.], v. 104, p. 186-194, maio 2019.

BASAVOJU, S.; BOSTRÖM, D.; VELAGA, S. P. Indomethacin–Saccharin Cocrystal: design, synthesis and preliminary pharmaceutical characterization. **Pharmaceutical Research**, [S.L.], v. 25, n. 3, p. 530-541, 17 ago. 2007.

BASSIJEH, A.; ANSARI, S.; HOSSEINI, S. M. H. Astaxanthin encapsulation in multilayer emulsions stabilized by complex coacervates of whey protein isolate and Persian gum and its use as a natural colorant in a model beverage. **Food Research International**, [S.L.], v. 137, p. 109689, nov. 2020.

BECERRA, M.O.; CONTRERAS, L.M.; LO, M.H.; DÍAZ, J.M.; HERRERA, G.C. Lutein as a functional food ingredient: stability and bioavailability. **Journal Of Functional Foods**, [S.L.], v. 66, p. 103771, mar. 2020.

BEERH, O. P.; RAGHURAMAIAH, B.; KRISHNAMURTHY, G. V.; GIRIDHAR, N. Utilization of mango waste: recovery of juice from waste pulp and peel. **Journal of Food Science and Technology (Mysore)**, [S.L.], v. 13, n. 23, p. 138-141, 1976.

BENAHMED, A.G.; GASMI, A.; ARSHAD, M.; SHANAIDA, M.; LYSIUUK, R.; PEANA, M.; PSZYK-TITKO, I.; ADAMIV, S.; SHANAIDA, Y.; BJØRKLUND, G. Health benefits of xylitol. **Applied Microbiology And Biotechnology**, [S.L.], v. 104, n. 17, p. 7225-7237, 7 jul. 2020.

BERARDINI, N.; FEZER, R.; CONRAD, J.; BEIFUSS, U.; CARLE, R.; SCHIEBER, A. Screening of Mango (*Mangifera indica* L.) Cultivars for Their Contents of Flavonol O- and Xanthone C-Glycosides, Anthocyanins, and Pectin. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 53, n. 5, p. 1563-1570, 10 fev. 2005.

BEREZIN, K. V.; NECHAEV, V. V. Calculation of the IR Spectrum and the Molecular Structure of β -Carotene. **Journal Of Applied Spectroscopy**, [S.L.], v. 72, n. 2, p. 164-171, mar. 2005.

BERNARDES-SILVA, A.P.F. **Perfil de carboidratos de diferentes cultivares de manga durante o desenvolvimento e amadurecimento**. 2000. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

BOAS, B. M. V.; NUNES, E. E.; FIORINI, F. V. A.; LIMA, L. C. de O.; BOAS, E. V. de B. V.; COELHO, A. H. R. Avaliação da qualidade de mangas "Tommy Atkins" minimamente processadas. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [S.L.], v. 26, n. 3, p. 540-543, dez. 2004.

BOGDANOV, M. G. Ionic Liquids as Alternative Solvents for Extraction of Natural Products. **Green Chemistry And Sustainable Technology**, [S.L.], p. 127-166, 2014.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Instrução Normativa nº 75, de 8 de outubro de 2020. Estabelece os requisitos técnicos para declaração da rotulagem nutricional dos alimentos embalados. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, 9 out. 2020.

BRAUCH, J. E.; ZAPATA-PORRAS, S. P.; BUCHWEITZ, M.; ASCHOFF, J. K.; CARLE, R. Jagua blue derived from *Genipa americana* L. fruit: a natural alternative to commonly used blue food colorants? **Food Research International**, [S.L.], v. 89, p. 391-398, nov. 2016.

BRUNINI, M. A.; DURIGAN, J. F.; OLIVEIRA, A. L. de. Avaliação das alterações em polpa de manga 'Tommy-Atkins' congeladas. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [S.L.], v. 24, n. 3, p. 651-653, dez. 2002.

BUCHWEITZ, M.; BRAUCH, J.; CARLE, R.; KAMMERER, D.R. Application of ferric anthocyanin chelates as natural blue food colorants in polysaccharide and gelatin based gels. **Food Research International**, v. 51, n. 1, p. 274–282, 2013.

BURDOCK, G.A.; CARABIN, I.G. Generally recognized as safe (GRAS): history and description. **Toxicology Letters**, [S.L.], v. 150, n. 1, p. 3-18, abr. 2004.

CABEZAS-TERÁN, K.; GROOTAERT, C.; ORTIZ, J.; DONOSO, S.; RUALES, J.; VAN BOCKSTAELE, F.; VAN CAMP, J.; WIELE, T.V. de. In vitro bioaccessibility and uptake of β -carotene from encapsulated carotenoids from mango by-products in a coupled gastrointestinal digestion/Caco-2 cell model. **Food Research International**, [S.L.], v. 164, p. 112301, fev. 2023.

CAMPOS, D.A.; GÓMEZ-GARCÍA, R.; VILAS-BOAS, A.A.; MADUREIRA, A.R.; PINTADO, Maria Manuela. Management of Fruit Industrial By-Products—A Case Study on Circular Economy Approach. **Molecules**, [S.L.], v. 25, n. 2, p. 320, 13 jan. 2020.

CANUTO, K. M.; SOUZA NETO, M. A. DE.; GARRUTI, D. DOS S. Composição química volátil, em diferentes estádios de maturação, de manga "Tommy Atkins" produzida no Vale do São Francisco. **Química Nova**, v. 32, n. 9, p. 2377–2381, 2009.

CASTRO-VARGAS, H.; VIVAS, D.B.; BARBOSA, J.O.; MEDINA, S.M.; GUTIÉRREZ, F.A.; PARADA-ALFONSO, F. Bioactive Phenolic Compounds from the Agroindustrial Waste of Colombian Mango Cultivars 'Sugar Mango' and "Tommy Atkins"—An Alternative for Their Use and Valorization. **Antioxidants**, [S.L.], v. 8, n. 2, p. 41, 15 fev. 2019.

CEAGESP. **Manga**: guia de identificação. Guia de identificação. Disponível em: <https://ceagesp.gov.br/hortiescolha/hortipedia/manga/>. Acesso em: 08 jul. 2024.

CHEMAT, F.; ROMBAUT, N.; SICAIÉ, A.; MEULLEMIESTRE, A.; FABIANO-TIXIER, A.; ABERT-VIAN, M. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S.L.], v. 34, p. 540-560, jan. 2017.

CHEZANOGLU, E.; GOULA, A.M. Co-crystallization in sucrose: a promising method for encapsulation of food bioactive components. **Trends In Food Science & Technology**, [S.L.], v. 114, p. 262-274, ago. 2021.

CICHELO, S. A. Oxygen absorbers in food preservation: a review. **Journal Of Food Science And Technology**, [S.L.], v. 52, n. 4, p. 1889-1895, 6 fev. 2014.

