



19 A 21 DE MAIO DE 2025 | BENTO GONÇALVES | RS

EXTRAÇÃO POR MICRO-ONDAS: ESTABILIDADE DE ANTOCIANINAS DO MIRTILO E APLICAÇÃO DA MÉTRICA SPMS

C. A. A. Farias¹, J. A. Camponogara¹, A. R dos Reis¹, S. K. Schlesner¹, J. S. Barin¹, M. T. Barcia¹

1 - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia dos Alimentos - Universidade Federal de Santa Maria - CEP: 97105-900 - Santa Maria - RS - Brasil, e-mail: (carla.farias@acad.ufsm.br); (juliana.acamponogara@gmail.com); (andrearais@acad.ufsm.br); (sandrakundes@gmail.com); (juliano@ufsm.br); (milene.barcia@ufsm.br).

RESUMO: O mirtilo apresenta elevado teor de nutrientes e bioativos, sendo valorizado por seus benefícios à saúde e pela presença de antocianinas, pigmento natural e de alto potencial industrial. A tecnologia Micro-ondas de Hidrodifusão e Gravidade (MHG) surge como uma alternativa para extração de compostos bioativos, utilizando apenas a água presente na fruta, sem necessidade de solventes. Neste estudo, avaliou-se a sustentabilidade do método e a estabilidade das antocianinas pelo período de 90 dias. Observou-se uma degradação de 38,62%, com degradações graduais em intervalos de 15 dias. Apesar da leve degradação, estratégias como a microencapsulação, co-pigmentação, podem aumentar sua estabilidade. A análise de sustentabilidade pelo método SPMS indicou um alto potencial ambiental e econômico para a técnica de extração. Com isso, foi possível obter um extrato sustentável e potencialmente antociânico, destacando sua viabilidade para a indústria alimentícia.

ABSTRACT: Blueberries have a high content of nutrients and bioactive compounds, being valued for their health benefits and the presence of anthocyanins, a natural pigment with great industrial potential. Microwave Hydrodiffusion and Gravity (MHG) technology emerges as an alternative for extracting bioactive compounds, using only the water present in the fruit, without the need for solvents. This study evaluated the sustainability of the method and the stability of anthocyanins over a 90-day period. A degradation of 38.62% was observed, with gradual losses at 15-day intervals. Despite the slight degradation, strategies such as microencapsulation and co-pigmentation can enhance its stability. The sustainability analysis using the SPMS method indicated a high environmental and economic potential for the extraction technique. As a result, it was possible to obtain a sustainable and anthocyanin-rich extract, highlighting its viability for the food industry.

PALAVRAS-CHAVE: Cianidina-3-glicosídeo; MHG; SPMS, LC-DAD.



KEYWORDS: Cyanidin-3-glucosídeo; MHG; SPMS, LC-DAD.

1. INTRODUÇÃO

As frutas desempenham um papel essencial em uma alimentação equilibrada e saudável, sendo fontes ricas de nutrientes e compostos bioativos, como antioxidantes, que auxiliam na prevenção de diversas doenças (Moraes *et al.*, 2022). Entre elas, destaca-se o mirtilo, uma fruta rica em antioxidantes, fibras, vitaminas e minerais, amplamente apreciada tanto por seus benefícios à saúde quanto por suas características sensoriais (Pertuzatti *et al.*, 2014). Sua coloração característica deve-se à presença de antocianinas, pigmentos naturais altamente polares que facilitam sua aplicação em produtos industrializados (Pertuzatti *et al.*, 2014).

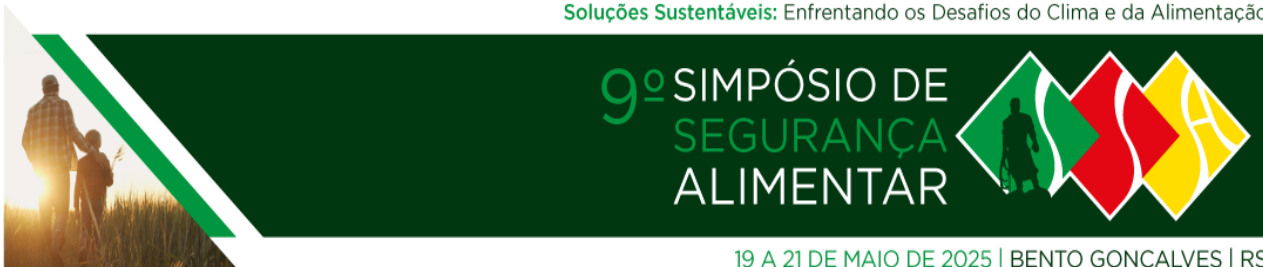
A tecnologia de Micro-ondas de Hidrodifusão e Gravidade (MHG) surge como uma abordagem inovadora e eficiente para a industrialização de frutas, permitindo a extração de compostos bioativos sem a necessidade de solventes. O processo utiliza apenas a água presente nas frutas, tornando-o mais sustentável e econômico. Além disso, o MHG preserva as propriedades antioxidantes e fenólicas das frutas, possibilitando a obtenção de extratos aquosos com alto valor agregado para a indústria alimentícia (Moraes *et al.*, 2022). No entanto, ao trabalhar com antocianinas é essencial considerar sua instabilidade diante de fatores como pH, temperatura, oxigênio e luz (Xue *et al.*, 2023). Por isso, é fundamental compreender as características do extrato obtido e avaliar sua estabilidade ao longo do tempo.

