



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS

MICHELE UTPOTT

**AVALIAÇÃO DE TECNOLOGIAS DE PROCESSAMENTO TÉRMICO
NA QUALIDADE DE SUCOS DE FRUTAS UTILIZANDO FERRAMENTAS DE
METABOLÔMICA**

Porto Alegre

2024

Michele Utpott

Avaliação de tecnologias de processamento térmico na qualidade de sucos de frutas utilizando ferramentas de metabolômica

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos como requisito parcial para obtenção do título de Doutora.

Orientador (a): Prof. Dra. Simone Hickmann Flôres

Orientador (a): Prof. Dra. Giovana Domeneghini Mercali

Co-orientador (a): Prof. Dr. Alessandro de Oliveira Rios

Colaboração: Prof. Dr. Eliseu Rodrigues

Porto Alegre, Agosto de 2024.

CIP - Catalogação na Publicação

Utpott, Michele
Avaliação de tecnologias de processamento térmico
na qualidade de sucos de frutas utilizando ferramentas
de metabolômica / Michele Utpott. -- 2024.
171 f.
Orientadoras: Simone Hickmann Flôres, Giovana
Domeneghini Mercali.

Coorientador: Alessandro de Oliveira Rios.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio
Grande do Sul, Instituto de Ciência e Tecnologia de
Alimentos, Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Tecnologia de Alimentos, Porto Alegre, BR-RS, 2024.

1. tratamento térmico. 2. suco de frutas. 3.
análise metabolômica. I. Flôres, Simone Hickmann,
orient. II. Mercali, Giovana Domeneghini, orient.
III. Rios, Alessandro de Oliveira, coorient. IV.
Titulo.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os
dados fornecidos pelo(a) autor(a).

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família por todo o apoio nas minhas longas caminhadas de qualificação e por entender os meus motivos de ausência quando foi necessário. Em especial ao meu marido Gustavo, por estar sempre ao meu lado, me apoiar e aguentar os momentos de desespero e estresse durante esse período. Também à minha mãe Flávia, que desde sempre me incentivou a estudar, ao meu pai Eurico por acompanhar e estar presente em mais essa conquista, e à minha irmã Jaqueline por me ouvir e sempre torcer por mim.

Aos meus orientadores, Simone, Giovana, Alessandro e Eliseu, excelente time de profissionais e também colegas que me acompanharam nesses mais de 4 anos, agradeço por toda a paciência, disponibilidade e acolhimento sempre que foi preciso, por todo o aprendizado e contribuição nesse trabalho assim como na minha vida profissional.

A todos os colegas técnicos e professores do ICTA, em especial a Ana, Luana, Andressa, Diogo, Tiago, Tamirez, Márcia, Bruna, Patrícia, Roberta e Manfroi, que também contribuíram de alguma forma nessa caminhada, seja durante aulas ou análises, seja nos desabafos e conversas descontraídas. Ao saudoso Rodrigo, que nos deixou de forma tão repentina, por toda a sua contribuição e disposição. Também aos colegas de laboratório e amigos que fiz durante esse período, agradeço pela parceria e bons momentos de festas e descontrações.

Aos alunos da engenharia de alimentos, Anderson, Bárbara, Eduardo, Fabiane e Isabela, que foram essenciais na realização desse trabalho, obrigada por aceitarem os desafios propostos e por toda a ajuda nos experimentos.

Às empresas Carpe Vita Sucos e Pitaya do Brasil pelo fornecimento dos insumos para este trabalho.

À UFRGS, à qual devo toda a minha formação superior, agradeço pela infraestrutura, corpo técnico disponível, e por nos permitir conciliar trabalho e estudo. É um orgulho e uma enorme honra pertencer a esta instituição, poder contribuir como servidora técnica na formação de muitos alunos de graduação e pós, e trabalhar com uma equipe tão qualificada na entrega de mão-de-obra de alta qualidade para a sociedade.

RESUMO

A crescente demanda do consumidor por produtos diferenciados e processados de forma mínima incentiva a indústria a desenvolver novas opções de produtos que sejam de fácil consumo, alto valor nutricional e com aceitação sensorial. Os sucos de frutas se destacam por reterem boa parte das propriedades das matérias-primas, contudo necessitam de processos de conservação para aumentar a sua vida útil. O tratamento térmico é o método mais aplicado, porém pode alterar as características sensoriais e nutricionais das matérias-primas originais, sendo necessária a otimização dos processos aplicados. Uma outra alternativa é o uso de novas tecnologias, como aquecimento ôhmico, que permite tratar o alimento com garantia de sua estabilidade microbiológica e com preservação da qualidade nutricional e sensorial. Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar os efeitos da aplicação de diferentes tecnologias de processamento térmico, como aquecimento convencional e aquecimento ôhmico, na qualidade de suco de pitaya e suco misto de maçã, laranja, couve, limão e especiarias. Inicialmente, foi realizada uma revisão sistemática sobre as principais aplicações da análise metabolômica no processamento de alimentos através da busca de artigos em diferentes bases de dados científicos, o que demonstrou essa ferramenta como um excelente método para investigar o impacto da aplicação de diferentes técnicas de conservação e para aperfeiçoar os processos utilizados pelas indústrias. Além disso, a estabilidade das betalaínas presentes no suco de pitaya foi estudada nos tratamentos ôhmico e convencional através da quantificação dos pigmentos por CLAE e análise de cor. No geral, os pigmentos apresentaram estabilidade nas temperaturas utilizadas no tratamento convencional, enquanto no aquecimento ôhmico a degradação foi significativa, principalmente na temperatura mais alta de 90°C (comparados com 70 e 80°C) provavelmente devido a reações eletroquímicas. No suco de pitaya foram identificadas apenas betacianinas (betanina e isobetanina), o que impediu a utilização da abordagem metabolômica não direcionada. Num segundo estudo, a análise metabolômica direcionada foi aplicada para avaliar os efeitos de dois tipos de pasteurização: temperatura alta e tempo curto (do inglês *high-temperature short time* - HTST); e temperatura moderada e tempo longo (do inglês *mild temperature-long time* - MTLT) em suco misto composto, em ordem decrescente de quantidade, de maçã, laranja, maçãs de couve, limão, ora-pro-nóbis, zebraína, manjerição, folhas de Stevia, gengibre e canela em pó. O suco foi caracterizado através de análises físico-químicas (determinação de umidade, pH, sólidos solúveis, acidez e açúcares), químicas (análise de metabólitos), físicas (análise de cor e comportamento reológico) e sensorial (teste de aceitação). Foram constatadas principalmente alterações no perfil de compostos químicos e antioxidantes presentes no suco, com destaque para um aumento significativo na concentração de alguns compostos fenólicos e carotenoides principalmente após o tratamento HTST. Além disso, ocorreu degradação de clorofilas com a consequente formação de feofitinas, acarretando em perdas da intensidade da cor verde após a aplicação dos tratamentos térmicos, o que influenciou na aceitação da cor do produto pelos consumidores. No geral, o tratamento HTST se mostrou a melhor alternativa para a conservação do suco, com o aumento da bioacessibilidade de compostos bioativos, como catequina, hesperidina, β -caroteno, luteína, e retenção da maioria das propriedades originais, como umidade, pH, acidez, e viscosidade do suco *in natura*. Dessa forma, a análise de metabólitos destacou-se como uma excelente técnica para avaliar e determinar o processo mais adequado para cada tipo de alimento, visando a garantia da sua qualidade e conservação por mais tempo.

ABSTRACT

Consumers demand for differentiated and minimally processed products encourages food industry to develop new products that are of easy consumption, have high nutritional value, and are sensorially acceptable. Fruit juices, in particular, have been highlighted for retaining a significant portion of the raw material properties; however, they require preservation methods to extend their shelf life. Heat treatment is the most applied method, though it often changes sensorial and nutritional characteristics of the original product. As a result, optimizing processes to reduce and/or avoid these changes is critical. Alternatively, the new technologies, such as ohmic heating, can be applied, offering the benefit of microbiological stability while preserving nutritional and sensorial quality attributes. In this context, the present work aims to evaluate the effects of applying different thermal processing technologies, as conventional heating and ohmic heating, on the quality of pitaya juice and a mixed juice made from apple, orange, kale, lemon, and spices. A systematic review was carried out on the main applications of metabolomic analysis in food processing by searching for articles in different scientific databases. The review highlighted metabolomics as an excellent method to investigate the impact of preservation techniques and to improve the processes used by industries. Furthermore, the stability of betalains in pitaya juice was studied under ohmic and conventional heating treatments, with pigments quantification by HPLC and color analysis. Overall, they remained stable at the temperatures used in conventional heating, while significant degradation occurred during ohmic heating, mainly at the highest temperature of 90°C (compared to 70 and 80°C), probably due to electrochemical reactions. Only betacyanins (betanin and isobetanin) were identified in pitaya juice, limiting the application of the untargeted metabolomics. In the second study, targeted metabolomic analysis was applied to evaluate the effects of two types of pasteurization methods: high temperature-short time (HTST) and mild temperature-shot time (MTST) in a mixed juice composed, in decreasing order of quantity, of apple, orange, kale, lemon, ora-pro-nobis, zebrina, basil, leaves of Stevia, ginger, and cinnamon powder. The juice was characterized through physical-chemical analyses (determination of moisture, pH, soluble solids, acidity, and sugars), chemical (metabolite analysis), physical (color analysis and rheological properties) and sensorial analysis (acceptance test). Changes were mostly observed in the profile of chemical and antioxidants compounds present in the juice, with emphasis on a significant increase in the concentration of some phenolic compounds and carotenoids, particularly after the HTST treatment. Furthermore, chlorophyll degradation occurred with the consequent formation of pheophytins, resulting in loss of green color intensity after the application of heat treatments, which influenced the products color acceptance by consumers. Overall, the HTST treatment proved to be the best alternative for juice preservation, with increased bioaccessibility of bioactive compounds, such as catechin, hesperidin, β -carotene, lutein, and retention of most original properties of fresh juice, as moisture, pH, acidity, and viscosity. Therefore, metabolomic analysis stood out as an excellent technique for evaluating and determining the most appropriate process for each type of food, aiming to guarantee its quality and preservation.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura geral do ácido betalâmico(a), betacianinas (b) e betaxantinas (c). Betanina: $R_1 = R_2 = H$. $R_3 =$ amina ou grupo aminoácido (Azeredo, 2009).....	21
Figura 2. Produção de suco natural de fruta usando processos convencionais. Adaptado de Vatai, 2010.	27
Figura 3. Configurações genéricas de equipamentos de aquecimento ôhmico. .	35
Figura 4. Sistema de aquecimento ôhmico utilizado para processamento das amostras de suco de pitaya.	77
Figura 5. Diagram of the ohmic heating system.....	83
Figura 6. Pitaya juice temperature profile under ohmic (OH) and conventional (CH) heating.	84
Figura 7. HPLC Chromatogram showing separation of betacyanins from red pitaya juice.....	86
Figura 8. Betacyanins concentration (normalized) over time for different temperatures and treatments (by HPLC-DAD).	87
Figura 9. Photography of pitaya juice during (a) conventional heating and (b) ohmic heating at the same temperature.	90
Figura 10. Degradation reaction of betanin in the presence of two electrons and one photon in contact with TiO_2 . Adapted from Knorr et al. (2014).	91
Figura 11. Color parameters (normalized) for treated juices at 30 and 60 min of treatment at 70, 80 and 90°C.	93
Figura 12. Trocador tubular HTST/UHT Armfield utilizado na condução dos experimentos.....	99
Figura 13. Principal component analysis score (A) and loadings plot (B) for the metabolites and physicochemical, antioxidant and sensorial parameters for fresh and treated mixed juices.	117
Figura 14 Heatmap of annotated metabolite showing changes in their concentration due to thermal treatment.	118
Figura 15. Images of control (C, fresh sample) and treated samples (MTST, 76°C/19s; and HTST, 95°C/8s).	125

Figura 16. Flow curves of fresh (C) and pasteurized mixed juices (76°C for 19 s and 95°C for 8 s)..... 126

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Metabolomics applications in food processing.....	51
Tabela 2. Retention of betacyanins (%) for ohmic and conventional heating at 30 and 60 min of treatment.....	88
Tabela 3. Color parameters of pitaya juices treated via conventional (CH) and ohmic heating (OH).....	94
Tabela 4. Valores <i>D</i> e <i>Z</i> e Redução <i>5D</i> para microrganismos indicadores em suco misto.....	99
Tabela 5. Annotated phenolic compounds and organic acids in the blended juice using HPLC-DAD-ESI-MS analysis.....	113
Tabela 6. Annotated carotenoids and chlorophylls in the blended juice using HPLC-DAD-APCI-MS ² analysis.....	115
Tabela 7. Changes (percentage) in concentration of bioactive compounds in treated juices compared to fresh juice.....	119
Tabela 8. Results of antioxidant properties of the blended juices by ABTS and ORAC methods.....	121
Tabela 9. Effects of thermal treatments on physicochemical properties of the blended juice.....	122
Tabela 10. Color parameters of the blended juices.....	123
Tabela 11. Parameters resulting from fitting the experimental data to the the Herschel-Bulkley model.....	126
Tabela 12. Results of the sensory evaluation of blended juices.....	126