COMISSÃO EUROPEIA, 2009. **Diretiva 2009/32/CE do Parlamento Europeu e do Conselho, de 23 de abril de 2009, relativa à aproximação das legislações dos Estados-Membros sobre solventes de extração utilizados na produção de géneros alimentícios e dos seus ingredientes**. J. Eur. Union, L141, 3-11. Disponível em: <<https://eur-lex.europa.eu/legal-content/ES/TXT/HTML/?uri=CELEX:32009L0032>>. Acessado em: 15 de maio de 2025.

CONNOR, L.E.; VASSILEIOU, A.D.; HALBERT, G.W.; JOHNSTON, B.F.; OSWALD, I.D.H. Structural investigation and compression of a co-crystal of indomethacin and saccharin. **Crystengcomm**, [S.L.], v. 21, n. 30, p. 4465-4472, 2019.

CORDEIRO, E.M.S. **Biocompósitos poliméricos obtidos a partir da fração lignocelulósica e amilácea do caroço de manga (*Mangifera Indica*), 'Tommy Atkins'**. 2013. 129 f. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2013.

CORONEL-AGUILERA, C. P.; MARTÍN-GONZÁLEZ, M. F. S. Encapsulation of spray dried β -carotene emulsion by fluidized bed coating technology. **Lwt - Food Science And Technology**, [S.L.], v. 62, n. 1, p. 187-193, jun. 2015.

COSTA, J. D. de S.; NETO, A. F.; COSTA, M. de S.; GOMES, J. P.; SILVA, J. C. da; SILVA, E. P. Maturação de mangas 'Palmer' e 'Tommy Atkins' avaliadas por

espectroscopia baseada no índice DA. **Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha**, [S.L.], v. 20, n. 1, 2019.

COSTA, J.G. da; SANTOS, C.A.F. **Cultivares**. Disponível em: <https://www.embrapa.br/agencia-de-informacao-tecnologica/cultivos/manga/pre-producao/caracteristicas/cultivares>. Acesso em: 03 jul. 2024.

CUTTER, Catherine Nettles. Microbial Control by Packaging: a review. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [S.L.], v. 42, n. 2, p. 151-161, mar. 2002.

DAMIANI, C.; BOAS, E. V. de B. V.; SOARES JUNIOR, M. S.; CALIARI, M.; PAULA, M. do L. de; ASQUIER, E. R. Avaliação química de geléias de manga formuladas com diferentes níveis de cascas em substituição à polpa. **Ciência e Agrotecnologia**, [S.L.], v. 33, n. 1, p. 177-184, fev. 2009.

DAR, M.S.; OAK, P.; CHIDLEY, H.; DESHPANDE, A.; GIRI, A.; GUPTA, V. Nutrient and Flavor Content of Mango (*Mangifera indica* L.) Cultivars. **Nutritional Composition Of Fruit Cultivars**, [S.L.], p. 445-467, 2016.

DELADINO, L.; ANBINDER, P. S.; NAVARRO, A. S.; MARTINO, M. N. Co-crystallization of yerba mate extract (*Ilex paraguariensis*) and mineral salts within a sucrose matrix. **Journal Of Food Engineering**, [S.L.], v. 80, n. 2, p. 573-580, maio 2007.

DESHPANDE, A.B.; CHIDLEY, H.G.; OAK, P.S.; PUJARI, K.H.; GIRI, A.P.; GUPTA, V.S. Data on changes in the fatty acid composition during fruit development and ripening of three mango cultivars (Alphonso, Pairi and Kent) varying in lactone content. **Data In Brief**, [S.L.], v. 9, p. 480-491, dez. 2016.

DHONDALE, M. R.; THAKOR, P.; NAMBIAR, A. G.; SINGH, M.; AGRAWAL, A. K.; SHASTRI, N. R.; KUMAR, D. Co-Crystallization Approach to Enhance the Stability of Moisture-Sensitive Drugs. **Pharmaceutics**, [S.L.], v. 15, n. 1, p. 189, 5 jan. 2023.

DIARRA, S.S. Potential of mango (*Mangifera indica* L.) seed kernel as a feed ingredient for poultry: a review. **World'S Poultry Science Journal**, [S.L.], v. 70, n. 2, p. 279-288, 1 jun. 2014.

DOMINGOS, L.D.; XAVIER, A.A.O.; MERCADANTE, A.Z.; PETENATE, A.J.; JORGE, R.A.; VIOTTO, W.H. Oxidative stability of yogurt with added lutein dye. **Journal Of Dairy Science**, [S.L.], v. 97, n. 2, p. 616-623, fev. 2014.

ELLONG, E.N.; ADENET, S.; ROCHEFORT, K. Physicochemical, Nutritional, Organoleptic Characteristics and Food Applications of Four Mango (*Mangifera indica*) Varieties. **Food And Nutrition Sciences**, [S.L.], v. 06, n. 02, p. 242-253, 2015.

EMBRAPA. **Observatório da Manga**. Disponível em: <https://www.embrapa.br/observatorio-da-manga>. Acesso em: 21 set. 2023.

FANG, Z.; BHANDARI, B. Encapsulation Techniques for Food Ingredient Systems. **Food Materials Science And Engineering**, [S.L.], p. 320-348, 6 ago. 2012.

FAO. Food loss percentages by region (2016 and 2021). **Tracking Progress On Food And Agriculture-Related Sdg Indicators 2023**, [S.L.], 15 set. 2023.

FAO. **Major Tropical Fruits**: market review preliminary results 2023. Roma, 2024.

FAOSTAT. Statistic Database. 2025.

FEDERZONI, V; ALVIM, I.D.; FADINI, A.L.; SILVA, L.B. da; QUEIROZ, M.B. Co-crystallization of paprika oleoresin and storage stability study. **Food Science And Technology**, [S.L.], v. 39, n. 1, p. 182-189, jun. 2019.

FERNANDES, A. S.; CAETANO, P. A.; JACOB-LOPES, E.; ZEPKA, L. Q.; ROSSO, V. V. de. Alternative green solvents associated with ultrasound-assisted extraction: a green chemistry approach for the extraction of carotenoids and chlorophylls from microalgae. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 455, p. 139939, out. 2024.

FERREIRA, B.L.; GRANATO, D.; NUNES, I.L. Uses of ionic liquids to obtain bioactive compounds: insights from the main international regulations for technological applications. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [S.L.], p. 1-16, 25 abr. 2022.

FDA (Food and Drug Administration), 2022a. **Resumo de aditivos corantes para uso nos Estados Unidos em alimentos, medicamentos, cosméticos e dispositivos médicos**. <<https://www.fda.gov/industry/color-additive-inventories/summary-color-additives-use-united-states-foods-drugs-cosmetics-and-medical-devices#cfrr>> Acessado em 11 de março de 2025.