Simultaneamente, a crescente preocupação com a sustentabilidade na preparação de amostras tem impulsionado o desenvolvimento de técnicas de extração mais ecológicas. A métrica de sustentabilidade no preparo de amostras (SPMS) surge como uma ferramenta eficiente para comparar exclusivamente técnicas de extração, sem considerar aspectos relacionados à amostragem e à instrumentação final (González-Martín *et al.* 2023). Diante disso, este estudo tem como objetivo verificar a estabilidade ao longo de 90 dias do extrato de antocianinas obtido a partir da extração de mirtilo por MHG; além de verificar a sustentabilidade do método pela métrica SPMS, visando sua aplicação na indústria alimentícia.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Amostra

Foram utilizados uma mescla de mirtilos das cultivares *Bluegem*, *Climax* e *Florida*, fornecidos pela empresa SG Mirtilos (Lagoa Vermelha, RS, Brasil) em 2024. As frutas foram selecionadas, descartando as danificadas, armazenando-as a -18 °C até os experimentos.



2.2 Obtenção do extrato de antocianinas por MHG

A extração dos mirtilos foi realizada em um equipamento MHG, utilizando 100 g de frutas congeladas aquecidas a 600 W. O sistema conta com um forno de micro-ondas e um condensador resfriado a 10 °C, permitindo a coleta dos constituintes hidrossolúveis extraídos da fruta.

2.3 Separação e quantificação das antocianinas do extrato de mirtilo por LC-DAD

As antocianinas foram separadas e quantificadas por cromatografia líquida acoplada a um detector de arranjo de diodos (LC-DAD/Shimadzu), conforme Farias *et al.* (2022). A separação ocorreu em uma coluna de fase reversa Zorbax Eclipse XDB C-18 (150 mm, 2,1 mm, 3,5 µm), com fluxo de 0,19 mL/min, temperatura de 40 °C e injeção de 10 µL. As fases móveis utilizadas foram água, acetonitrila, metanol e ácido fórmico em proporções específicas para os solventes A e B, seguindo um gradiente linear ao longo de 48 minutos. A quantificação foi realizada a partir de uma curva de calibração do padrão cianidina-3-glicosídeo, com leitura no comprimento de onda de 520 nm. Os resultados foram expressos em mg de cianidina-3-glicosídeo por litro de extrato.

2.4 Análise de estabilidade

Com o objetivo de avaliar a estabilidade do extrato de mirtilo, a quantificação das antocianinas por LC-DAD foi avaliada por um período de 90 dias, com avaliações a cada 15 dias.

2.5 Métrica de sustentabilidade no preparo de amostra (SPMS)

Para avaliar a sustentabilidade da técnica de extração, aplicou-se o SPMS, conforme González-Martín *et al.* (2023).

2.6 Análise estatística

A análise foi realizada em delineamento inteiramente casualizado (DIC), com testes de Shapiro-Wilk e Levene para normalidade e homoscedasticidade. Seguidos de ANOVA e teste de Tukey para avaliar diferenças estatísticas entre os 90 dias de estabilidade ($p < 0,05$).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Obtenção do extrato de mirtilo e estabilidade das antocianinas

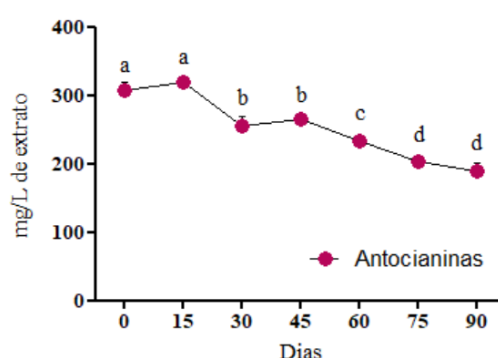
A extração foi realizada com 100 g de mirtilos a 600 W por 6 minutos, resultando em média $55,3 \pm 2,9$ mL de extrato. Além disso, $50,2 \pm 0,9$ g de coproduto permaneceram na parte superior do equipamento, podendo ser reaproveitados pela indústria alimentícia na formulação de novos produtos.