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	13
2. OBJETIVOS.....	16
2.1 Objetivo geral.....	16
2.2 Objetivos específicos	16
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	17
3.1 Sucos de frutas	17
3.1.1 Suco de pitaya	19
3.1.2 Suco misto.....	23
3.2 Processamentos de sucos	26
3.2.1 Prensagem	27
3.2.2 Tratamentos térmicos convencionais	28
3.3 Tecnologias emergentes para o processamento de alimentos.....	32
3.3.1 Aquecimento ôhmico	34
3.4 Efeitos dos processamentos nos compostos bioativos	37
3.5 Análise metabolômica.....	41
4. METABOLÔMICA: UMA TÉCNICA ANALÍTICA PARA AVALIAÇÃO DO PROCESSAMENTO DE ALIMENTOS	45
4.1 Materiais e métodos	45
4.2 Artigo de revisão.....	45
4.2.1 Introduction.....	46
4.2.2 Methodology	49
4.2.3 Metabolomics in food processing	49
4.2.3 Challenges and future perspectives.....	67
4.2.4 Conclusions.....	68
4.2.5. References.....	68
5. IMPACTO DO AQUECIMENTO ÔHMICO E DO AQUECIMENTO CONVENCIONAL NA ESTABILIDADE DA BETALAÍNA E NA COR DO SUCO DE PITAYA VERMELHO-ROXO	76
5.1 Material e métodos.....	76
5.1.1 Material	76

5.1.2	Extração do suco de pitaya	76
5.1.3	Tratamento térmico via aquecimento ôhmico.....	77
5.1.4	Determinação das betacianinas por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência	78
5.1.5	Análise de cor	78
5.1.6	Análise estatística.....	79
5.2	Artigo experimental	79
5.2.1.	Introduction.....	80
5.2.2.	Materials and methods	82
5.2.3.	Results and discussion	85
5.2.4.	Conclusions.....	95
5.2.5	References.....	95
6.	IMPACTO DA PASTEURIZAÇÃO HTST E MTST NO PERFIL DE METABÓLITOS, NOS ATRIBUTOS SENSORIAIS E NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E REOLÓGICAS DE UM SUCO PREMIUM MISTO.....	98
6.1	Material e métodos.....	98
6.1.1	Material	98
6.1.2	Tratamento térmico convencional.....	98
6.1.3	Caracterização dos sucos	99
6.1.4	Análise metabolômica direcionada por HPLC-MS/MS	101
6.1.5	Análise sensorial	103
6.1.6	Análise estatística.....	104
6.2	Artigo experimental	104
1.	Introduction	105
2.	Materials and methods.....	107
2.1	Materials	107
2.1.1	Samples	107
2.1.2	Chemicals.....	107
2.2	Thermal treatments	107
2.3	Targeted metabolomic analysis by HPLC-DAD-MS/MS	108
2.3.1	Sample preparation and data acquisition	108
2.3.2	Data analysis and annotation	109
2.4	Sample characterization	110
2.4.1	Physicochemical analysis.....	110
2.4.2	In vitro antioxidant capacity	110
2.4.3	Rheological characterization.....	111

2.4.4 Sensory analysis.....	111
2.4.5 Statistical analysis.....	112
3. Results and discussion.....	112
3.1 Metabolite profile.....	112
3.2 Effect of pasteurization on bioactive compounds and antioxidant properties	116
3.3 Effect of pasteurization on physicochemical properties	122
3.4 Effect of pasteurization on rheological properties	125
3.6 Effect of pasteurization on sensory attributes.....	127
4. Conclusions	128
7. DISCUSSÃO GERAL.....	135
8. CONSIDERAÇÕES FINAIS	138
9. PERSPECTIVAS	139
10. REFERÊNCIAS	140
ANEXO I.....	166
ANEXO II	167
ANEXO III.....	169
ANEXO IV	170
ANEXO V	172

1. INTRODUÇÃO

A busca do consumidor por produtos diferenciados e processados de forma mínima incentiva a indústria de alimentos a buscar fontes alternativas de matérias-primas vegetais e novas formas de processamento. Dentro desse segmento, as bebidas à base de frutas vêm se destacando por serem fontes de compostos bioativos, fáceis de serem consumidas e por seus aspectos sensoriais atrativos.

A pitaya de polpa vermelha é uma fruta de cactos que vem chamando a atenção dos produtores e consumidores pela sua fácil adaptação e cultivo, além das características atrativas como sabor, valor nutricional e cor intensa. Dessa forma, está sendo utilizada como ingrediente na produção de geleias, sorvetes, sobremesas e sucos integrais. Outros tipos de sucos como os mistos vêm recebendo atenção do consumidor por conterem uma mistura de frutas e vegetais e, conseqüentemente, serem fontes de diferentes compostos bioativos como vitaminas e antioxidantes.

Os sucos de frutas, entretanto, são produtos perecíveis devido à sua composição e ao seu elevado teor de umidade. Para garantir sua conservação e aumentar a vida útil, técnicas de processamento devem ser aplicadas. Dentre elas, o tratamento térmico é o processo mais aplicado, pois é capaz de inativar microrganismos e enzimas deteriorantes de forma eficiente e a baixo custo. No entanto, a aplicação de tratamentos térmicos enfrenta alguns desafios, como a manutenção das características sensoriais e nutricionais das matérias-primas originais. A definição das melhores condições de processamento que garantam a segurança microbiológica e a qualidade do produto se faz de extrema importância. Para produtos de elevada acidez, como os sucos de frutas, a pasteurização é o tratamento térmico mais recomendado, pois pode utilizar temperaturas mais amenas e curtos períodos de tempo, amenizando os efeitos indesejáveis do calor.

Aliado a isso, tecnologias mais econômicas e sustentáveis têm sido estudadas e otimizadas para aplicação em escala industrial, visando maior eficiência energética e menor impacto ao meio ambiente. As denominadas tecnologias emergentes, que se encontram em fase de estudo ou em fase inicial de uso em escala industrial, surgem como alternativas aos métodos tradicionais de processamento térmico de alimentos e apresentam diversas vantagens, como redução de tempos/temperaturas de processo, maior uniformidade de processamento, maior retenção de compostos benéficos à saúde e melhor uso dos recursos não renováveis. Dentre elas, o aquecimento ôhmico tem despertado interesse em diversos países, incluindo o Brasil. Essa tecnologia consiste na

passagem de corrente elétrica alternada através de um alimento com a finalidade principal de aquecimento através da geração interna de energia; representa um método simples, de geração volumétrica de calor, sendo, portanto, homogêneo e muito rápido.

Essas tecnologias podem ser aplicadas em uma ampla gama de matérias-primas a fim de aumentar a qualidade de alimentos disponíveis. Os sucos de fruta, por exemplo, podem ser processados por tecnologias térmicas, como o aquecimento convencional e o aquecimento ôhmico, por tecnologias não térmicas, como a alta pressão e o campo elétrico pulsado, ou por uma combinação de tecnologias térmicas e não térmicas, como a termossonicação. Cada tecnologia possui mecanismos físicos e químicos próprios para promover a conservação de alimentos e pode induzir diferentes reações na matriz alimentar, degradando, formando ou retendo diferentes compostos químicos. Entender essas modificações é fundamental para se estabelecer relações de processo-estrutura-composição e para escolher processos mais vantajosos à produção de sucos com elevada qualidade nutricional e sensorial.

Por sua vez, a análise metabolômica é uma ferramenta que possibilita avaliar os alimentos de forma integrada através da análise de metabólitos primários e secundários, substâncias biologicamente ativas das plantas. A análise desses compostos e suas implicações na saúde humana é de grande relevância, assim como suas interações e as transformações ocasionadas pelo processamento. A principal metodologia utilizada para esse tipo de análise é a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência ou Gasosa Acoplada a Espectrometria de Massas, que permite separar, identificar e quantificar os diversos metabólicos presentes nas células vegetais.

Estudos capazes de avaliar de forma integrada as alterações químicas ao utilizar diferentes tecnologias de processamento de alimentos são essenciais para a produção de alimentos com elevada qualidade nutricional e sensorial. Nesse contexto, o estudo do impacto da aplicação de tecnologias convencionais e emergentes no processamento de sucos de frutas e seus efeitos nos principais metabólitos é de extrema relevância para agregar valor aos produtos e fomentar o uso dessas técnicas pelas indústrias brasileiras. Pretende-se averiguar, assim, se os processos de pasteurização convencional e de aquecimento ôhmico impactam em maior ou menor grau os metabólitos presentes em sucos de frutas e se podem ser considerados como alternativas para a conservação desses produtos.

O presente documento está estruturado da forma descrita a seguir. O Capítulo 2 descreve os objetivos gerais e específicos do estudo. O Capítulo 3 apresenta uma

revisão sobre os principais aspectos relacionados à produção de sucos de frutas, mais especificamente suco de pitaya e sucos mistos, além de abordar aspectos sobre o processamento térmico de alimentos e seus efeitos nos compostos bioativos. Esse capítulo descreve também alguns aspectos teóricos sobre a metodologia de análise metabolômica direcionada que foi utilizada nesse trabalho. O Capítulo 4 descreve a metodologia utilizada para a escrita de um artigo de revisão e apresenta o artigo já publicado na revista *Food Chemistry*, sobre a aplicação da análise metabolômica no processamento de alimentos. O Capítulo 5 apresenta um estudo sobre a aplicação do aquecimento ôhmico em suco de pitaya. O Capítulo 6 apresenta um estudo sobre a avaliação dos efeitos de dois tipos de pasteurização em um suco misto. O Capítulo 7 apresenta uma discussão geral sobre os resultados obtidos, o Capítulo 8 apresenta a conclusão final da tese e o Capítulo 9 contém as perspectivas futuras do trabalho. Além disso, os resultados de um estudo preliminar apresentado na forma de resumo estão descritos no Anexo IV.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Este trabalho teve como objetivo avaliar os efeitos da aplicação de tecnologias de tratamento térmico na qualidade química e sensorial de suco de pitaya e suco misto de maçã, couve, laranja, limão e especiarias.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos do presente trabalho foram:

- realizar uma revisão sistemática sobre as principais aplicações da análise metabolômica como uma técnica para avaliar os efeitos dos processamentos nos alimentos;
- avaliar os efeitos não térmicos da aplicação do aquecimento ôhmico na estabilidade das betalaínas do suco de pitaya em comparação a tecnologia convencional;
- avaliar os efeitos de dois tipos de pasteurização (MTST e HTST) no perfil de compostos químicos, nas propriedades físico-químicas e características sensoriais de um suco misto;
- sugerir dentre os métodos de conservação estudados qual o processo mais indicado para cada suco a partir dos resultados obtidos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Esse capítulo apresenta inicialmente uma abordagem inicial sobre sucos de frutas, com ênfase em suco de pitaya e sucos mistos, além de aspectos relacionados à produção dos sucos e tecnologias tradicionais, como os tratamentos térmicos, e emergentes, como o aquecimento ôhmico, utilizadas para sua conservação. Logo após, são relatados os efeitos da aplicação dos principais processamentos nos compostos bioativos dos alimentos. Por fim, a análise metabolômica é descrita como uma técnica utilizada para avaliação dos efeitos dos processos.

3.1 Sucos de frutas

Em uma dieta saudável o consumo regular de sucos de frutas é recomendado, pois eles retêm os principais compostos bioativos das frutas inteiras. Essa recomendação tem levado a um crescente aumento no consumo desse produto nos últimos anos, incentivando a indústria de bebidas a desenvolver opções diferenciadas e nutritivas para o consumidor (Caswell, 2009; Khaksar; Assatarakul; Sirikantaramas, 2019). A indústria de sucos de frutas é um mercado ascendente dentro do segmento de bebidas devido à demanda emergente do público por uma dieta equilibrada e por uma preferência em reduzir o consumo de bebidas tradicionais a base de cafeína como café, chá, ou refrigerantes com açúcar (Lyu *et al.*, 2022; Maoto; Jideani, 2024).

A legislação brasileira define suco como sendo “a bebida não fermentada, não concentrada, ressalvados os casos especificados, e não diluída, destinada ao consumo, obtida da fruta madura e sã, ou parte do vegetal de origem, por processamento tecnológico adequado, submetida a tratamento que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo” (BRASIL, 2009). Num sentido mais amplo, pode ser definido como um extrato líquido de células ou tecidos vegetais obtido por prensagem mecânica de frutas maduras sem uso de calor ou solvente (Rajauria; Tiwari, 2018). O suco de frutas deve possuir características organolépticas próprias de suas matérias-primas de origem e pode conter como ingredientes opcionais açúcares, gás carbônico, partes comestíveis da fruta ou vegetal de sua origem, vitaminas, fibras ou outros nutrientes permitidos, sal e especiarias (IN 49/ 2028).

Dependendo do processo a que é submetido, o suco pode ser classificado como concentrado, desidratado ou reconstituído. A designação integral só pode ser usada para

o produto sem adição de açúcares e na concentração original da fruta (Ferrarezi; Santos; Monteiro, 2010). Já o suco misto é o “produto obtido pela mistura de frutas, combinação de fruta e vegetal, combinação das partes comestíveis de vegetais ou mistura de suco de fruta e vegetal, sendo a denominação constituída da expressão suco misto, seguida da relação de frutas ou vegetais utilizados, em ordem decrescente das quantidades presentes na mistura” (BRASIL, 2009). Ainda, sucos de frutas podem ser turvos, com coloides e fibras (como os sucos cítricos), ou filtrados, isto é, clarificados até se tornarem transparentes (como os sucos de uva ou maçã) (Vatai, 2010).