FDA (Food and Drug Administration), 2022b. **Lista de Substâncias Específicas Afirmadas como GRAS** - Título 21, Volume 3, Parte 184, Seção 184.1293, Substâncias Alimentares Diretas Afirmadas como Geralmente Reconhecidas como Seguras - Álcool Etilico. Disponível em: <<https://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/CFRSearch.cfm?SearchTerm=ethanol&fr=184.1293>>. Acessado em: 29 de março de 2025.

FOOD AND DRUG ADMINISTRATION. **Código de Regulamentações Federais (CFR)**: Título 21 - Parte 73. Estados Unidos, 19 set. 2023.

FRATIANNI, A.; ADILETTA, G.; MATTEO, M. di; PANFILI, G.; NIRO, S.; GENTILE, C.; FARINA, V.; CINQUANTA, L.; CORONA, O. Evolution of Carotenoid Content, Antioxidant Activity and Volatiles Compounds in Dried Mango Fruits (*Mangifera Indica* L.). **Foods**, [S.L.], v. 9, n. 10, p. 1424, 9 out. 2020.

FUENMAYOR, C.A.; BARON-CANGREJO, O.G.; SALGADO-RIVERA, P.A. Encapsulation of Carotenoids as Food Colorants via Formation of Cyclodextrin Inclusion Complexes: a review. **Polysaccharides**, [S.L.], v. 2, n. 2, p. 454-476, 5 jun. 2021.

GIRALDO, L. F. M.; CORREA, H. A. M.; GUTIÉRREZ, J. E. B; CASTAÑO, C. E. C. Usage of the common mango agroindustrial waste (*mangifera indica* L.) in the destruction of fermentables sugars. **Ingeniería y Ciencia**, [S. l.], v. 3, n. 6, p. 41–62, 2007.

GU, W.; LIU, D.; SUN, J. Co-crystallization of curcumin for improved photodynamic inactivation of *Vibrio parahaemolyticus* and its application for the preservation of cooked clams. **International Journal Of Food Microbiology**, [S.L.], v. 378, p. 109816, out. 2022.

HAQUE, S.; BEGUM, P.; KHATUN, M.; ISLAM, S.N. Total carotenoid content in some mango (*Mangifera indica*) varieties of Bangladesh. **International Journal Of Pharmaceutical Sciences And Research**, [S.L.], v. 6, n. 11, p. 4875-4878, 1 nov. 2015.

HU, K; DARS, A.G.; LIU, Q.; XIE, B.; SUN, Z. Phytochemical profiling of the ripening of Chinese mango (*Mangifera indica* L.) cultivars by real-time monitoring using UPLC-ESI-QTOF-MS and its potential benefits as prebiotic ingredients. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 256, p. 171-180, ago. 2018.

HU, Y.; HU, T.; XU, Y.; WU, J.; SONG, X.; YU, Y. Interaction mechanism of carotenoids and polyphenols in mango peels. **Food Research International**, [S.L.], v. 173, p. 113303, nov. 2023.

IBGE- INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **PAM – Produção Agrícola Municipal**. Brasil: IBGE, 2023.

IIZUKA, K. Is the Use of Artificial Sweeteners Beneficial for Patients with Diabetes Mellitus? The Advantages and Disadvantages of Artificial Sweeteners. **Nutrients**, [S.L.], v. 14, n. 21, p. 4446, 22 out. 2022.

JAHURUL, M.H.A.; ZAIDUL, I.s.M.; GHAFOR, K.; AL-JUHAIMI, F.Y.; NYAM, K.; NORULAINI, N.A.N.; SAHENA, F.; OMAR, A.K. Mohd. Mango (*Mangifera indica* L.) by-products and their valuable components: a review. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 183, p. 173-180, set. 2015.

JEEVITHA, G C; RAMAMOORTHY, S.; AHMAD, F.; SARAVANAN, R; HAQUE, S.; CAPANOGLU, E. Recent advances in extraction methodologies for the valorization of mango peel wastes. **International Journal Of Food Properties**, [S.L.], v. 26, n. 2, p. 3492-3511, dez. 2023.

JIANG, G.; ZHU, M. Preparation of astaxanthin-encapsulated complex with zein and oligochitosan and its application in food processing. **Lwt**, [S.L.], v. 106, p. 179-185, jun. 2019.

KAMMERER, D.; CLAUS, A.; CARLE, R.; SCHIEBER, A. Polyphenol Screening of Pomace from Red and White Grape Varieties (*Vitis vinifera* L.) by HPLC-DAD-MS/MS. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 52, n. 14, p. 4360-4367, 11 jun. 2004.

KAPOOR, L.; SIMKIN, A. J.; DOSS, C. G. P.; SIVA, R. Fruit ripening: dynamics and integrated analysis of carotenoids and anthocyanins. **Bmc Plant Biology**, [S.L.], v. 22, n. 1, 11 jan. 2022.

KARANGUTKAR, A.V.; ANANTHANARAYAN, L. Co-crystallization of Basella rubra extract with sucrose: characterization of co-crystals and evaluating the storage stability of betacyanin pigments. **Journal Of Food Engineering**, [S.L.], v. 271, p. 109776, abr. 2020.

KAUR, B; PANESAR, P.S.; ANAL, A.K.; CHU-KY, S. Recent Trends in the Management of Mango By-products. *Food Reviews International*, [S.L.], v. 39, n. 7, p. 4159-4179, 10 jan. 2022.

KAUR, P.; ELSAYED, A.; SUBRAMANIAN, J.; SINGH, A. Encapsulation of carotenoids with sucrose by co-crystallization: physicochemical properties, characterization and thermal stability of pigments. **Lwt**, [S.L.], v. 140, p. 110810, abr. 2021.

KAYA, S.I.; CETINKAYA, A.; OZKAN, S.A. Latest advances on the nanomaterials-based electrochemical analysis of azo toxic dyes Sunset Yellow and Tartrazine in food samples. **Food And Chemical Toxicology**, [S.L.], v. 156, p. 112524, out. 2021.

KHAWAS, P.; DEKA, S.C. Encapsulation of Natural Antioxidant Compounds from Culinary Banana by Cocrystallization. **Journal Of Food Processing And Preservation**, [S.L.], v. 41, n. 1, p. e13033, 9 ago. 2016.

KONICA MINOLTA. Entendendo o espaço de cor Lab. Disponível em: <https://sensing.konicaminolta.us/br/blog/entendendo-o-espaco-de-cor-lab/>.

LAKSHMINARAYANA, S.; SUBHADRA, N.V.; SUBRAMANYAM, H. Some aspects of developmental physiology of the mango fruit. **Journal Of Horticultural Science**, [S.L.], v. 45, n. 2, p. 133-142, jan. 1970.