Quanto à estabilidade das antocianinas, observou-se uma degradação de 38,62% ao longo de 90 dias (Figura 1). A concentração inicial de $307,7 \pm 11,7$ mg de cianidina-3-glicosídeo por



litro de extrato reduziu para $188,8 \pm 12,5$ mg/L no 90º dia, o que pode ser considerado uma degradação branda. Além disso, a concentração de antocianinas permaneceu constante nos primeiros 15 dias, mas no 30º dia houve uma degradação de 16,71%. A estabilidade se manteve até o 45º dia, seguido por uma nova degradação de 13,17% aos 60 dias. Entre os dias 60 e 75, ocorreu uma leve degradação de 9,03%, seguida de estabilidade até o fim do período de análise, que durou 90 dias. Esses resultados indicam que as antocianinas se mantêm estáveis em intervalos de 15 dias, com degradações graduais ao longo do tempo.

Figura 1 – Estabilidade das antocianinas do extrato de mirtilo obtida por MHG.



Médias seguidas pela mesma letra não diferem para o teste Tukey com $p < 0,05$.

Fonte: Autores, 2025.

Este comportamento decrescente pode ter ocorrido, em virtude das antocianinas serem compostos facilmente degradáveis, devido a presença de vários grupos hidroxila instáveis em sua estrutura (Xue *et al.*, 2023). Além disso, a ausência de acidulantes no extrato compromete sua estabilidade ao longo do tempo. Para melhorar a estabilidade das antocianinas, algumas estratégias podem ser adotadas, como a modificação estrutural por meio da adição de novos grupos funcionais, a co-pigmentação, que envolve a complexação das antocianinas com metais e a microencapsulação, que se destaca como a alternativa mais viável industrialmente, pela utilização de gelatina e goma arábica (Xue *et al.*, 2023). A combinação dessas estratégias com a extração por MHG, que é rápida, eficiente e livre de solventes, pode agregar valor à indústria alimentícia.

3.2 Análise do nível de sustentabilidade por SPMS do extrato de mirtilo

A análise por SPMS confirmou a sustentabilidade do método de extração por MHG de mirtilo, avaliando quatro categorias principais, conforme apresentado na Figura 2. Dentre as categorias que tiveram impacto positivo no diagrama, destacam-se as informações sobre o extratante e sobre o procedimento. No que se refere ao extratante, o método MHG se sobressai por utilizar a própria água presente na fruta como solvente, eliminando a necessidade de extratores adicionais. Além disso, por ser um extratante natural, a água não gera toxicidade ao meio ambiente



19 A 21 DE MAIO DE 2025 | BENTO GONÇALVES | RS

em resíduos adicionais, garantindo a nota máxima nesta categoria. Já no que diz respeito ao procedimento, o principal fator de destaque foi a simplicidade do processo. A extração foi realizada exclusivamente por micro-ondas, sem a necessidade de etapas adicionais, o que garantiu a pontuação máxima de 10 pontos, pois o método envolve menos de duas etapas.

Por outro lado, a categoria "quantidade de amostra" foi a que recebeu a menor pontuação na análise por SPMS. Isso ocorre porque o método requer 100 g de amostra para a extração, o que compromete sua sustentabilidade, uma vez que a redução da quantidade de amostra é fundamental para minimizar a geração de resíduos pós-extração. No entanto, essa limitação decorre das características do próprio equipamento, já que volumes menores de amostra não garantem um bom rendimento de extração (Moraes *et al.*, 2022). Ainda assim, vale ressaltar que, embora o processo gere aproximadamente 50 g de resíduo sólido, esse material pode ser reaproveitado, seja como produto pré-seco ou incorporado na indústria alimentícia.

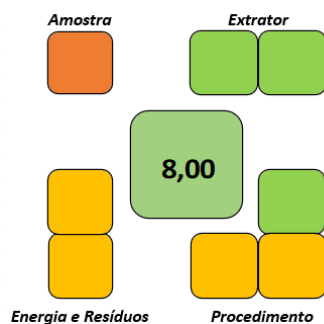
Figura 2 – Parâmetros e critérios avaliados para pontuação da SPMS.