O processamento de polpas e sucos de frutas já é considerado uma importante atividade agroindustrial, a qual agrega valor econômico à matéria-prima e minimiza perdas que podem ocorrer na comercialização do produto *in natura*, além de ser uma alternativa de uso para a fruta (Curi *et al.*, 2017). No Brasil, a produção e comercialização de sucos de frutas está em crescente aumento, sendo que no ano de 2010 foram consumidos 550 milhões de litros de sucos dos mais diversos sabores. Entre as frutas mais utilizadas está a laranja, responsável por uma produção de 68 milhões de toneladas de suco por ano. Já o Rio Grande do Sul se destaca pelo processamento de sucos integrais de uva e de maçã (Storck *et al.*, 2015).

Produtores de sucos atualmente se mostram focados na introdução de diferentes variedades e sabores de sucos, sucos mistos e embalagens inovadoras com alegações nutricionais e de saúde detalhadas. O desenvolvimento de sucos a partir de misturas de frutas e vegetais é uma alternativa para a indústria de bebidas na obtenção bebidas únicas, com novos sabores, cores e melhores consistências, e com aprimoramento de valor nutricional (Curi *et al.*, 2017). Esses novos tipos de sucos se destacam por terem propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias, antimicrobianas e anticancerígenas, sendo assim benéficos a saúde humana, e são muito populares entre os públicos jovem e idoso (Maoto; Jideani, 2024; Rajauria; Tiwari, 2018).

Por ser um produto perecível, um dos grandes desafios da indústria de sucos é a preservação da sua qualidade microbiológica, nutricional e organoléptica. As primeiras alternativas para a conservação dos sucos, quando não consumidos frescos, eram o armazenamento em temperatura de refrigeração ou congelamento. Posteriormente, a fermentação surgiu como outra opção; porém, foi após o desenvolvimento das técnicas de pasteurização que os sucos se tornaram bebidas populares. Em geral, a manutenção das propriedades originais da fruta no suco vai depender de como ele é produzido, processado e armazenado. Técnicas tradicionais, como pasteurização e concentração,

resultam em extensão de vida útil do produto, mas com perdas de atributos sensoriais e de nutrientes. O congelamento, por outro lado, representa uma técnica que permite a manutenção dos atributos nutricionais e sensoriais, porém é necessária a manutenção da cadeia do frio em todas as etapas de transporte e comercialização do produto, o que resulta em elevação de seu custo. Assim, há a necessidade de se estudar a otimização de processos que garantam a conservação e mantenham as propriedades nutricionais e sensoriais do sucos (Rajauria; Tiwari, 2018).

A tecnologia mais comumente utilizada na produção de sucos mistos é a denominada de prensagem a frio, a qual retém a maior parte dos nutrientes das matérias-primas, porém esse processo não garante a conservação do produto por muito tempo. Tratamentos térmicos convencionais têm sido os processos mais aplicados então para a extensão da vida útil das bebidas à base de frutas devido a sua boa eficácia e baixo custo. No entanto, esses processos causam alterações indesejáveis nas características sensoriais de cor e sabor nos produtos, além de muitas vezes modificar o seu valor nutricional (Koutchma *et al.*, 2016; Martins *et al.*, 2022). Assim, a busca por tecnologias que, aliadas à prensagem a frio, mantenham as características dos sucos mistos frescos e prolonguem a sua vida útil é do interesse das indústrias e do consumidor.

Neste trabalho, está sendo avaliada a aplicação de tecnologias de processamento em dois tipos de suco, um suco integral de pitaya e um suco misto à base de maçã e laranja, contendo outros vegetais, os quais são descritos a seguir.

3.1.1 Suco de pitaya

A pitaya, ou fruta do dragão, é uma fruta comestível de cactos pertencente ao gênero *Hylocereus*. Suas espécies são nativas do México e de países da América Central e do Sul, sendo cultivadas principalmente em regiões tropicais e subtropicais, se destacando por seu sabor e cor atrativos e sua alta tolerância ao clima seco (Arivalagan *et al.*, 2021; Hua *et al.*, 2018b; Utpott *et al.*, 2020a). No Brasil, seu cultivo iniciou no estado de São Paulo, e atualmente a região Sudeste é a maior produtora do país, onde a fruta se adaptou muito bem, com produção nos meses de dezembro a maio. Já nas regiões Norte e Nordeste há produção de frutas o ano inteiro (Nunes; Silva; Alves, 2014). O interesse pelo seu cultivo e comercialização tem aumentado por ser uma fruta ainda pouco explorada e por ter potencial para contribuir para a agricultura e

desenvolvimento de diversas regiões devido à sua alta tolerância ao clima seco e fácil adaptação a diferentes tipos de solos (Ortiz; Takahashi, 2015; Santos *et al.*, 2020).

Existem cinco principais espécies do gênero *Hylocereus* encontradas comercialmente, todas caracterizadas por hastes triangulares e escamas amplas e diferenciadas pelas cores de polpa e casca. *Hylocereus undatus* apresenta polpa branca e casca rosa, *Hylocereus polyrhizus* tem frutos de polpa vermelha e casca rosa, *Hylocereus costaricensis* se caracteriza por polpa vermelho-violeta e casca rosa, *Hylocereus guatemalensis* possui polpa vermelha com casca laranja-avermelhada e *Hylocereus megalantus* tem polpa branca e casca amarela. As frutas de polpa vermelha são valorizadas e merecem destaque. A polpa de todas as espécies é de sabor doce e contém sementes pretas comestíveis, além de ser rica em nutrientes como açúcares, proteínas, fibras e compostos bioativos (Arivalagan *et al.*, 2021).

A cor atrativa que destaca as pitayas de polpa vermelha é proveniente principalmente das betalaínas, compostos nitrogenados derivados do ácido betalâmico, os quais são solúveis em água e apresentam propriedades de saúde como antioxidantes, anti-inflamatórias e antitumorais, além de outras atividades biológicas. As betalaínas são classificadas, dependendo do íon conjugado ao ácido betalâmico em: betacianinas, que variam de tonalidade vermelha a violeta, e betaxantinas, que são amarelas (Figura 1) (Azeredo, 2009). As betacianinas presentes na polpa da pitaya vermelha são a betanina, filocactina e hilocerenina. Esses compostos são afetados pela presença de oxigênio e luz, por temperatura elevada, pHs acima de 6 e alto teor de umidade, que podem causar descoloração do pigmento (Hua *et al.*, 2018b; Quiroz-González *et al.*, 2018; Utpott *et al.*, 2020b; Wong; Siow, 2015; Wu *et al.*, 2006).

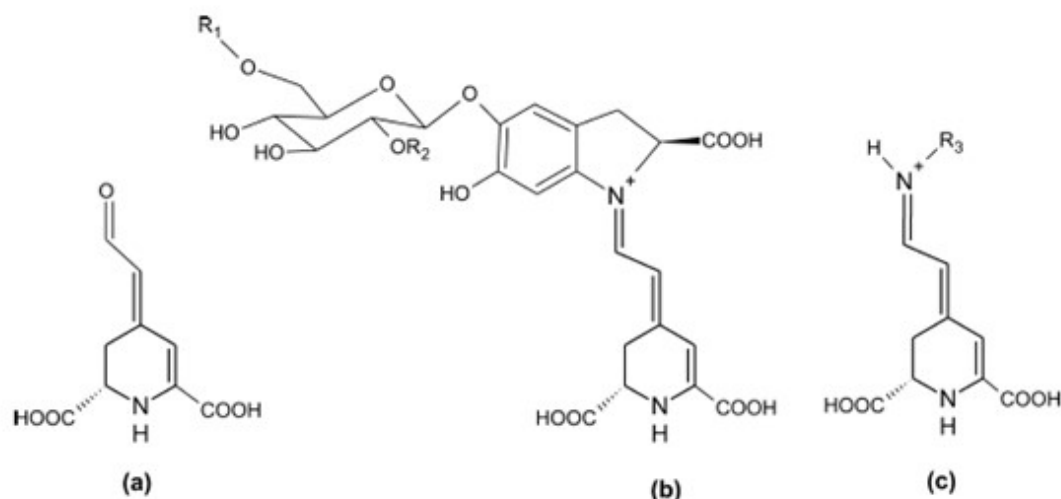


Figura 1. Estrutura geral do ácido betalâmico(a), betacianinas (b) e betaxantinas (c). Betanina: $R_1 = R_2 = H$. $R_3 =$ amina ou grupo aminoácido (Azeredo, 2009).

A pitaya é considerada uma fruta sazonal e de vida útil curta, com uma durabilidade estimada de 6 até 14 dias se armazenada sob refrigeração, o que reduz o seu período de comercialização (Quiroz-González *et al.*, 2018). Diversos produtos derivados de processamentos industriais podem surgir então como alternativas a fim de aumentar sua durabilidade e disponibilidade. Devido ao seu alto valor nutricional, a pitaya já tem sido utilizada na produção de bebidas, geleias e vinhos, destacando-se o suco obtido da polpa da fruta.

O suco da pitaya vermelha é um dos produtos mais valorizados já de amplo reconhecimento. Seu sabor suave e refrescante, além da cor vermelha intensa, são os principais atrativos desse produto. É composto de 85-90% de água, 8-13% de carboidratos, 0,4-1,5% de proteínas, 0,5-1,2% de cinzas, 0-2% de fibras, e não contém quantidades significativas de lipídeos. Por sua vez, o teor de vitamina C é em média de 3,1 mg/100g, e o de compostos fenólicos de 1,32 mg/100g, valores consideráveis e indicativos de uma boa capacidade antioxidante da bebida (Nur 'Aliaa; Siti Mazlina; Taip, 2009; Tan *et al.*, 2023; Zhu *et al.*, 2021). As betalainas, pigmentos responsáveis pela cor da fruta, representam um dos compostos bioativos mais importantes presentes no suco de pitaya e têm sido relacionadas a diversos benefícios de saúde (Usaga *et al.*, 2022).

A pequena vida útil do suco fresco de pitaya leva à necessidade de aplicação de algum tratamento para estender a sua conservação (Wong; Siow, 2015). Trabalhos preliminares indicaram que tratamentos térmicos ocasionam escurecimento e prejuízo

de sabor no produto. Sendo o sabor e a cor os principais parâmetros associados à qualidade de sucos de frutas, faz-se necessário a escolha de métodos adequados de processamento a fim de se manter sua qualidade e segurança (del Rosario García-Mateos *et al.*, 2019).

O processamento de suco de pitaya vermelha em escala piloto foi descrito pela primeira vez por Herbach *et al.* (2007). Os autores avaliaram a estabilidade da cor e a retenção de betalaínas no suco tratado por três diferentes sistemas de pasteurização e verificaram perdas de até 30% dos pigmentos nos processos contínuos. Siow e Wong (2017) avaliaram o efeito da concentração do suco de pitaya vermelha na sua estabilidade ao longo do armazenamento, na vida útil e na aceitação sensorial. Os resultados demonstraram que os produtos armazenados a 4°C se mostraram mais estáveis em relação à retenção de betalaínas e ao crescimento de bolores e leveduras quando comparados aos armazenados em temperatura ambiente (25°C), o que pode estar relacionado à regeneração das betacianinas em baixas temperaturas, já relatada em outros estudos. Em temperatura de refrigeração, o suco controle e o concentrado apresentaram valores de retenção de betalaínas semelhantes; por outro lado, em temperatura ambiente, a amostra concentrada reteve quase o dobro de betalaínas comparando-se ao suco controle. A maior estabilidade da betacianina nesse caso deve estar associada à menor atividade de água do concentrado em relação ao suco não concentrado. O crescimento de bolores e leveduras foi observado apenas no suco controle pasteurizado após 7 semanas de armazenamento a 25°C. Além disso, o suco concentrado reconstituído foi melhor avaliado sensorialmente em comparação ao fresco.

Pesquisas com o uso de tecnologias emergentes, como alta pressão, também vêm sendo realizadas nos últimos anos com o objetivo de inativar microrganismos patogênicos e diminuir as perdas organolépticas e nutricionais dos produtos tratados. No suco de pitaya, por exemplo, tratamentos a 550 e 600 MPa por 16 e 12 min, respectivamente, se mostraram eficientes para eliminar dois microrganismos avaliados (*Listeria innocua* e *Saccharomyces cerevisiae*), produzindo uma bebida segura e estável quando armazenada a 4°C durante 15 dias. Nesse caso, efeitos de cor e sabor não foram relatados (Quiroz-González *et al.*, 2018).

O efeito sinérgico da combinação de ozônio e alta pressão no mesmo produto também foi estudado e resultou em uma redução significativa da contagem bacteriana inoculada, mantendo o suco microbiologicamente seguro por 30 dias a 4°C. A levedura *Saccharomyces cerevisiae* se mostrou mais sensível à aplicação da alta pressão,

enquanto a bactéria *Listeria innocua* foi mais inativada com o uso de ozônio. No entanto, o tratamento utilizado reduziu em 33% o conteúdo total de betalaínas (del Rosario García-Mateos *et al.*, 2019).