LAVELLI, V; ZANONI, B; ZANIBONI, A. Effect of water activity on carotenoid degradation in dehydrated carrots. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 104, n. 4, p. 1705-1711, 2007.

LEBAKA, V.R.; WEE, Y.; YE, W.; KORIVI, M. Nutritional Composition and Bioactive Compounds in Three Different Parts of Mango Fruit. *International Journal Of Environmental Research And Public Health*, [S.L.], v. 18, n. 2, p. 741, 16 jan. 2021.

LENUCCI, M.S.; TORNESE, R.; MITA, G.; DURANTE, M. Bioactive Compounds and Antioxidant Activities in Different Fractions of Mango Fruits (*Mangifera indica* L., Cultivar 'Tommy Atkins' and Keitt). **Antioxidants**, [S.L.], v. 11, n. 3, p. 484, 28 fev. 2022.

LI, D.; FAN, Z.; TANG, W. K. S. Domain learning naming game for color categorization. **Plos One**, [S.L.], v. 12, n. 11, p. e0188164, 14 nov. 2017.

LI, Y.; FABIANO-TIXIER, A.S.; TOMAO, V.; CRAVOTTO, G.; CHEMAT, F. Green ultrasound-assisted extraction of carotenoids based on the bio-refinery concept using sunflower oil as an alternative solvent. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S.L.], v. 20, n. 1, p. 12-18, jan. 2013.

LIANG, M.; SU, X.; YANG, Z.; DENG, H.; YANG, Z.; LIANG, R.; HUANG, J. Carotenoid composition and expression of carotenogenic genes in the peel and pulp of commercial mango fruit cultivars. **Scientia Horticulturae**, [S.L.], v. 263, p. 109072, mar. 2020.

LIMA, J.G. de; BRITO-OLIVEIRA, T.C.; PINHO, S.C. de. Characterization and evaluation of sensory acceptability of ice creams incorporated with beta-carotene encapsulated in solid lipid microparticles. **Food Science And Technology**, [S.L.], v. 36, n. 4, p. 664-671, 1 dez. 2016.

LIMA, R. da S.; NUNES, I.L.; BLOCK, J.M. Ultrasound-Assisted Extraction for the Recovery of Carotenoids from Guava's Pulp and Waste Powders. **Plant Foods For Human Nutrition**, [S.L.], v. 75, n. 1, p. 63-69, 14 dez. 2019.

LIU, B.; YANG, H.; ZHU, C.; XIAO, J.; CAO, H.; SIMAL-GANDARA, J.; LI, Y.; FAN, D.; DENG, J. A comprehensive review of food gels: formation mechanisms, functions, applications, and challenges. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**. [S.L.], v. 64, n. 3, p. 760-782, 12 ago. 2022.

LIU, W.; HSIEH, Y.; KO, H.; WU, Y. Formulation Approaches to Crystalline Status Modification for Carotenoids: impacts on dissolution, stability, bioavailability, and bioactivities. **Pharmaceutics**, [S.L.], v. 15, n. 2, p. 485, 1 fev. 2023.

LOPES, M. M. A.; SILVA, E. O.; CANUTO, K. M.; SILVA, L. M. A.; GALLÃO, M. I.; URBAN, L.; AYALA-ZAVALA, J. F.; MIRANDA, M. R. A. Low fluence pulsed light enhanced phytochemical content and antioxidant potential of 'Tommy Atkins' mango peel and pulp. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [S.L.], v. 33, p. 216-224, fev. 2016.

LÓPEZ-CÓRDOBA, A.; DELADINO, L.; AGUDELO-MESA, L.; MARTINO, M. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: stability during storage. **Journal Of Food Engineering**, [S.L.], v. 124, p. 158-165, mar. 2014.

LÓPEZ-SALAS, L.; EXPÓSITO-ALMELLÓN, X.; BORRÁS-LINARES, I.; LOZANO-SÁNCHEZ, J.; SEGURA-CARRETERO, A.. Design of experiments for green and GRAS solvent extraction of phenolic compounds from food industry by-products - A systematic review. **Trac Trends In Analytical Chemistry**, [S.L.], v. 171, p. 117536, fev. 2024.

LU, S.; LI, L. Carotenoid Metabolism: biosynthesis, regulation, and beyond. **Journal Of Integrative Plant Biology**, [S.L.], v. 50, n. 7, p. 778-785, jul. 2008.

LUENGO, E.; CONDÓN-ABANTO, S.; CONDÓN, S.; ÁLVAREZ, I.; RASO, J. Improving the extraction of carotenoids from tomato waste by application of

ultrasound under pressure. **Separation And Purification Technology**, [S.L.], v. 136, p. 130-136, nov. 2014.

MA, X.; ZHENG, B.; MA, Y.; XU, W.; WU, H.; WANG, S. Carotenoid accumulation and expression of carotenoid biosynthesis genes in mango flesh during fruit development and ripening. **Scientia Horticulturae**, [S.L.], v. 237, p. 201-206, jul. 2018.

MALDONADO-CELIS, M.E.; YAHIA, E.M.; BEDOYA, R.; LANDÁZURI, P.; LOANGO, N.; AGUILLÓN, J.; RESTREPO, B.; OSPINA, J.C.G. Chemical Composition of Mango (*Mangifera indica* L.) Fruit: nutritional and phytochemical compounds. **Frontiers In Plant Science**, [S.L.], v. 10, n. 1073, p. 1-21, 17 out. 2019.

MANGOLIM, C.S.; MORIWAKI, C.; NOGUEIRA, A.C.; SATO, F.; BAESSO, M.L.; MEDINA NETO, A.; MATIOLI, G. Curcumin- β -cyclodextrin inclusion complex: stability, solubility, characterisation by ft-ir, ft-raman, x-ray diffraction and photoacoustic spectroscopy, and food application. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 153, p. 361-370, jun. 2014.

MAPA. **Setor de fruticultura se destaca nas exportações brasileiras**. 2024. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/noticias/setor-de-fruticultura-se-destaca-nas-exportacoes-brasileiras>. Acesso em: 15 jul. 2024.

MARQUES, A.; CHICAYBAM, G.; ARAUJO, M.T.; MANHÃES, L.R.T.; SABAA-SRUR, A.U.O. Composição centesimal e de minerais de casca e polpa de manga (*Mangifera indica* L.) cv. 'Tommy Atkins'. **Revista Brasileira de Fruticultura**, [S.L.], v. 32, n. 4, p. 1206-1210, 19 nov. 2010.

MARTÍNEZ-ÁLVAREZ, Ó.; CALVO, M.M.; GÓMEZ-ESTACA, J. Recent Advances in Astaxanthin Micro/Nanoencapsulation to Improve Its Stability and Functionality as a Food Ingredient. **Marine Drugs**, [S.L.], v. 18, n. 8, p. 406, 1 ago. 2020.