Categoria	Parâmetro métrico	Valores dos parâmetros e pontuações numéricas atribuídas			
Informação da amostra	Quantia de amostra (mL ou g)	$x \leq 10$	$10 < x \leq 50$	$50 < x \leq 100$	$x > 100$
	Peso máximo ~5%	5	3	2	1
Informação do extrator	Quantia de extrator (mL ou g)	$x \leq 0,1$	$0,1 < x \leq 0,5$	$0,5 < x \leq 1$	$x > 1$
	Pontuação (1 – 20)	20	12	6	2
Peso máximo ~42%	Natureza do extrator	Natural	Alternativa degradável	Alternativa persistente	Convencional persistente
	Pontuação (1 – 20)	20	12	6	2
Informação do procedimento	Número de etapas	$x \leq 2$	$2 < x \leq 4$	$4 < x \leq 6$	$x > 6$
	Pontuação (1 – 10)	10	6	3	1
Peso máximo ~32%	Tempo de extração (min)	$x \leq 5$	$5 < x \leq 15$	$15 < x \leq 60$	$x > 60$
	Pontuação (1 – 10)	10	6	3	1
	Etapas adicionais depois da extração	Nenhuma etapa adicional	Diluição	Evaporação	Derivatização
Consumo de energia e desperdício	Pontuação (1 – 10)	10	5	3	3
	Consumo de energia	Dispersão/ agitação	Agitação manual / Vórtex	Ultrassom / Bomba peristáltica	Agitação
Peso máximo ~21%	Pontuação (1 – 3)	3	3	2	1
	Separção	Sem centrifugação	Sem centrifugação	Centrifugação	
	Pontuação (1 – 2)	2	2	1	
	Temperatura	Temperatura ambiente	Temperatura ambiente	Micro-ondas	Aquecedora / Freezer
	Pontuação (1-5)	5	5	3	1
Total desperdiçado (mL ou g)	$x \leq 10$	$10 < x \leq 50$	$50 < x \leq 100$	$x > 100$	
	Pontuação (1 – 10)	10	6	3	1
Marca de reutilização	Reutilizável	Sim		Não	
	Pontuação	Marcação		Sem marcação	
Rendimento da amostra	Amostras tratadas de cada vez	Múltiplas amostras		Amostra simples	
	Pontuação	Marcação		Sem marcação	
Máximo total de pontuação		95			
Pontuação global (1 – 10)		$(\Sigma \text{pontuação}/95) \times 10$			

Fonte: Autores (2025), adaptado de González-Martín *et al.* 2023.

Ao fim, a análise por SPMS resultou em uma pontuação de 8,00 em 10,00 (Figura 3), indicando que o método de extração de mirtilo por MHG é sustentável e adequado tanto para uso em escala laboratorial quanto piloto. Destacando-se como uma alternativa promissora para indústrias que produzem extratos naturais de frutas.

Figura 3 – Diagrama de SPMS para o extrato de mirtilo obtido por MHG



Fonte: Autores (2025), adaptado de González-Martín *et al.* 2023.

4. CONCLUSÕES

Ao final deste estudo, constatou-se que, embora o extrato obtido por MHG seja considerado sustentável pelo método SPMS, houve uma redução na concentração de antocianinas, com períodos de estabilidade em intervalos de 15 dias e degradações graduais ao longo dos 90 dias. Esses resultados destacam a necessidade de aprimorar técnicas de estabilização do extrato, visando sua viabilidade para aplicações na indústria alimentícia.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos à CAPES pelo fornecimento de bolsas e ao CNPq pela bolsa Produtividade em Pesquisa e à FAPERGS (edital n.º 07/2021, processo n.º 21/2551-0002284-1 — Programa Pesquisador Gaúcho) pelo financiamento do desenvolvimento deste trabalho e ao grupo VegeTalBio.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

FARIAS, C. A. A., MORAES, D. P., NEUNFELDT, N. H., ZABOT, G. L., EMANUELLI, T., BARIN, J. S., BALLUS, C. A., BARCIA, M. T. Microwave hydrodiffusion and gravity model with a unique hydration strategy for exhaustive extraction of anthocyanins from strawberries and raspberries. **Food Chemistry**, v. 383, p. 132446, 2022.

GONZÁLEZ-MARTÍN, R., GUTIÉRREZ-SERPA, A., PINO, V., SAJID, M. A tool to assess analytical sample preparation procedures: sample preparation metric of sustainability. **Journal of Chromatography A**, v. 1707, p. 464291, 2023.

MORAES, D. P., FARIAS, C. A. A., BARIN, J. S., BALLUS, C. A., BARCIA, M. T. Application of microwave hydrodiffusion and gravity for phenolic compounds extraction from fruits. **Food and Bioprocess Technology**, v. 15, n. 9, p. 1936-1947, 2022.

PERTUZATTI, P. B., BARCIA, M. T., RODRIGUES, DA CRUZ, P. N., HERMOSÍN-GUTIÉRREZ, I., SMITH, R., GODOY, H. T. Antioxidant activity of hydrophilic and lipophilic extracts of Brazilian blueberries. **Food chemistry**, v. 164, p. 81-88, 2014.

XUE, H., ZHAO, J., WANG, Y., SHI, Z., XIE, K., LIAO, X., TAN, J. Factors affecting the stability of anthocyanins and strategies for improving their stability: A review. **Food Chemistry: X**, p. 101883, 2024.