Os dados mencionados demonstram que existe a necessidade de mais pesquisas que otimizem as condições dos processos convencionais ou inovadores a fim de se tentar obter um produto seguro e que apresente uma boa durabilidade e qualidade. Ainda, até o presente momento não foram encontrados na literatura estudos avaliando a aplicação de aquecimento ôhmico para conservação do suco de pitaya. Dessa forma, torna-se interessante o estudo dessa e de outras técnicas que possam ser aplicadas no suco extraído da polpa da pitaya vermelha, visando a sua conservação e a manutenção de suas características sensoriais e nutricionais, para obtenção de um produto atrativo, saboroso e benéfico à saúde.

3.1.2 Suco misto

O desenvolvimento de sucos a partir de um mix de frutas e hortaliças está surgindo nos últimos anos como tendência no setor de bebidas, resultando em sucos naturais exclusivos com novos sabores e características nutricionais atrativas aos consumidores, tornando-se uma nova classe de produtos denominada sucos *premium*. Esses produtos à base de misturas de frutas unem propriedades nutricionais de duas ou mais frutas e proporcionam características sensoriais agradáveis. Além disso, a combinação das matérias-primas pode contribuir ainda para a redução de custos de alguns produtos por utilizar desde ingredientes mais baratos a ingredientes de maior custo, suprimindo carências nutricionais (Curi *et al.*, 2017; Martins *et al.*, 2022).

Frutas como a maçã e o pêssego são grandes fontes de fibras dietéticas e de uma ampla variedade de compostos bioativos, assim são bastante utilizadas como ingredientes em sucos mistos (Wellala *et al.*, 2022). Sucos verdes, que contém vegetais folhosos verde-escuros como couve, nabo e espinafre, são reconhecidos pela sua ação antioxidante devido aos compostos bioativos presentes, como carotenoides, compostos fenólicos e vitamina C. Dessa forma, a combinação desses vegetais com frutas está sendo proposta pelos produtores visando promover a aceitação e consumo desses produtos de forma única (Mok *et al.*, 2021).

Esse estudo tem como proposta caracterizar e avaliar os efeitos de diferentes tratamentos em um suco misto a base de maçã, couve, laranja e limão, adicionado também de outros ingredientes, como gengibre, folhas de estévia, ora-pro-nobis, zebrina, manjerição e canela em pó.

A maçã e, conseqüentemente, o seu suco apresentam quantidades significativas de compostos fenólicos e vitamina C, sendo o consumo do suco associado à redução do risco de doenças como câncer, doenças cardiovasculares, obesidade e diabetes (Massini; Rico; Martin-Diana, 2018). Além do valor nutricional, sua ampla variedade de sabores torna essa fruta e seus derivados de amplo consumo em todo o mundo (Zhu *et al.*, 2022).

O suco de maçã fresco apresenta valores de pH e sólidos solúveis em torno de 4,1 e 12,4%, respectivamente, e conteúdo de fenólicos totais variando de 160 a 460 mg/L e de açúcares entre 100 e 140 g/kg, o que o torna um ingrediente interessante para conferir sabor doce. A fim de atender a requisitada demanda pelo produto, as indústrias aplicam tratamentos térmicos para prolongar a vida útil dos sucos de maçã, o que conduz a perdas de compostos sensíveis ao calor, como os fenólicos e vitamina C (Massini; Rico; Martin-Diana, 2018; Persic *et al.*, 2017; Wu *et al.*, 2022).

A couve vem se tornando um ingrediente popular em sucos por ser uma fonte de nutrientes essenciais. É um vegetal folhoso pertencente à família *Brassicaceae*, de fácil cultivo, estando disponível em qualquer época do ano. É uma ótima fonte de vitaminas (A, B₁, B₂, B₆, C, E, ácido fólico e niacina), ácidos graxos e minerais essenciais, além de conter boas quantidades de compostos fenólicos e carotenoides (Han *et al.*, 2015; Mok *et al.*, 2021; Pierscianowski *et al.*, 2021).

O consumo de suco de laranja também está associado a benefícios de saúde por ser uma excelente fonte de compostos antioxidantes, como vitamina C, carotenoides e flavonoides. Quando utilizado em diferentes aplicações tecnológicas, ele melhora características sensoriais, pois realça atributos de cor e sabor. Estudos já relatam que a aplicação de tratamentos térmicos como a pasteurização em suco de laranja causa redução significativa no conteúdo de carotenoides totais e de ácido ascórbico, já os flavonoides se mostram mais estáveis ao processamento (Martins *et al.*, 2021; Velázquez-Estrada *et al.*, 2013). Os parâmetros físico-químicos normalmente não sofrem alterações após os processos, sendo o pH entre 3,5 e 4,4 e o teor de sólidos solúveis variando de 10 a 11,5% (Topalcengiz, 2019; Wahia *et al.*, 2020).

O suco de limão apresenta sabor, aroma e aceitação diferenciados, além de conter micronutrientes importantes, como os compostos fenólicos, e vitaminas, minerais, fibras e óleos essenciais (González-Molina *et al.*, 2010; Lyu *et al.*, 2022). Dessa forma, pode ser adicionado em matrizes alimentícias não somente pelo seu efeito sensorial, mas também por agir como um antioxidante natural. Apresenta um teor de sólidos solúveis entre 11 e 12%, e um pH bem ácido, em torno de 2,2. Alguns estudos já sugerem que os compostos antioxidantes presentes no suco de limão são instáveis em altas temperaturas, e que os efeitos de processamentos no suco devem ser bem avaliados (Carvalho *et al.*, 2021).

O gengibre é um produto agrícola popular utilizado como alimento, tempero, fitoterápico e aromatizante; é bastante conhecido por seu valor nutricional pois contém óleos essenciais, proteínas, aminoácidos e açúcares, e possui atividades biológicas antioxidantes, anti-inflamatórias e antimicrobianas (Yu *et al.*, 2022).

A folha da estévia, por sua vez, é uma importante fonte de compostos edulcorantes como os glicosídeos de esteviol, além de conter fitoquímicos como compostos fenólicos e carotenoides. Essas características a tornam um ingrediente interessante, sendo adicionado em produtos como adoçante de baixa caloria contendo compostos bioativos (Moongngarm *et al.*, 2022).

A ora-pro-nobis é uma planta ornamental muito utilizada como alimento em diversas regiões do Brasil, sendo uma matriz nutricionalmente rica por ser uma boa fonte de proteínas e com propriedades antioxidantes devido ao alto teor de compostos fenólicos presente, tornando o uso da sua folha relevante como ingrediente para a indústria (Torres *et al.*, 2022).

As folhas da zebrina são muito populares na América do Sul e usadas como fitoterápico para tratar diversas doenças desde o câncer até infecções microbianas; são adicionadas em produtos alimentícios por serem fontes promissoras de compostos bioativos como os compostos fenólicos (Tan; Kwan, 2020).

O manjeriço é uma erva aromática pertencente à família *Lamiaceae*, a qual tem um importante papel dentro da culinária de muitas culturas; é conhecido por seu alto conteúdo fenólico, usos medicinais associados, uso na produção de óleos essenciais, como ingrediente farmacêutico e aromatizante em produtos alimentícios (Ahn; Alford; Niemeyer, 2020; Bajomo *et al.*, 2022).

Por fim, a canela é obtida das árvores pertencentes ao gênero *Cinnamomum*, podendo ser adicionada aos alimentos na forma inteira, moída, ou como extrato ou óleo

obtidos da folha ou da casca. Vários estudos relatam as propriedades antimicrobianas, antioxidantes, anti-inflamatórias e antitumorais dessa especiaria, e seu conteúdo bioativo vem despertando grande interesse por parte da indústria e do consumidor (Ribeiro-Santos *et al.*, 2017).

A crescente demanda do consumo de sucos mistos *in natura* torna preocupante o aumento da probabilidade da ocorrência de surtos provocados por patógenos de origem alimentar, sendo estes atribuídos principalmente a mudanças na origem dos vegetais e métodos de processamento, como equipamentos de prensagem a frio e falta de pasteurização final (Neggazi *et al.*, 2024). Assim, a necessidade de algum tratamento para conservação desses novos tipos de bebidas a base de frutas e vegetais torna o estudo das condições e tipos de processamento de extrema relevância para a indústria, visando a obtenção de um produto final de boa qualidade nutricional e microbiológica.

3.2 Processamentos de sucos

O processamento de alimentos pode ser definido como a transformação química e/ou física de alimentos crus para gerar produtos que possam ser armazenados por períodos mais longos e ser facilmente preparados pelo consumidor. Os processos industriais também são aplicados com o objetivo de gerar produtos com diferentes sabores, cores e texturas, ou para melhorar suas propriedades nutricionais. Exemplos são o cozimento, moagem, pasteurização, secagem, fermentação, entre outros (Diez-Simon; Mumm; Hall, 2019; Kamiloglu; Van Camp; Capanoglu, 2018; Utpott *et al.*, 2022).

A produção de sucos tem como operação básica a extração do líquido através da separação das partes sólidas fibrosas da fruta. Essa separação varia conforme o tipo da matéria-prima: em alguns casos a fruta deve ser triturada, em outros é necessário remover alguma parte antes de cortar. As etapas presentes na maioria dos processos são: descascamento, extração do suco, clarificação por centrifugação ou filtração e tratamento térmico (Vatai, 2010). Após o tratamento térmico, o suco pode ainda ser concentrado, desidratado ou congelado. A Figura 2 apresenta um fluxograma típico de produção de sucos de frutas. As duas principais etapas envolvidas no processamento serão descritas a seguir.



Figura 2. Produção de suco natural de fruta usando processos convencionais. Adaptado de Vatai, 2010.

3.2.1 Prensagem

A separação da parte líquida das frutas pode ser realizada por prensagem mecânica, método bastante utilizado na indústria de bebidas. Esse processo requer a aplicação de forças externas para criar uma tensão no sistema e drenar o líquido. Nos processos em batelada, a fase sólida (bagaço) permanece no sistema de prensagem, enquanto a líquida (suco) é drenada através de uma peneira ou meio filtrante (Vatai, 2010). O parâmetro mais importante da prensagem é o rendimento do suco, que se refere ao percentual de líquido extraído em relação à quantidade de matéria-prima no início do processo. Esse rendimento é determinado conforme o tipo de dispositivo de prensagem e a qualidade e preparação da fruta (Hui; Barta, 2006).

Diferentes tipos de prensas podem ser usadas, mas todas envolvem a compressão das frutas em um maior ou menor grau. O tipo de equipamento utilizado depende das espécies frutíferas. Quando é possível remover as partes mais firmes da fruta previamente, a prensagem mecânica típica com alta pressão pode ser utilizada; já em frutas tipo baga, a prensagem pneumática suave é mais eficaz (Ashurst, 2016; Vatai, 2010).

Atualmente, pequenos produtores locais vendem sucos *premium*, conhecidos popularmente como sucos “prensados a frio”, que consiste no suco *in natura* (não pasteurizado). Esses sucos geralmente são compostos por uma mistura de frutas e vegetais e possuem elevado teor de compostos bioativos. Esses produtos diferem daqueles tratados por alta pressão, denominados “*cold pressed*”. Os sucos prensados a frio não passam por nenhum tipo de processo de conservação, e por isso possuem uma vida útil muito curta, devendo ser consumidos em alguns dias. Alguns produtores vendem o suco congelado para aumentar o prazo de validade. No entanto, para o crescimento desse segmento de mercado, é necessário otimizar o processo visando um maior rendimento de extração (após a prensagem) e principalmente a extensão da vida útil do produto (Koutchma *et al.*, 2016). Essas limitações são os desafios que a indústria de bebidas precisa superar.

3.2.2 Tratamentos térmicos convencionais

Os processos térmicos convencionais fazem uso de temperaturas moderadas a altas e dependem da transferência de calor por condução e/ou convecção para o produto, sendo o calor gerado pela combustão de combustíveis fósseis ou aquecimento elétrico. O uso de trocadores de calor, como os trocadores tipo placa e tubular, são os métodos mais tradicionais e empregados pela indústria de alimentos, pois são processos com sistemas de controle e monitoramento eficientes, instalações com *design* inteligentes, que garantem a segurança microbiológica dos produtos aos quais são aplicados (Pereira, R.N.; Vicente, 2010; Rawson *et al.*, 2011).

A transferência lenta do calor é uma das principais desvantagens dos tratamentos térmicos convencionais pois pode acarretar perdas de qualidade sensorial e nutricional nos alimentos. Esses efeitos dependem principalmente das características do alimento e das temperaturas e tempos utilizados no tratamento. Assim, para manter um equilíbrio

entre segurança e qualidade da matéria-prima, é necessária a avaliação das melhores condições de processamento (Petruzzi *et al.*, 2017).

Os processamentos térmicos tiveram início com Appert em latas e garrafas, passando por Louis Pasteur, que inventou o processo de aquecimento em temperaturas amenas por curtos períodos de tempo para prolongar a vida útil de bebidas, até alcançarem técnicas mais modernas de esterilização. De acordo com a intensidade, podem ser classificados em pasteurização (abaixo de 100°C) e esterilização (acima de 100°C). Acima dessas temperaturas a maior parte dos microrganismos e enzimas é inativada (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a; van Boekel *et al.*, 2010).