MARTINS, R.; SALES, H.; PONTES, R.; NUNES, J.; GOUVEIA, I. Food Wastes and Microalgae as Sources of Bioactive Compounds and Pigments in a Modern Biorefinery: a review. **Antioxidants**, [S.L.], v. 12, n. 2, p. 328, 31 jan. 2023.

MATHEYAMBATH, A.C.; SUBRAMANIAN, J.; PALIYATH, G. Mangoes. **Encyclopedia Of Food And Health**, [S.L.], p. 641-645, 2016.

MEDLICOTT, A. P.; BHOGAL, M.; REYNOLDS, S. B. Changes in peel pigmentation during ripening of mango fruit (*Mangifera indica* var. 'Tommy Atkins'). **Annals Of Applied Biology**, [S.L.], v. 109, n. 3, p. 651-656, dez. 1986.

MERCADANTE, A.Z.; BRITTON, G.; RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. Carotenoids from Yellow Passion Fruit (*Passiflora edulis*). **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 46, n. 10, p. 4102-4106, 24 set. 1998.

MERCADANTE, A.Z.; RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. Effects of Ripening, Cultivar Differences, and Processing on the Carotenoid Composition of Mango. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 46, n. 1, p. 128-130, 1 jan. 1998.

MERCADANTE, A.Z.; RODRIGUEZ-AMAYA, D.B.; BRITTON, G. HPLC and Mass Spectrometric Analysis of Carotenoids from Mango. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 45, n. 1, p. 120-123, 1 jan. 1997.

MESQUITA, L.M. de S.; VENTURA, S.P.M.; BRAGA, A.R.C.; PISANI, L.P.; DIAS, A.C.R.V.; ROSSO, V.V. de. Ionic liquid-high performance extractive approach to recover carotenoids from *Bactris gasipaes* fruits. **Green Chemistry**, [S.L.], v. 21, n. 9, p. 2380-2391, 2019.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA E PECUÁRIA (MAPA). **Projeções do Agronegócio: Brasil – 2022/23 a 2032/33**, Brasília, Brasil, 17 jul. 2023.

MOLINA, C.V.; LIMA, J.G.; MORAES, I.C.F.; PINHO, S.C. Physicochemical characterization and sensory evaluation of yogurts incorporated with beta-carotene-loaded solid lipid microparticles stabilized with hydrolyzed soy protein isolate. **Food Science And Biotechnology**, [S.L.], v. 28, n. 1, p. 59-66, 11 jul. 2018.

MORDOR INTELLIGENCE. **Global Carotenoid Market (2023-2028)**, Índia, 2023.

MORDOR INTELLIGENCE. **Global Gelatin Market (2025-2030)**, Índia, 2024.

MURADOR, D.C.; BRAGA, A.R.C.; MARTINS, P.L.G.; MERCADANTE, A.Z.; ROSSO, V. V. de. Ionic liquid associated with ultrasonic-assisted extraction: a new approach to obtain carotenoids from orange peel. **Food Research International**, [S.L.], v. 126, p. 108653, dez. 2019.

MUSSATTO, S.I.; ROBERTO, I.C. Xilitol: edulcorante com efeitos benéficos para a saúde humana. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, [S.L.], v. 38, n. 4, p. 401-413, dez. 2002.

NABI, B.G.; MUKHTAR, K.; AHMED, W.; MANZOOR, M.F.; RANJHA, M.M.A.N.; KIELISZEK, M.; BHAT, Z.F.; AADIL, R.M. Natural pigments: anthocyanins, carotenoids, chlorophylls, and betalains as colorants in food products. **Food Bioscience**, [S.L.], v. 52, p. 102403, abr. 2023.

NERI-NUMA, I.A.; ARRUDA, H.S.; GERALDI, M.V.; MARÓSTICA JÚNIOR, M.R.; PASTORE, G.M. Natural prebiotic carbohydrates, carotenoids and flavonoids as ingredients in food systems. **Current Opinion In Food Science**, [S.L.], v. 33, p. 98-107, jun. 2020.

NIK, A. B.; VAZIFEDOOST, M.; DIDAR, Z.; HAJIROSTAMLOO, B. The antioxidant and physicochemical properties of microencapsulated bioactive compounds in *Securigera securidaca* (L.) seed extract by co-crystallization. **Food Quality And Safety**, [S.L.], v. 3, n. 4, p. 243-250, 25 nov. 2019.

NOVAIS, C.; MOLINA, A.K.; ABREU, R.M.V.; SANTO-BUELGA, C.; FERREIRA, I.C.F.R.; PEREIRA, C.; BARROS, L. Natural Food Colorants and Preservatives: a review, a demand, and a challenge. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 70, n. 9, p. 2789-2805, 24 fev. 2022.

ODUNSI, A. A. Response of Laying Hens and Growing Broilers to the Dietary Inclusion of Mango (*Mangifera indica* L.) Seed Kernel Meal. **Tropical Animal Health And Production**, [S.L.], v. 37, n. 2, p. 139-150, fev. 2005.

ORDOÑEZ-SANTOS, L.E.; MARTÍNEZ-GIRÓN, J.; VILLAMIZAR-VARGAS, R.H. Encapsulation of β -carotene extracted from peach palm residues: a stability study using two spray-dried processes. **Dyna**, [S.L.], v. 85, n. 206, p. 128-134, 1 jul. 2018.

OTÁLORA, M. C.; BARBOSA, H. de J.; PERILLA, J. E.; OSORIO, C.; NAZARENO, M. A. Encapsulated betalains (*Opuntia ficus-indica*) as natural colorants. Case study: gummy candies. **Lwt**, [S.L.], v. 103, p. 222-227, abr. 2019.

PATHAK, S. R.; SARADA, R. LIPIDS OF MANGO (MANGIFERA INDICA). **Current Science**, v. 43, n. 22, p. 716–717, 20 nov. 1974.

PAVANELLO, S.; MORETTO, A.; LAVECCHIA, C.; ALICANDRO, G. Non-sugar sweeteners and cancer: toxicological and epidemiological evidence. **Regulatory Toxicology And Pharmacology**, [S.L.], v. 139, p. 105369, mar. 2023.

PEIXOTO, F. B.; ARANHA, A. C. R.; NARDINO, D. A.; DEFENDI, R. O.; SUZUKI, R. M. Extraction and encapsulation of bioactive compounds: a review. **Journal Of Food Process Engineering**, [S.L.], v. 45, n. 12, 21 out. 2022.

PELIZER, L.H., PONTIERI, M.H., MORAES, I. de O. Utilização de resíduos agro-industriais em processos biotecnológicos como perspectiva de redução do impacto ambiental. **Journal of Technology Management & Innovation**. [S.L.], v. 2, n. 1, p. 118-127, mar. 2007.

PIMENTEL-MORAL, S.; CÁDIZ-GURREA, M. de L.L.; RODRÍGUEZ-PÉREZ, C.; SEGURA-CARRETERO, A. Recent advances in extraction technologies of phytochemicals applied for the revaluation of agri-food by-products. **Functional And Preservative Properties Of Phytochemicals**, [S.L.], p. 209-239, 2020.

PINTO, M.R.M.R.; PAULA, D. de A.; ALVES, A.I.; RODRIGUES, M.Z.; VIEIRA, E.N.R.; FONTES, Edimar Aparecida Filomeno; RAMOS, Afonso Mota. Encapsulation of carotenoid extracts from pequi (*Caryocar brasiliense* Camb) by emulsification (O/W) and foam-mat drying. **Powder Technology**, [S.L.], v. 339, p. 939-946, nov. 2018.

PRASHANTH, J.; DROZD, K. V.; PERLOVICH, G. L.; BALASUBRAMANIAN, S.; SUROV, A. Cocrystal and Coamorphous Solid Forms of Enzalutamide with Saccharin: structural characterization and dissolution studies. **Crystal Growth & Design**, [S.L.], v. 22, n. 11, p. 6703-6716, 8 out. 2022.

QUEIROZ, M.B.; SOUSA, F.R.; SILVA, L.B. da; ALVES, R.M.V.; ALVIM, I.D. Co-crystallized sucrose-soluble fiber matrix: physicochemical and structural characterization. **Lwt**, [S.L.], v. 154, p. 112685, jan. 2022.

QUIJANO-ORTEGA, N.; FUENMAYOR, C. A.; ZULUAGA-DOMINGUEZ, C.; DIAZ-MORENO, C.; ORTIZ-GRISALES, S.; GARCÍA-MAHECHA, M.; GRASSI, S. FTIR-ATR Spectroscopy Combined with Multivariate Regression Modeling as a Preliminary Approach for Carotenoids Determination in Cucurbita spp. **Applied Sciences**, [S.L.], v. 10, n. 11, p. 3722, 27 maio 2020.

RAMOS-SOUZA, C.; NASS, P.; JACOB-LOPES, E.; ZEPKA, L.Q.; BRAGA, A.R.C.; ROSSO, V.V. de. Changing Desplicable Me: potential replacement of azo dye yellow tartrazine for pequi carotenoids employing ionic liquids as high-performance extractors. **Food Research International**, [S.L.], v. 174, p. 113593, dez. 2023.

RANGANATH, K.G.; SHIVASHANKARA, K.S.; ROY, T.K.; DINESH, M.R.; GEETHA, G.A.; PAVITHRA, K.C.; RAVISHANKAR, K.V. Profiling of anthocyanins and carotenoids in fruit peel of different colored mango cultivars. **Journal Of Food Science And Technology**, [S.L.], v. 55, n. 11, p. 4566-4577, 1 set. 2018.

REHMAN, A.; TONG, Q.; JAFARI, S.M.; ASSADPOUR, E.; SHEHZAD, Q.; AADIL, R.M.; IQBAL, M.; RASHED, M.M.A.; MUSHTAQ, B.S.; ASHRAF, Ws. Carotenoid-loaded nanocarriers: a comprehensive review. **Advances In Colloid And Interface Science**, [S.L.], v. 275, p. 102048, jan. 2020.

RIBEIRO, A.C.B.; CUNHA, A.P.; SILVA, L.M.R. da; MATTOS, A.L.A; BRITO, E.S. de; SOUZA FILHO, M. de S.M. de; AZEREDO, H.M.C. de; RICARDO, N.M.P.S. From mango by-product to food packaging: pectin-phenolic antioxidant films from mango peels. **International Journal Of Biological Macromolecules**, [S.L.], v. 193, p. 1138-1150, dez. 2021.

RIBEIRO, S.M.R.; BARBOSA, L.C.A.; QUEIROZ, J.H.; KNÖDLER, M.; SCHIEBER, A. Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangifera indica* L.) varieties. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 110, n. 3, p. 620-626, out. 2008.

RIBEIRO, S.M.R; QUEIROZ, J.H.; QUEIROZ, M.E.L.R. de; CAMPOS, F.M.; SANT'ANA, H.M.P. Antioxidant in Mango (*Mangifera indica* L.) Pulp. **Plant Foods For Human Nutrition**, [S.L.], v. 62, n. 1, p. 13-17, 23 jan. 2007.

RICHU; SHARMHAL, A.; KUMAR, A.; KUMAR, A. Insights into the applications and prospects of ionic liquids towards the chemistry of biomolecules. **Journal Of Molecular Liquids**, [S.L.], v. 368, p. 120580, dez. 2022.

ROCHA, G.A; FÁVARO-TRINDADE, C.S.; GROSSO, C.R.F. Microencapsulation of lycopene by spray drying: characterization, stability and application of microcapsules. **Food And Bioproducts Processing**, [S.L.], v. 90, n. 1, p. 37-42, jan. 2012.

RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. **A Guide to Carotenoid Analysis in Food**. Washington: Ilsi Press, 2001. 71 v.

RODRIGUEZ-AMAYA, D.B.; KIMURA, M.; AMAYA-FARFAN, J. **Fontes Brasileiras de Carotenoides**: tabela brasileira de composição de carotenóides em alimentos. Brasília: 2008. 100 p.

RODRIGUEZ-AMAYA, D.B.; KIMURA, M. **HarvestPlus Handbook for Carotenoid Analysis**. Washington, DC: Harvestplus, v. 2, 58 p., 2004.

RODRÍGUEZ-RODRÍGUEZ, E.; HERRERO-LODARES, C.; SÁNCHEZ-PRIETO, M.; OLMEDILLA-ALONSO, B.; SÁNCHEZ-MORENO, C.; ANCOS, B. de. Sustainable extraction methods of carotenoids from mango (*Mangifera indica* L. 'Kent') pulp: ultrasound assisted extraction and green solvents. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 450, p. 139253, ago. 2024.

RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ, J. A.; VICTORIA, M. T. Cruz y; BARRAGÁN-HUERTA, B. E. Betaxanthins and antioxidant capacity in *Stenocereus pruinosus*: stability and use in food. **Food Research International**, [S.L.], v. 91, p. 63-71, jan. 2017.

ROSSO, V. V. de; MERCADANTE, A. Z. HPLC–PDA–MS/MS of Anthocyanins and Carotenoids from Dovyalis and Tamarillo Fruits. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 55, n. 22, p. 9135-9141, 1 out. 2007a.

ROSSO, V. V. de; MERCADANTE, A. Z. Identification and Quantification of Carotenoids, By HPLC-PDA-MS/MS, from Amazonian Fruits. **Journal Of Agricultural And Food Chemistry**, [S.L.], v. 55, n. 13, p. 5062-5072, 26 maio 2007b.