As frutas e seus derivados, em sua grande maioria, são alimentos muito ácidos devido ao seu alto conteúdo de ácidos orgânicos. Nesses casos, a pasteurização é o tratamento recomendado, com o objetivo de evitar a deterioração durante a distribuição e armazenamento de produtos como os sucos. Microrganismos patogênicos e formadores de esporos não são capazes de crescer nesses alimentos devido aos seus baixos valores de pH (< 4,6), não sendo necessária então a aplicação de tratamentos mais drásticos (Silva *et al.*, 2014). Assim, essa técnica será apresentada de forma mais detalhada a seguir.

Pasteurização

A pasteurização foi definida pelo *National Advisory Committee on Microbiological Criteria for Foods* dos Estados Unidos como “qualquer processo, tratamento ou combinação dos mesmos que seja aplicado a alimentos para reduzir o(s) microrganismo(s) mais resistente(s) de importância para a saúde pública a um nível que não é susceptível de apresentar um risco para a saúde pública em condições normais de distribuição e armazenamento” (NATIONAL ADVISORY COMMITTEE ON MICROBIOLOGICAL CRITERIA FOR FOODS, 2006). É um processo físico tradicional de conservação de alimentos que utiliza temperaturas amenas (65-95°) e reduz o número de células vegetativas de microrganismos patogênicos e deteriorantes, estendendo a vida útil dos alimentos e permitindo a redução do uso de conservantes químicos (Silva *et al.*, 2014).

As principais vantagens desse método são a sua boa eficiência, baixo custo e maior retenção das propriedades originais da matéria-prima. O uso de temperaturas amenas em curtos intervalos de tempos favorece a manutenção de compostos nutricionais e características sensoriais nos produtos. No processo convencional, são

utilizados equipamentos denominados trocadores de calor, que aquecem o alimento por condução e/ou convecção. Essa técnica apresenta limitações, como perdas consideráveis de calor nas superfícies dos equipamentos e instalações, redução da eficiência da transferência de calor e tempos longos para transferência do calor suficiente para o centro térmico de alguns alimentos (principalmente alimentos particulados e viscosos). O uso de equipamentos mais modernos pode atenuar esses efeitos. Para uma melhor garantia da qualidade, a pasteurização pode ser usada também combinada com outras técnicas de conservação não térmicas, como armazenamento refrigerado, embalagem a vácuo ou com atmosfera modificada. Alimentos pasteurizados típicos já encontrados no mercado são alguns produtos lácteos (como leite, queijos e iogurtes), cervejas, sucos de frutas, produtos cárneos, molhos, entre outros (Pereira, R.N.; Vicente, 2010; Silva *et al.*, 2014).

A pasteurização de sucos de frutas normalmente se refere a tratamentos térmicos que estão entre 60 e 95°C para destruir microrganismos ou enzimas alvo. É baseada na redução 5-log dos microrganismos mais resistentes. A exposição a altas temperaturas pode ocasionar alterações na permeabilidade da membrana e mudanças de conformação de proteínas, eventualmente levando a morte celular. Sucos pouco ácidos (pH > 4,5) requerem tratamentos mais agressivos para alcançarem a vida útil desejável. A pasteurização é eficaz também na inativação de enzimas provenientes das frutas, como a polifenoxidase, lipoxigenase, peroxidase, e pectinametilesterase, cujas atividades resultam em mudanças indesejáveis em atributos sensoriais e valor nutricional dos produtos. Desta forma, a vida útil de sucos de frutas pasteurizados pode ser estendida por vários meses em temperaturas baixas ou ambiente (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a; Petruzzi *et al.*, 2017).

Dependendo das condições do tratamento aplicado, podem ocorrer alterações em atributos de qualidade do produto, como perdas de cor, propriedades físico-químicas, compostos de sabor e aroma ou antioxidantes, reduzindo efeitos benéficos de saúde. Em contrapartida, a pasteurização pode afetar positivamente alguns compostos bioativos, aprimorando o conteúdo de fenólicos, por exemplo, e também aumentar o teor de compostos aromáticos de alguns sucos (Petruzzi *et al.*, 2017). Assim, visando a obtenção de um produto de melhor qualidade e a otimização dos processos nas indústrias, diferentes tipos de pasteurização são desenvolvidos por pesquisadores, os quais são classificados de acordo com a intensidade do processo em (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a):

- temperatura alta e tempo longo (do inglês *high-temperature long time* - HTLT);
- temperatura alta e tempo curto (do inglês *high-temperature short time* - HTST);
- temperatura moderada e tempo longo (do inglês *mild temperature-long time* - MTLT);
- temperatura moderada e tempo curto (do inglês *mild temperature-short time* - MTST).

Para sucos de frutas, o tratamento mais utilizado é o tipo HTLT, com temperaturas entre 80 e 100°C e tempos maiores do que 30 segundos. Nessas condições, a atividade de algumas enzimas pode ser reduzida, mas alguns compostos bioativos são afetados. Em alguns casos é interessante a aplicação de um tratamento HTST, com temperaturas acima de 80°C e períodos inferiores a 30 segundos, que inativa enzimas como a polifenoloxidase, peroxidase e pectinametilesterase presentes em frutas, assim como microrganismos deteriorantes. Nessa aplicação são observadas alterações de viscosidade, cor, valor nutricional e de compostos bioativos nos produtos (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a; Petruzzi *et al.*, 2017).

A partir do que foi mencionando anteriormente, percebe-se que o estudo das condições de tempo e temperatura de processos térmicos como a pasteurização é de suma importância para garantir a conservação e concomitantemente manter a qualidade organoléptica e nutricional de sucos de frutas. O processo deve considerar um microrganismo indicador, o qual varia conforme o tipo do suco. *Salmonella* spp. e *Escherichia coli* são patógenos considerados bons indicadores para sucos de frutas como maçã, laranja, entre outras, por serem responsáveis por doenças transmitidas por esses alimentos (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a). Ainda, a eficácia do tratamento térmico é dependente de fatores intrínsecos do produto como pH, acidez e sólidos solúveis (Gabriel; Albura; Faustino, 2015; Gabriel; Barrios; Azanza, 2008).

Cinética de inativação de microrganismos e enzimas

O principal objetivo dos tratamentos térmicos aplicados aos alimentos é a inativação de microrganismos e enzimas, sem ocasionar perdas significativas na qualidade sensorial e nutricional. Os parâmetros cinéticos que descrevem a inativação microbiana ou enzimática durante o processamento térmico são o valor *D* (ou tempo de

redução decimal) e o valor Z (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a; Makroo, H.A.; Rastogi; Srivastava, 2020).

O chamado valor D é o tempo de tratamento necessário para uma redução de 90% (1 ciclo log) do microrganismo indicador em uma determinada temperatura. Para garantir a eficácia do tratamento térmico e assim a segurança do produto, uma redução de 5 log ou 5D é recomendada. O valor Z , por sua vez, é definido como a temperatura necessária para reduzir o valor D de um microrganismo por um fator de 10. A relação entre os valores D e Z é obtida através da Equação 1 (Ağçam; Akyıldız; Dündar, 2018a; Gabriel; Albura; Faustino, 2015; Gabriel; Barrios; Azanza, 2008):

$$\frac{\log(D_1) - \log(D_2)}{T_2 - T_1} = \frac{1}{Z} \quad (1)$$

A partir da Equação 1, e conhecendo-se os valores D e Z de um microrganismo indicador em uma certa temperatura, é possível o cálculo do valor D para o mesmo microrganismo em qualquer temperatura. Essas informações são de suma importância para se determinar binômios de tempo e temperatura de processamentos térmicos de alimentos.

3.3 Tecnologias emergentes para o processamento de alimentos

As tecnologias tradicionalmente utilizadas pela indústria para pasteurização e esterilização apresentam algumas desvantagens, como consideráveis perdas de calor nas superfícies dos equipamentos e instalações, baixa eficiência na transferência de calor e superaquecimento de partes do produto, que podem causar alterações nas propriedades físicas, sensoriais e nutricionais dos produtos aos quais são aplicadas (Pereira, R. N.; Vicente, 2010). Esses fatores incentivam o desenvolvimento de processos inovadores para aplicação industrial, denominados de tecnologias emergentes, que atendam a necessidades específicas dos consumidores que buscam, entre outras coisas, alimentos seguros, saudáveis e minimamente processados.

As tecnologias emergentes também visam ser ambientalmente sustentáveis, ter baixo consumo de energia, menor uso de água e redução de emissões atmosféricas (Knorr *et al.*, 2011; Misra, N. N. *et al.*, 2017). Por definição, são tecnologias que estão em estágio de pesquisa e desenvolvimento, com potencial para serem comercializadas nos próximos anos, ou que já estão sendo comercializadas, mas em fase inicial de

aplicação (Hernández-Hernández, H.M.; Moreno-Vilet; Villanueva-Rodríguez, 2019; Misra, N.N. *et al.*, 2017).

As tecnologias emergentes são divididas em térmicas e não térmicas. As térmicas incluem o aquecimento ôhmico, radiofrequência e micro-ondas, por exemplo, e são consideradas formas volumétricas de aquecimento em que a energia térmica é gerada diretamente dentro do alimento. As tecnologias não térmicas, como ultrassom, processamento por alta pressão, irradiação, ozonização, campo elétrico pulsado e radiação ultravioleta pulsada, são capazes de inativar microrganismos por efeitos físicos ou químicos que destroem ou danificam a membrana celular, preservando a qualidade dos produtos (Clodoveo *et al.*, 2016; Pereira, R. N.; Vicente, 2010).

Dentre as vantagens do uso dessas novas tecnologias, pode-se citar a redução do tempo de processamento, maiores taxas de aquecimento, o controle de algumas reações como a Reação de *Maillard*, e o fato de serem mais sustentáveis (Galanakis, 2013a). Estes métodos podem ser utilizados ainda em outras aplicações, como secagem, concentração, assamento, extração, no controle de reações bioquímicas e enzimáticas de plantas e microrganismos, estímulo de processos fermentativos e desenvolvimento de novos produtos e embalagens (Misra, N. N. *et al.*, 2017).

Essas tecnologias têm sido amplamente desenvolvidas para o processamento de alimentos em países da Europa e nos Estados Unidos. Na América Latina, têm despertado interesse de vários países, especialmente Brasil, Chile, Peru, México, Argentina, Colômbia e Venezuela. Esses países contam com uma extensa variedade de matérias-primas endêmicas, frutas e vegetais com alto valor nutricional e funcional, sendo favoráveis assim ao uso desses processos.

Tratamentos com uso de alta pressão hidrostática, radiação ionizante e aquecimento ôhmico, por exemplo, têm sido muito estudados no Brasil, e o potencial do ultrassom também vem sendo avaliado. Os fatores limitantes para que sejam adotados como alternativas aos métodos tradicionais são os custos dos equipamentos, a estreita gama de equipamentos disponíveis, a falta de informações sobre os processos, assim como a falta de treinamentos e de regulamentação (Hernández-Hernández, H. M.; Moreno-Vilet; Villanueva-Rodríguez, 2019).

Embora algumas das técnicas citadas já tenham sido implementadas em escala industrial, há necessidade de um maior número de pesquisas na área para aprimoramento de processos, redução de custos de equipamentos e combinação de métodos, visando uma melhora na qualidade e conservação dos produtos desenvolvidos

(Misra, N. N. *et al.*, 2017). Dessa forma, neste trabalho será avaliada a aplicação da tecnologia de aquecimento ôhmico na qualidade de sucos, a qual será abordada a seguir.

3.3.1 Aquecimento ôhmico

O aquecimento ôhmico, ou aquecimento Joule, é um método de aquecimento no qual o calor é gerado pela passagem de corrente elétrica alternada através do produto (Makroo, H. A.; Rastogi; Srivastava, 2020). A tecnologia é considerada um grande avanço no processamento contínuo de produtos alimentícios particulados. O princípio básico do processo é a passagem de corrente elétrica através de dois eletrodos em contato com o alimento; essa energia elétrica é então convertida em térmica devido à resistência elétrica do produto, o que conduz a um aquecimento volumétrico e quase instantâneo (Aamir; Jittanit, 2017a; Goullieux; Pain, 2005).

A tensão é aplicada aos eletrodos nas duas extremidades do produto. A taxa de aquecimento é diretamente proporcional ao quadrado da intensidade do campo elétrico e à condutividade elétrica. A intensidade do campo elétrico aplicado pode ser alterada ajustando-se a distância entre os eletrodos ou a tensão aplicada. Um dos fatores mais importantes é a condutividade elétrica do produto e sua dependência da temperatura: a condutividade aumenta à medida que aumenta a temperatura do alimento (Ruan *et al.*, 2001).

Alimentos com condutividade elétrica entre 0,01 e 10 S/m são considerados adequados para aquecimento ôhmico usando campos elétricos abaixo de 100 V/cm. As frequências de campo elétrico utilizadas normalmente variam de 50 a 60 Hz, pois são mais facilmente disponíveis, mas podem ser utilizados valores de até 1 MHz (Kubo *et al.*, 2020; Shao *et al.*, 2021).