RUALES, J.; BAENAS, N.; MORENO, D.A.; STINCO, C.M.; MELÉNDEZ-MARTÍNEZ, A.J.; GARCÍA-RUIZ, A. Biological Active Ecuadorian Mango “Tommy Atkins” Ingredients—An Opportunity to Reduce Agrowaste. **Nutrients**, [S.L.], v. 10, n. 9, p. 1138, 21 ago. 2018.

RUTZ, J.K.; BORGES, C.D.; ZAMBIAZI, R.C.; ROSA, C.G. da; SILVA, M.M. da. Elaboration of microparticles of carotenoids from natural and synthetic sources for applications in food. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 202, p. 324-333, jul. 2016.

SÁ, A.A. de; MESSIAS, C.M.B.D. DESENVOLVIMENTO DE PRODUTOS ALIMENTÍCIOS A PARTIR DO APROVEITAMENTO INTEGRAL DOS ALIMENTOS COM DESTAQUE PARA MANGA E BANANA: revisão de literatura. **Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Volume 6**, [S.L.], p. 85-101, 2022.

SAINI, R.K.; KEUM, Y. Carotenoid extraction methods: a review of recent developments. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 240, p. 90-103, fev. 2018.

SALAÜN, F.; BEDEK, G.; DEVAUX, E.; DUPONT, D.; GENGEMBRE, L. Microencapsulation of a cooling agent by interfacial polymerization: influence of the parameters of encapsulation on poly(urethane-urea) microparticles characteristics. **Journal Of Membrane Science**, [S.L.], v. 370, n. 1-2, p. 23-33, mar. 2011.

SÁNCHEZ-CAMARGO, A. del P.; GUTIÉRREZ, L; VARGAS, S.M.; MARTINEZ-CORREA, H.A.; PARADA-ALFONSO, F.; NARVÁEZ-CUENCA, C. Valorisation of mango peel: proximate composition, supercritical fluid extraction of carotenoids, and application as an antioxidant additive for an edible oil. **The Journal Of Supercritical Fluids**, [S.L.], v. 152, p. 104574, out. 2019.

SANTOS, M. G.; BOZZA, F. T.; THOMAZINI, M.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Microencapsulation of xylitol by double emulsion followed by complex coacervation. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 171, p. 32-39, mar. 2015.

SARDAR, B. R.; SINGHAL, R. S. Characterization of co-crystallized sucrose entrapped with cardamom oleoresin. **Journal Of Food Engineering**, [S.L.], v. 117, n. 4, p. 521-529, ago. 2013.

SCHANDA, Janos (Ed.). **Colorimetry: understanding the CIE system**. Hoboken: Wiley, 2007.

SCHNEIDER, C.A.; RASBAND, W.S.; ELICEIRI, K.W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nature Methods*, [S.L.], v. 9, n. 7, p. 671-675, 28 jun. 2012

SEGATTO, M. L.; SCHNARR, L.; OLSSON, O.; KÜMMERER, K.; ZUIN, V. G. Ionic liquids vs. ethanol as extraction media of algicidal compounds from mango processing waste. **Frontiers in Chemistry**, v. 10, 16 set. 2022.

SELIG, M.J.; MEHRAD, B.; ZAMANI, H.; KIERULF, A.; LICKER, J.; ABBASPOURRAD, A. Distribution of oil solubilized β -carotene in stabilized locust bean gum powders for the delivery of orange colorant to food products. **Food Hydrocolloids**, [S.L.], v. 84, p. 34-37, nov. 2018.

SERNA-COCK, L.; GARCÍA-GONZALES, E.; TORRES-LEÓN, C. Agro-industrial potential of the mango peel based on its nutritional and functional properties. **Food Reviews International**, [S.L.], v. 32, n. 4, p. 364-376, 16 set. 2015.

SERRANO, J.; SMITH, K.R.; CROUCH, A.L.; SHARMA, V.; YI, F.; VARGOVA, V.; LAMOIA, T.E.; DUPONT, L.M.; SERNA, V.; TANG, F. High-dose saccharin supplementation does not induce gut microbiota changes or glucose intolerance in healthy humans and mice. **Microbiome**, [S.L.], v. 9, n. 1, 12 jan. 2021.

SILVA, I. de M.; SILVA, M. R.; AUGUSTI, R.; MELO, J. O. F.; SCHMIELE, M.; NEVES, N. de A. Obtaining and characterizing polyphenol extracts based on anthocyanins from *Melinis minutiflora* inflorescences and *Plinia cauliflora* fruits and application in gelatins. **Food Research International**, [S.L.], v. 173, p. 113426, nov. 2023.

SILVA, J. M. da; SANTOS, M. C. G. dos; MACIEL, M. I. S.; VILLAR, H. P. Evaluation of quality of mango cultivar 'Tommy Atkins' radiated with greater degree of maturity. In: International Nuclear Atlantic Conference - INAC, 2011, Belo Horizonte. **Conferência**. Belo Horizonte: Associação Brasileira de Energia Nuclear - Aben, 2011.

SOGI, D. S.; SIDDIQ, M.; ROIDOUNG, S.; DOLAN, K. D. Total Phenolics, Carotenoids, Ascorbic Acid, and Antioxidant Properties of Fresh-cut Mango (*Mangifera indica* L., cv. Tommy Atkin) as Affected by Infrared Heat Treatment. **Journal Of Food Science**, [S.L.], v. 77, n. 11, 24 out. 2012.

SOGI, D.S.; SIDDIQ, M.; DOLAN, K.D. Total phenolics, carotenoids and antioxidant properties of Tommy Atkin mango cubes as affected by drying techniques. **Lwt - Food Science And Technology**, [S.L.], v. 62, n. 1, p. 564-568, jun. 2015.

SOGI, D.S.; SIDDIQ, M.; GREIBY, I.; DOLAN, .D. Total phenolics, antioxidant activity, and functional properties of “Tommy Atkins” mango peel and kernel as affected by drying methods. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 141, n. 3, p. 2649-2655, dez. 2013.

SOPYAN, I.; B., A.; S., I.S.K.; S., C.I.N. H. SYSTEMATIC REVIEW: cocrystal as efforts to improve physicochemical and bioavailability properties of oral solid dosage form. *International Journal Of Applied Pharmaceutics*, [S.L.], p. 43-52, 7 jan. 2021.

SOUKOULIS, C.; BOHN, T.. A comprehensive overview on the micro- and nano-technological encapsulation advances for enhancing the chemical stability and bioavailability of carotenoids. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [S.L.], v. 58, n. 1, p. 1-36, 5 jul. 2017.

STEED, J.W. The role of co-crystals in pharmaceutical design. **Trends In Pharmacological Sciences**, [S.L.], v. 34, n. 3, p. 185-193, mar. 2013.