Nessa tecnologia, os eletrodos entram em contato direto com o produto, sendo, portanto, necessário o uso de materiais inertes a fim de evitar a contaminação do mesmo (Kubo *et al.*, 2020). Os eletrodos são alimentados por uma fonte de energia elétrica. Conforme mostrado na Figura 3, existem três configurações genéricas de equipamentos: 1) configuração em batelada, descontínua, na qual os eletrodos são coaxiais (geometria cilíndrica) ou planos e paralelos; 2) configuração transversal (ou campo elétrico constante), na qual o produto flui paralelo aos eletrodos e perpendicularmente ao campo elétrico, e os eletrodos são geralmente planos ou coaxiais; e 3) configuração colinear (ou densidade de corrente constante), na qual o produto flui de um eletrodo para o outro,

paralelo ao campo elétrico. Dependendo do produto a ser tratado, a escolha da configuração é importante para atingir uma melhor homogeneidade no tratamento (Goullieux; Pain, 2005).

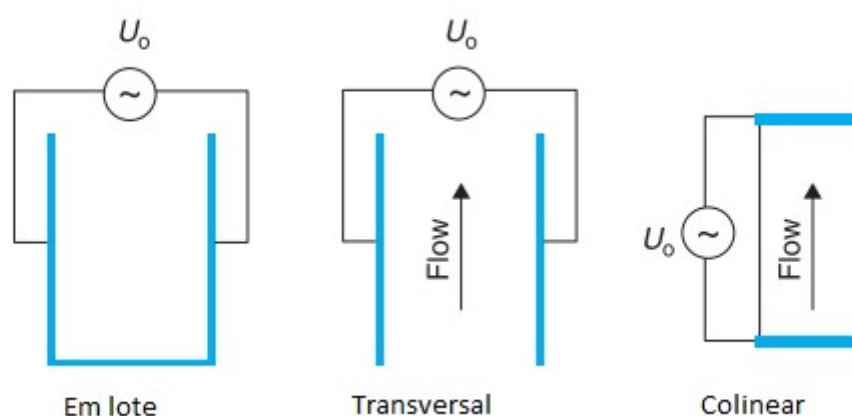


Figura 3. Configurações genéricas de equipamentos de aquecimento ôhmico.

Dentre as principais vantagens desse processo, pode-se citar a rapidez e uniformidade de aquecimento, o que minimiza perdas na estrutura e nas propriedades sensoriais e nutricionais do alimento, e a alta eficiência energética, com uma conversão de energia elétrica em térmica de até 90%. Quando comparado com a tecnologia por micro-ondas, o aquecimento ôhmico é energeticamente mais eficiente. O tratamento reduz a carga microbiana e inativa enzimas inerentes, podendo assim ser utilizado na pasteurização, esterilização e branqueamento de produtos alimentícios. Essa tecnologia pode ser utilizada ainda em outras aplicações no processamento de alimentos, como em pré-aquecimento, desidratação, extração ou evaporação (Jakób *et al.*, 2010; Makroo; Rastogi; Srivastava, 2017; Pires *et al.*, 2021; Wang, 2014).

Outra vantagem do aquecimento ôhmico é que a tecnologia possibilita o uso de tubos de aquecimento grandes com baixas velocidades de escoamento, o que permite o aquecimento de partículas pequenas. Suas desvantagens estão associadas aos mecanismos elétricos de aquecimento. A taxa de geração de calor pode ser afetada pelas diferentes cargas elétricas, formas e orientações das partículas, e pelas complexas distribuições de temperatura e campo elétrico. Esses fatores podem contribuir para tornar a temperatura do processo não uniforme, sendo difícil de monitorar e controlar. Ainda, não é possível a sua aplicação em alimentos não condutores, e produtos não

homogêneos ou ricos em proteínas dificultam o seu uso (devido à formação de depósitos de difícil higienização na superfície dos eletrodos) (Coelho *et al.*, 2019; Goullieux; Pain, 2005; Ruan *et al.*, 2001).

A taxa de aquecimento é influenciada pelas condutividades elétricas dos componentes individuais do alimento. A condutividade elétrica de um material é função da temperatura, da concentração iônica e do teor de sólidos (Wang, 2014). A quantidade de água livre e de sais iônicos dissolvidos presente em grande parte dos produtos alimentícios os torna bons condutores de corrente elétrica (Demirdöven; Baysal, 2012). Além destes, outros fatores como a intensidade do campo elétrico e o tempo de aplicação também têm influência na eficiência de aquecimento. Os parâmetros que devem ser avaliados para a aplicação de aquecimento ôhmico são, principalmente, a frequência de corrente alternada, a tensão aplicada, a distância entre os eletrodos e a condutividade elétrica do produto (Varghese *et al.*, 2012).

Os efeitos do aquecimento ôhmico nas células são de natureza térmica e não térmica. Os efeitos térmicos são semelhantes aos dos tratamentos convencionais, causando ruptura de estruturas celulares, inativação de enzimas e proteínas e danos aos ácidos nucleicos. Os efeitos não térmicos estão associados à presença de um campo elétrico alternado. Esses efeitos incluem alterações de reações bioquímicas, formação de poros na membrana celular (eletroporação) e alteração da sua permeabilidade, o que propicia a destruição de microrganismos em temperaturas abaixo de sua letalidade térmica. As características do produto e as condições de processamento influenciam na extensão desses efeitos e nos danos induzidos nas células (Makroo, H. A.; Rastogi; Srivastava, 2020; Tian *et al.*, 2018a).

No século XIX, várias patentes foram registradas para o uso do aquecimento por resistência elétrica direta na esterilização de alimentos líquidos ou enlatados; no entanto, houve dificuldades para implantação dessa tecnologia na indústria devido à falta de embalagens e às complexas exigências e alto custo dos projetos. Em 1914, o método foi testado para pasteurização de leite e nos anos seguintes para esterilização do mesmo produto. Esses testes permitiriam que a tecnologia fosse utilizada industrialmente na década de 1930, entretanto alguns requisitos sanitários não puderam ser atendidos na época. Somente nos anos 80 foi registrada uma patente para um equipamento de aquecimento ôhmico contínuo no Reino Unido, e a tecnologia começou então a ser utilizada para processar alimentos de baixa acidez em 1991. A aprovação da *Food and Drug Administration* (FDA) foi alcançada em 1993, e o órgão já tem sugerido sua

aplicação para alimentos bombeáveis, como ovos, leite e sucos de frutas (Goullieux; Pain, 2005; Rocha *et al.*, 2020).

Países da Europa, Japão e Estados Unidos já implementaram com sucesso sistemas de aquecimento ôhmico para o processamento de produtos alimentícios. Dentre eles, destacam-se frutas para iogurte no Japão e refeições prontas para consumo nos Estados Unidos. Entre os principais fabricantes de equipamentos de aquecimento ôhmico estão C-Yech Innovation (Reino Unido), Raztek Corp (EUA), Emmepieme (Itália), JBT (Ucrânia) e Agro Process (Canadá) (Ruan *et al.*, 2001).

No entanto, o conhecimento sobre essa tecnologia ainda é considerado escasso levando-se em conta a complexa diversidade de matrizes alimentícias existente. A interação entre o campo elétrico e os compostos bioativos, por exemplo, ainda se encontra em fase de estudo, onde se procura entender se a aplicação desses campos pode modificar estruturas celulares, hidrolisar ligações químicas, degradar ou liberar compostos bioativos de dentro das células (Coelho *et al.*, 2019). Assim, pesquisas nessa área são de grande interesse para a indústria e para futuras possíveis aplicações dessa técnica inovadora na conservação de alimentos.

3.4 Efeitos dos processamentos nos compostos bioativos

Matérias-primas de origem vegetal, como as frutas, representam a forma mais simples de alimentos funcionais, que são alimentos que possuem efeitos fisiológicos positivos além da função básica de nutrir, tendo a capacidade de promover a saúde e reduzir o risco do desenvolvimento de doenças crônicas. Esses alimentos são fontes de compostos bioativos, os quais são constituintes presentes em pequenas quantidades que apresentam efeitos benéficos na saúde humana. Pigmentos, como compostos fenólicos, carotenoides e betalaínas, além de vitaminas e microrganismos probióticos, são exemplos desses compostos (Kaur; Singh, 2023; Petzold *et al.*, 2018).

Conforme já mencionado previamente, as tecnologias com aplicação de calor são os métodos mais comuns no processamento de alimentos, no entanto podem induzir várias reações químicas e modificações físicas que impactam nas propriedades organolépticas e no conteúdo ou biodisponibilidade de compostos bioativos. Perdas de efeitos benéficos à saúde, como redução da capacidade antioxidante de sucos de frutas, ocorrem geralmente devido a perdas de vitamina C e de compostos fenólicos, como as antocianinas, ocasionadas pelo uso de altas temperaturas de processo (Petruzzi *et al.*,

2017). Zhu *et al.* (2022) observaram perdas consideráveis de mais de 60% do conteúdo de ácido ascórbico quando aplicada pasteurização convencional em suco de maçã. Similarmente, a aplicação de um tratamento HTST em suco de kiwi reduziu significativamente o conteúdo de vitamina C em até 38% (Xu *et al.*, 2018). Quando aplicados em suco de manga, tratamentos térmicos a 90°C por 30 e 60 segundos afetaram de forma significativa o teor de carotenoides, ácido ascórbico e fenólicos totais em comparação ao suco não tratado (Santhirasegaram; Razali; Somasundram, 2013).

A pasteurização também foi aplicada em suco de açaí, e os pesquisadores encontraram diferenças significativas no conteúdo de antocianinas e fenólicos totais no suco tratado e não tratado, sendo os menores valores encontrados para o produto pasteurizado (da Silveira *et al.*, 2019). Vegara *et al.* (2013) relatam que o uso de aquecimento aliado ao armazenamento em refrigeração pode contribuir para a redução de degradação de antocianinas em suco de romã pasteurizado, evitando impactos em sua cor e preservando os efeitos benéficos desses compostos. Os tratamentos térmicos utilizados pelos autores diminuíram o percentual de antocianinas na forma polimérica, mas aumentaram as monoméricas.

Pesquisas têm demonstrado que a utilização de aquecimento ôhmico como técnica de pasteurização tem a vantagem de reduzir o tempo de processamento, aumentando a retenção de compostos termolábeis, como as vitaminas e compostos antioxidantes (Petzold *et al.*, 2018). Por ser uma tecnologia que promove aquecimento mais rápido, permite a retenção de cor devido a menor degradação de pigmentos. Para tanto, é necessário o uso de eletrodos com materiais apropriados como o titânio que evitem reações eletroquímicas, pois estas tem efeito destrutivo nos pigmentos e compostos antioxidantes (Shao *et al.*, 2021).

No aquecimento ôhmico, o principal mecanismo de inativação microbiana é de natureza térmica. Contudo, diversos estudos apontam que essa tecnologia promove danos celulares não-térmicos devido à presença do campo elétrico alternado (Sarang; Sastry; Knipe, 2008; Sun, 2005). Este efeito é denominado eletroporação celular e consiste na formação de poros na membrana celular, levando a um aumento de permeabilidade da membrana e difusão do material interno (An; King, 2007; Sastry, 2008).

Alguns estudos foram realizados a fim de mensurar os efeitos não-térmicos da tecnologia de aquecimento ôhmico. Para tanto, o aquecimento ôhmico é comparado

com o aquecimento convencional, realizando os processos com o mesmo histórico de temperaturas (perfil de temperatura ao longo do tempo), a fim de descartar a influência do efeito térmico na inativação (An; King, 2007; Sastry, 2008; Wang, 2014). Esses estudos, que envolveram produtos lácteos e polpas de frutas como mirtilo e acerola, observaram que o uso de altas frequências no processo resultou em maior retenção de compostos bioativos (80-95%), como os compostos fenólicos e atividade antioxidante. Além disso, campos elétricos baixos (120-172 V) promovem efeitos positivos sobre a capacidade antioxidante, sobre a atividade inibitória da enzima conversora da angiotensina de peptídeos bioativos e sobre retenções de antocianinas e ácido ascórbico (Cappato *et al.*, 2018; Costa *et al.*, 2018; Mercali *et al.*, 2012; Sarkis *et al.*, 2013). A oxidação do ácido ascórbico, entretanto, pode ser catalisada devido à ocorrência de reações eletroquímicas, como eletrólise da água ou corrosão dos eletrodos, o que é evitado utilizando-se de materiais inertes na confecção dos mesmos e altas frequências de campo elétrico. Além disso, assim como nos processos convencionais, a magnitude e a duração do aquecimento exercem uma forte influência na estabilidade de compostos como as antocianinas (Mercali *et al.*, 2013b; Shao *et al.*, 2021).

Diferentes condições de aquecimento ôhmico (10, 100 e 1000 Hz a 25 V; 45, 60 e 80 V a 60 Hz) durante 100 min foram avaliadas para produção de uma bebida láctea sabor framboesa. O uso de condições mais amenas (10, 100 Hz a 25 V e 45, 60 V a 60 Hz) levou a um poder antioxidante mais alto do que em condições extremas de processo. O tratamento a 100 Hz e 25 V apresentou maior conteúdo de fenólicos totais (8,02 µg de ácido gálico/g) comparado com o tratamento convencional (7,78 µg de ácido gálico/g); os menores valores para esses compostos foram obtidos nas condições extremas (10 Hz, 80 V; 6,7-6,8 µg de ácido gálico/g) (Ferreira *et al.*, 2019). Quando o aquecimento ôhmico foi aplicado em caldo de cana de açúcar a 60 e 80°C, 60 Hz, 25 e 80 V, foi observado que a degradação de compostos fenólicos variou de 6 a 18%, e ocorreu no início do tratamento a 60°C, não sendo relatados efeitos não térmicos adicionais (Brochier; Mercali; Marczak, 2019).

A tecnologia de aquecimento ôhmico pode ser utilizada também para melhorar a extração de componentes biologicamente ativos. Jesus *et al.* (2020) demonstraram o potencial do aquecimento ôhmico na extração de compostos fenólicos do resíduo da indústria vinícola. Baixas e moderadas intensidades de campo elétrico foram aplicadas (496 e 840 V/cm), e os resultados evidenciaram uma maior quantidade de compostos extraídos comparados a outros tratamentos utilizados para extração que utilizam

aquecimento convencional e temperatura ambiente (3-3,4 e 1,2 mg ácido gálico/100g, respectivamente). Além disso, o extrato obtido a partir da aplicação de campo elétrico moderado apresentou maior conteúdo de fenólicos, maior atividade antioxidante, anticâncer e antimicrobiana. Esse efeito deve-se provavelmente à eletroporação, ruptura das células causada pela passagem da corrente elétrica alternada.

Nos últimos anos, o interesse no uso dessa tecnologia para o processamento de sucos de frutas tem aumentado. Estudos já relatam que a eficiência do aquecimento ôhmico é alta para esse tipo de produto porque a taxa de conversão da energia elétrica em térmica é muito alta, já que eles são alimentos de boa condutividade, em uma faixa de 0,1 a 1,6 S/m, devido a terem acidez elevada e baixa viscosidade (Shao *et al.*, 2021). Seus efeitos nos atributos de qualidade de suco concentrado de uva preta foram investigados e comparados com um tratamento térmico convencional. O uso de aquecimento ôhmico promoveu melhores resultados de atividade antioxidante do produto e o teor de compostos fenólicos não foi afetado. O uso do aquecimento ôhmico reduziu o tempo de processamento do produto em mais de 50% dependendo da tensão aplicada, além de reduzir o consumo de energia, que foi 6,4 vezes menor. Além disso, o aquecimento ôhmico provocou danos mínimos nas características sensoriais, se mostrando uma boa alternativa ao método tradicional (Darvishi *et al.*, 2020b, 2020c).

No estudo de Makroo *et al.* (2017a) reduções mínimas no conteúdo de licopeno foram observadas pela aplicação do aquecimento ôhmico em suco de melancia. As alterações foram na faixa de 1 a 5%, durante um tempo de tratamento de até 60 segundos. Já o teor de fenólicos totais teve uma queda significativa de 39,7% quando o tratamento foi aplicado durante 1 minuto a 90°C, sendo a redução mais acentuada durante os primeiros 30 segundos, possivelmente devido ao efeito combinado do campo elétrico com alta temperatura.

Seremet (Ceclu) *et al.* (2020a) estudaram os efeitos de pré-tratamentos com aquecimento ôhmico e micro-ondas nas propriedades de beterraba em pó. As amostras pré-tratadas por micro-ondas apresentaram um maior conteúdo de compostos fenólicos, betalaínas e atividade antioxidante em relação às aquecidas pelo efeito Joule. No entanto, as mudanças de cor foram mais visíveis com o uso das micro-ondas do que com o aquecimento ôhmico. Tratamento convencional (63°C por 30 min) e aquecimento ôhmico (60-65°C de 7 a 10 min) foram aplicados para o tratamento de *pulque* obtido de cactos vermelho, e o tratamento ôhmico apresentou melhor retenção de betalaínas e compostos fenólicos em comparação ao convencional (Alcántara-

Zavala; De Dios Figueroa-Cárdenas, 2022). Ainda, o suco da pitaya vermelha foi submetido ao aquecimento ôhmico e tratamento convencional a 85°C por 60 segundos, e os autores não verificaram nenhum efeito nas betacianinas após os tratamentos (Doan *et al.*, 2023). Até o presente momento, não existem outras pesquisas que avaliem a aplicação dessa tecnologia em compostos como as betalaínas quando submetidas a outras temperaturas ou tempos de processamento.

3.5 Análise metabolômica

A ciência ômica inclui o estudo de inúmeras moléculas envolvidas no desenvolvimento e manutenção da vida em todos os níveis de organização, da organela celular ao ecossistema. Essa ciência visa a detecção de genes (genômica), mRNAs (transcriptômica), proteínas (proteômica), lipídeos (lipidômica) e metabólitos (metabolômica) em uma amostra biológica específica. O objetivo final desses estudos é entender a célula como um sistema integrado que interage com o ambiente (Rizo *et al.*, 2020a; R.P. Horgan; Kenny, 2011).

Na ciência de alimentos, existem duas principais linhas de pesquisa na área da ciência ômica: a que estuda como os alimentos influenciam na saúde e no desenvolvimento ou na prevenção de doenças, e a que estuda os fenômenos de transformação nos alimentos. Por exemplo, a aplicação da ômica nas fermentações tradicionais fornece um conhecimento da microbiota que os constitui e como o seu metabolismo afeta as características organolépticas dos produtos. Além disso, fornece informações sobre constituintes que trazem benefícios à saúde e sobre como o processamento pode alterar a concentração desses compostos, seja através da degradação, formando compostos indesejáveis ou sem nenhuma função ativa no organismo, ou através do aumento da biodisponibilidade dos mesmos no produto (Rizo *et al.*, 2020a).

A metabolômica abrange um estudo qualitativo, quantitativo e dinâmico de todas as pequenas moléculas endógenas, que possuem baixas massas moleculares, nos organismos, órgãos, tecidos ou células em um momento específico e sob condições ambientais específicas (Feng *et al.*, 2020-). Existem duas abordagens principais para estudos metabolômicos, nomeadas estratégias direcionadas e não direcionadas. A direcionada é orientada por hipóteses, pois se concentra em um conjunto de compostos e normalmente permite medições quantitativas de metabólitos. Já a abordagem não

direcionada é geradora de hipóteses, exploratória e mais comum para monitorar o conteúdo molecular em todo o seu alcance (Pezzatti *et al.*, 2020a).

As plantas produzem uma grande variedade de metabólitos, sendo estimado um número superior a 200.000 compostos. Estes podem assim ser classificados em dois tipos: primários e secundários. Os primários são necessários para manter o crescimento e atividade biológica das plantas, e os secundários estão mais envolvidos em respostas ambientais. Metabólitos secundários como terpenos, compostos fenólicos e alcaloides de várias fontes vegetais estão recebendo atenção crescente devido a suas funções fisiológicas. Variações quantitativas e qualitativas nos perfis fitoquímicos e de nutrientes podem ocasionar diferenças em suas propriedades promotoras de saúde (Chen *et al.*, 2013; Feng *et al.*, 2020-; Wang *et al.*, 2018b).

Dois principais plataformas analíticas são utilizadas para análises metabolômicas não direcionadas: Ressonância Magnética Nuclear (RMN) e Espectrometria de Massas de Alta Resolução (HRMS). A técnica por RMN pode fornecer dados quantitativos e informação estrutural sobre as moléculas, mas carece de sensibilidade e seletividade. A Cromatografia Líquida acoplada a Espectrometria de Massas (LC-MS/MS) é um método rápido, promissor e altamente sensível para detectar metabólitos através de informações presentes nos bancos de dados. Ainda, a técnica de GC-MS tem sido referência para análise de compostos voláteis devido a sua alta sensibilidade, poder de resolução e capacidade de reproduzir padrões de fragmentação (Chen *et al.*, 2013; Pezzatti *et al.*, 2020a; Wang *et al.*, 2018b).

A análise metabolômica já foi utilizada para detectar e caracterizar metabólitos de várias matrizes alimentícias. Wang *et al.* (2018b) avaliaram os perfis metabólicos de 5 cultivares de batata doce de diferentes cores de polpa (roxa, laranja/amarela e branca) e encontraram um total de 213 metabólitos, incluindo 29 flavonoides, 27 ácidos fenólicos, além de aminoácidos e carboidratos. As antocianinas, os ácidos quinínicos e ferúlicos foram os ácidos fenólicos proeminentes, e a quercetina e o crisoiol representaram em maior número os flavonoides nos tubérculos. Os resultados sugeriram que a cor da polpa foi a responsável pelas diferenças metabólicas observadas.

O impacto do processamento térmico em framboesa preta foi avaliado através de análise metabolômica não direcionada. O pó liofilizado da fruta foi aplicado em uma bebida tipo néctar, e o perfil das mudanças químicas resultantes foi determinado através da cromatografia líquida de alta eficiência com espectrometria de massas (LC-MS). Após o pré-processamento dos dados, um total de 4.411 moléculas foram avaliadas.

Foram identificados os principais produtos de degradação das antocianinas, como a cianidina chalcona rutinósida e o ácido protocatecuico, juntamente com vários compostos fenólicos degradantes, como grupos funcionais de aldeídos de flavonoides. Ainda, alguns componentes importantes da framboesa como a quercetina, ácidos fenólicos e o ácido elágico se mostraram relativamente estáveis ao processamento (Teegarden; Schwartz; Cooperstone, 2019a).

Kim *et al.* (2019) realizaram análises metabolômicas direcionadas e não direcionadas em amoras a fim de avaliar a sua qualidade e as causas de distúrbios ocorridos após a colheita. Foram utilizados os métodos por LC-MS e GC-MS. Foram identificadas 5 antocianinas à base de cianidinas. Em geral, as concentrações de antocianinas foram significativamente maiores nas frutas de drupéolas pretas do que nas amoras com drupéolas vermelhas, e elas sofreram alterações durante o tempo de armazenamento a 4°C. Os teores de antocianinas nas drupéolas pretas após os sete dias de armazenamento foram superiores ou semelhantes ao das bagas na colheita. Açúcares e ácidos orgânicos também diferiram entre as drupéolas na colheita e após o armazenamento. Dentre estes, ácido málico, ácido isocítrico, frutose, glicose e sacarose foram identificados. Além disso, foi analisado um total de 84 lipídeos, incluindo 48 fosfolipídios e 36 glicolipídios, e 15 aminoácidos diferentes, dentre eles alanina, glicina, valina, leucina e isoleucina.

A abordagem metabolômica foi utilizada também para investigar o efeito da raça e da alimentação na composição de ovos de galinha. Duas raças diferentes (Rhode Island Red e Australorp) e dois tipos de rações (mista e fermentada) foram avaliados, e a técnica utilizada foi GC/MS-MS. Foram analisados 138 metabólitos na gema e 132 na clara. Foram encontrados efeitos significativos da raça sobre o peso da gema, sobre o peso da casca do ovo, sobre as cores da casca e sobre um metabólito da clara (ribitol). Três metabólitos da gema (eritritol, reitol e uréia) e 12 metabólitos da clara (entre eles ácido linoleico, isoleucina, alanina, glicina e ácido pirúvico) foram significativamente alterados pela ração; além disso, houve interação entre raça e alimentação (Goto *et al.*, 2019).

Os perfis metabólicos das três espécies de pitaya de casca vermelha com diferentes cores de polpa foram estudados durante seu crescimento e amadurecimento. As detecções foram realizadas por GC-MS e espectroscopia ultravioleta visível. O ácido citramálico foi identificado na polpa da pitaya pela primeira vez. Na polpa das frutas, os conteúdos de amido, ácidos orgânicos, clorofila e inositol diminuiram com o

amadurecimento da fruta. Já os teores de glicose, sacarose, frutose e sorbitol aumentaram gradualmente e atingiram os valores máximos na polpa na fase madura. As betalainas também aumentaram na casca dos três cultivares durante a maturação da fruta, e as concentrações diferiram significativamente entre as espécies. As maiores concentrações de betalainas na polpa foram encontradas para a espécie de polpa vermelha, a qual teve um aumento do teor desses compostos, acentuado nos últimos dias de amadurecimento. Os maiores resultados para compostos fenólicos, flavonoides e capacidade antioxidante foram encontrados na casca da pitaya. Para a casca, a atividade antioxidante aumentou significativamente nos últimos dias avaliados, ao contrário do que ocorreu com a polpa, o que está de acordo com o acúmulo de flavonoides e fenólicos totais (Hua *et al.*, 2018a).

Gauglitz *et al.* (2020) realizaram um estudo utilizando a metabolômica não direcionada através da espectrometria de massas aliada ao uso de redes moleculares para avaliar diferentes tipos de amostras e encontrar diferentes compostos em alimentos como chá, carne, tomate e iogurte. Os autores verificaram que o tempo de preparo do chá influenciou na sua composição final, aumentando a diversidade de moléculas. Já o processo fermentativo do leite, o amadurecimento dos tomates e a deterioração da carne acarretaram em transformações biológicas, modificando a sua composição molecular durante um período mais longo.

A determinação, avaliação e quantificação dos metabólitos produzidos pelas plantas mostra-se uma importante ferramenta para entendimento de como os processos industriais influenciam nas transformações desses componentes e afetam assim o perfil nutricional dos alimentos e, conseqüentemente, a sua ação benéfica e funcional na saúde humana. A análise metabolômica direcionada foi utilizada neste trabalho com o objetivo de, em conjunto com as demais avaliações apresentadas, otimizar as condições de processamento dos sucos. Dessa forma, primeiramente foi realizado um levantamento de dados da utilização dessa ferramenta na avaliação dos efeitos de tecnologias de processamento nos alimentos. Os dados levantados foram utilizados para a escrita de um artigo de revisão que serve como base para a realização do projeto experimental.