STEINER, B.M.; MCCLEMENTS, D.J.; DAVIDOV-PARDO, G. Encapsulation systems for lutein: a review. **Trends In Food Science & Technology**, [S.L.], v. 82, p. 71-81, dez. 2018.

SU, Q.; ROWLEY, K.G; BALAZS, N.D.H. Carotenoids: separation methods applicable to biological samples. **Journal Of Chromatography B**, [S.L.], v. 781, n. 1-2, p. 393-418, dez. 2002.

TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos**. Versão 4. Unicamp, São Paulo, 2011.

TANG, B.; BI, W.; TIAN, M.; ROW, K. H. Application of ionic liquid for extraction and separation of bioactive compounds from plants. **Journal Of Chromatography B**, [S.L.], v. 904, p. 1-21, set. 2012.

THARANATHAN, R.N.; YASHODA, H.M.; PRABHA, T.N. Mango (*Mangifera indica* L.), “The King of Fruits” — An Overview. **Food Reviews International**, [S.L.], v. 22, n. 2, p. 95-123, jul. 2006.

TIWARI, B.K.; MUTHUKUMARAPPAN, K.; O'DONNELL, C.P.; CHENCHIAIAH, M.; CULLEN, P.J. Effect of ozonation on the rheological and colour characteristics of hydrocolloid dispersions. **Food Research International**, [S.L.], v. 41, n. 10, p. 1035-1043, dez. 2008.

TIWARI, B.K. Ultrasound: a clean, green extraction technology. **Trac Trends In Analytical Chemistry**, [S.L.], v. 71, p. 100-109, set. 2015.

TIWARI, S.; YAWALE, P.; UPADHYAY, N. Carotenoids: extraction strategies and potential applications for valorization of under-utilized waste biomass. **Food Bioscience**, [S.L.], v. 48, p. 101812, ago. 2022.

TONIAZZO, T.; BERBEL, I.F.; CHO, S.; FÁVARO-TRINDADE, C.S.; MORAES, I.C.F.; PINHO, S.C. β -carotene-loaded liposome dispersions stabilized with xanthan and guar gums: physico-chemical stability and feasibility of application in yogurt. **Lwt - Food Science And Technology**, [S.L.], v. 59, n. 2, p. 1265-1273, dez. 2014.

UNIÃO EUROPEIA. **Regulamento (Ce) N.O 1333/2008 do Parlamento Europeu e do Conselho de 16 de Dezembro de 2008 Relativo Aos Aditivos Alimentares. Diário Oficial da União Europeia**, 16 dez. 2008. L 354, p. 16.

UR-REHMAN, S.; MUSHTAQ, Z.; ZAHOR, T.; JAMIL, A.; MURTAZA, M.A. Xylitol: a review on bioproduction, application, health benefits, and related safety issues. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [S.L.], v. 55, n. 11, p. 1514-1528, 25 out. 2013.

VIÑAS-OSPINO, A.; LÓPEZ-MALO, D.; ESTEVE, M.J.; FRÍGOLA, A.; BLESÁ, J. Green Solvents: emerging alternatives for carotenoid extraction from fruit and vegetable by-products. **Foods**, [S.L.], v. 12, n. 4, p. 863, 17 fev. 2023.

VEGA, E.N.; CIUDAD-MULERO, M.; FERNÁNDEZ-RUIZ, V.; BARROS, L.; MORALES, P. Natural Sources of Food Colorants as Potential Substitutes for Artificial Additives. **Foods**, [S.L.], v. 12, n. 22, p. 4102, 12 nov. 2023.

VÉLEZ-ERAZO, E.M.; PASQUEL-REÁTEGUI, J.L.; DORRONSORO-GUERRERO, O.H.; MARTÍNEZ-CORREA, H.A. Phenolics and carotenoids recovery from agroindustrial mango waste using microwave-assisted extraction: extraction and modeling. **Journal Of Food Process Engineering**, [S.L.], v. 44, n. 9, 17 jun. 2021.

WANG, Z.; ZHANG, X.; CHEN, B.; HOU, M.; LIU, T. The Controllable Preparation, Properties and Structural Characteristics of Xylitol/Menthol Co-crystals. **International Journal Of Food Engineering**, [S.L.], v. 13, n. 8, p. 1-9, 12 maio 2017.

YAMASHITA, B. B. V. G. **Extração sequencial de compostos fenólicos e pectina da casca da manga assistida por ultrassom**. 2017. 115 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2017.

YARA-VARÓN, E.; FABIANO-TIXIER, A. S.; BALCELLS, M.; CANELA-GARAYOA, R.; BILY, Antoine; CHEMAT, F. Is it possible to substitute hexane with green solvents for extraction of carotenoids? A theoretical versus experimental solubility study. **Rsc Advances**, [S.L.], v. 6, n. 33, p. 27750-27759, 2016.

YU, J.; LIU, X.; ZHANG, L.; SHAO, P.; WU, W.; CHEN, Z.; LI, J.; RENARD, C.M.G.C. An overview of carotenoid extractions using green solvents assisted by Z-isomerization. **Trends In Food Science & Technology**, [S.L.], v. 123, p. 145-160, maio 2022.

YUNGYUEN, W.; VO, T.T.; UTHAIRATANAKIJ, A.; MA, G.; ZHANG, L.; TATMALA, N.; KAEWSUKSAENG, S.; JITAREERAT, P.; KATO, M. Carotenoid Accumulation and the Expression of Carotenoid Metabolic Genes in Mango during Fruit Development and Ripening. **Applied Sciences**, [S.L.], v. 11, n. 9, p. 4249, 7 maio 2021.

ZAFAR, T.A.; SIDHU, J.S. Composition and Nutritional Properties of Mangoes. **Handbook Of Mango Fruit**, [S.L.], p. 217-236, 2 jun. 2017.

ZEPKA, L. Q.; MERCADANTE, A. Z. Degradation compounds of carotenoids formed during heating of a simulated cashew apple juice. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 117, n. 1, p. 28-34, nov. 2009.

ZHANG, C. Biosynthesis of Carotenoids and Apocarotenoids by Microorganisms and Their Industrial Potential. **Progress In Carotenoid Research**, [S.L.], p. 85-105, 26 set. 2018.

ZHANG, X.; XIE, J.; YAN, M.; LIANG, Z.; ZHONG, H.; REN, L.; CAO, X.; ZHAO, Q. Extraction of lutein by aqueous two-phase system including both cholinium and imidazolium-based ionic liquids from wet microalgae. **Algal Research**, [S.L.], v. 77, p. 103369, jan. 2024.

ZHANG, Z.; CHEN, J.; HUANG, X.; AADIL, R. M.; LI, B.; GAO, X. Natural pigments in the food industry: enhancing stability, nutritional benefits, and gut microbiome health. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 460, p. 140514, dez. 2024.