4. METABOLÔMICA: UMA TÉCNICA ANALÍTICA PARA AVALIAÇÃO DO PROCESSAMENTO DE ALIMENTOS

Esse capítulo apresenta um artigo de revisão em língua inglesa publicado na revista *Food Chemistry*. Além disso, uma seção de materiais e métodos foi incluída para detalhar a metodologia utilizada.

4.1 Materiais e métodos

A partir de diferentes bases de dados como Scopus, Science Direct e Google Acadêmico, foi realizada uma ampla pesquisa bibliográfica de livros e artigos atuais publicados em periódicos de impacto relevante na área de Ciência e Tecnologia de Alimentos, utilizando como tema central a metabolômica em alimentos. As principais palavras-chave utilizadas na busca, combinadas de diferentes maneiras, foram metabolômica, análise, alimentos, processamento, tecnologia, fermentação, processamento mínimo, revisão. Os critérios de seleção dos artigos foram: relevância da publicação evidenciada no resumo, fator de impacto dos periódicos em que foram publicados, ano da publicação (a partir de 2010, priorizando os publicados nos últimos cinco anos).

4.2 Artigo de revisão

Metabolomics: an analytical technique for food processing evaluation

Abstract

This review aimed to retrieve the most recent research with strong impact concerning the application of metabolomics analysis in food processing. The literature reveals the high capacity of this methodology to evaluate chemical and organoleptic transformations that occur during food production. Current and potential applications of metabolomics analysis will be addressed, focusing on process-composition-function relationships. The use of the metabolomics approach to evaluate transformations in

foods submitted to minimal processes, heat or cold treatments, drying, fermentation, chemical and enzymatic treatments and processes using innovative technologies will be discussed. Moreover, the main strategies and advantages of metabolomics-based approaches are reviewed, as well as the most used analytical platforms. Overall, metabolomics can be seen as an important tool to support academia and industry on pursuing knowledge about the transformation of raw animal or plant materials into ready-to-eat products.

Keywords: metabolomics, food processing, transformations, analysis

4.2.1 Introduction

Omic sciences encompass the study of different molecules involved in the development and maintenance of a living organism, including genes (genomics), proteins (proteomics), lipids (lipidomics), and their metabolites (metabolomics) (Lay *et al.*, 2006; Rizo *et al.*, 2020b). The potential of metabolomics as a robust, efficient, and sensitive analytical tool in Food Science is already widely recognized, being applied in two main research lines: studies regarding the food influence on human health and studies concerning food processing and transformation (Lacalle-Bergeron *et al.*, 2021; Rizo *et al.*, 2020b). Several compounds found in food matrix undergo physical, chemical, and microbiological changes during harvest, processing, and storage due to food extrinsic (such as temperature, humidity, pressure variations, presence of oxygen and light) and intrinsic (pH, water activity, composition, among others) factors. These changes define the final characteristics of the products, such as nutritional quality, safety, and sensory acceptability. Thus, the metabolomics approach is of paramount importance to identify and associate chemical changes with the desired final product quality characteristics (Cevallos-Cevallos; Reyes-De-Corcuera, 2012).

The metabolomics analysis originally emerged in the year 1999, proposed by Jeremy Nicholson. This tool was initially described as a comprehensive analysis, comprising the identification and quantification of as many metabolites as possible in a biological system (Fiehn *et al.*, 2000; Zhang *et al.*, 2020). It is a qualitative, quantitative, and dynamic study of low-molecular-weight molecules (typically <1500 Da) present in organisms, tissues, or cells at a specific moment and under a particular environmental condition (Feng *et al.*, 2020). Technological advances have increased the number of metabolites that can be concurrently quantified, and results of metabolic

profiling are independent of the technology used for data acquisition (Lacalle-Bergeron *et al.*, 2021). One of the main challenges of metabolomics is that a unique methodology is not able to analyze all the broad chemical diversity of existing metabolites (León; Cifuentes; Valdés, 2018).

The main approaches of metabolomics are divided into targeted and untargeted strategies. The targeted strategy is based on hypothesis; it focuses on a set of compounds and generally allows their quantification. This strategy is more limited, reaching a relatively small number of metabolites; however, it allows the association between changes observed in the material with known, well-characterized analytes (Begou *et al.*, 2017; León; Cifuentes; Valdés, 2018; Pezzatti *et al.*, 2020b). The untargeted approach is exploratory and generates a hypothesis, being a more common choice since it covers a wider range of molecules and can be useful to identify new metabolites (Liu; Locasale, 2017; Pezzatti *et al.*, 2020b).

The untargeted analysis can be divided into two types: fingerprinting and profiling. Fingerprinting comprises the analysis of the largest number of compounds possible in a matrix, including their detection and the statistical treatment of the results, without the need of identification and quantification. It allows classifying sample components in different regions based on metabolite patterns to obtain a typical sample fingerprinting, being faster and more convenient. On the other hand, the profiling focuses on the analysis of a class of metabolites, which are frequently identified and quantified through databases or software tools (Castro-Puyana *et al.*, 2017; Ibáñez *et al.*, 2013; López-Ruiz; Romero-González; Garrido Frenich, 2019).

As the untargeted metabolomics produce large data sets, effective statistical tools, as multivariate analysis, are necessary to reduce the data complexity (Lacalle-Bergeron *et al.*, 2021). Moreover, despite providing a comprehensive analysis of the metabolites present in the sample, there are still difficulties to combine and validate the results obtained, being often necessary confirmatory, preferably, quantitative targeted analysis (Begou *et al.*, 2017).

Two main analytical platforms are used for metabolomics analysis: Nuclear Magnetic Resonance (NMR) and High-Resolution Mass Spectrometry (HRMS). NMR technique detects molecular features through an intrinsic magnetic property of atomic nuclei and provides quantitative data, being more used for targeted approaches. It has the advantages of being a high quality, high repeatability, and non-invasive method. In addition, it detects all organic chemical classes, provides reliable compound

identification, and is considered an environmentally friendly analytical technology, as it allows the use of green solvents (as deuterated water) and the usage of simplified extraction procedures and process automation. Its weaknesses are limited sensitivity, low spectral resolution, large instrument footprint, high maintenance costs, and difficult reproduction and standardization of analysis protocols (Böhme *et al.*, 2019; Feizi *et al.*, 2021; Fraga-Corral *et al.*, 2020, p.; Mielko *et al.*, 2021).

Liquid or Gas Chromatography coupled with Mass Spectrometry (LC or GC/MS-MS) is a fast, promising, and sensitive method for metabolite detection through information found in databases. Mass Spectrometry techniques are easily automated, and have excellent separation capability, but they have limitations, such as few database for metabolites, sample destruction, low resolution and selectivity, identification must be improved and require cumbersome derivatization (Feizi *et al.*, 2021; Fraga-Corral *et al.*, 2020; Mielko *et al.*, 2021). The huge dares in data preprocessing are related to problems with instrument software products, such as baseline variations, correction of retention times shifts, achieve robustness in the data analysis platform, among others (León; Cifuentes; Valdés, 2018). HRMS is more used for untargeted metabolomics because it is more sensitive and measures a higher number of molecules in complex samples (Liu; Locasale, 2017; Pezzatti *et al.*, 2020b; Wang *et al.*, 2018a). Also, mathematical tools of multivariate analysis are used to interpret the large amount of data generated, such as principal component analysis (PCA), discriminant analysis (DA), clustering, and regression analysis (Böhme *et al.*, 2019).

The application of this methodology allows obtaining useful detailed information that can be correlated to food safety, quality, processing, storage, and authentication (Ibáñez *et al.*, 2013). Primary metabolites, such as proteins, amino acids, lipids, carbohydrates, organic acids, and secondary metabolites (phytochemicals, contaminants, and volatile organic compounds from plant and animal sources) can be analyzed (Rizo *et al.*, 2020b). Additionally, when combined with hydrolysis procedures, the technique can provide information regarding the fatty acid content and the composition of proteins and polysaccharides (Erban *et al.*, 2019).

Previously, metabolomic studies have been mainly related to food quality, toxicology, and microbiology; however, more recently, researchers have used metabolomics analysis to evaluate food processing effects. The terms “food metabolomics” and “foodomics” have been introduced to cover the use of this technique in all food system processes from farm to consumers (Cevallos-Cevallos; Reyes-De-

Corcuera, 2012; Kim *et al.*, 2016; Pinu, 2016). In this context, this review is focused on providing an overview of the main applications of metabolomics in food processing, highlighting the importance of using this applied science on food systems to design high-quality foods and to establish process-composition-function relationships.

4.2.2 Methodology

A comprehensive literature search of current books and articles, published in journals of relevant impact, related to the topic “food metabolomics” was performed. Several databases were used, such as Scopus, Science Direct, and Google Scholar. The keywords entered into the database search boxes, combined in several ways, were: metabolomics, analysis, food, processing, technology, fermentation, minimal processing, review, and overview.

4.2.3 Metabolomics in food processing

Food processing can be defined as the chemical and/or physical transformation of raw foods to generate products that can be stored for longer periods and can be easily prepared and served by the consumer. Industrial processes are also applied to supply products with alternative flavor, color, and texture or to improve their nutritional properties. As the applied technologies usually affect food nutritional values and sensory attributes, a complete analysis of the metabolites is essential to understand the relationship between food quality and processing (Diez-Simon; Mumm; Hall, 2019; Kamiloglu; Van Camp; Capanoglu, 2018).

Overall, the use of the metabolomics approach to evaluate transformations in foods has both advantages and disadvantages. The purposes of the technique are difficult to achieve in practice, mainly due to the considerable chemical variability of metabolites present in the food matrices. Processed foods usually have a more complex biochemical profile compared to fresh foods due to the addition of other ingredients to improve their appearance, odor, flavor, and stability, and due to changes caused by treatments. Moreover, several methods need to be adopted to identify different chemical classes, as well as the use of different analytical platforms (Castro-Puyana *et al.*, 2017; Rocchetti; Giuberti; Lucini, 2018). The records of molecules in databases are yet not complete, which hampers the identification of some compounds. Another disadvantage is the necessity of internal standards for accurate quantification. In addition, this kind of

analysis is expensive due to the high cost of equipment maintenance and the required reagents.

However, the metabolomics advantages overcome its drawbacks, which increases its usage over the years. The good separation of compounds, high efficiency and resolution, short analysis time, good detection, and reliable results provided by this technique cannot currently be achieved by any other methodology. Additionally, it allows analyzing samples of high complexity, detecting thousands of features, and identifying unknown metabolites (Castro-Puyana *et al.*, 2017). Moreover, the constant advances in chromatographic separation and data processing contribute to the better use of the technology (Diez-Simon; Mumm; Hall, 2019).

The food industry main traditional methods, such as heating, drying, concentration, ripeness, and fermentation, have already been assessed using this methodology. In contrast, there are still few reports regarding the use of metabolomics to investigate the effect of innovative technologies on food composition and chemical properties. Table 1 presents a survey of the most recent studies on the use of metabolomics in food processing, divided into categories which are described below.

Table 1. Metabolomics applications in food processing

Food	Purpose of analysis	Detection Technology	Main metabolites	Reference
Iceberg lettuce	Explore the metabolome and changes related to storage time of fresh-cut iceberg lettuce.	UPLC-ESI-QTOF-MS	Phenolic compounds, amino acids, fatty acids, lysophospholipids, lactones	Garcia <i>et al.</i> (2016)
Tilapia fillet	Investigate the effect of fish gelatin and grape seed extract on metabolites of tilapia fillets stored in vacuum impregnated coating solutions.	NMR spectroscopy	Amino acids, organic acids, carbohydrates, nucleotides, biogenic amines, choline, trimethylamine oxide	Zhao <i>et al.</i> (2019)
Pork patties	Evaluate changes of metabolites in pork patties with different antioxidants added under modified atmosphere for 18 days of refrigerated storage.	UHPLC-ESI-QTOF-MS	Amino acids, alkaloids, glycerophospholipids, caffeine, flavonoids, tyrosols, procyanidins, fatty acyls	Rocchetti <i>et al.</i> (2020)
Avocado	Understand the effect of a heat shock before storage in a controlled atmosphere on the reduction of ripening heterogeneity of avocados.	GC-MS/ UPLC-MS/MS	Organic acids, sugars (sucrose, galactinol), alcohols, proteins, amino acids (isoleucine, valine, aspartic acid), fatty acids	Gavicho Uarrota <i>et al.</i> (2019)
Black raspberries nectar beverage	Profile chemical changes resulting from thermal processing of black raspberries powder into a nectar beverage.	UHPLC-QTOF-MS	Anthocyanin degradation products, functional groups of flavonoids, phenolic acids	Teegarden; Schwartz; Cooperstone (2019b)
Daylily flower	Evaluate chemical profile changes with application of different drying processing methods after harvest.	UHPLC-UV/ UHPLC-HRMS	Phenolic compounds, flavonoids, caffeoylquinic acids, quercetin	Sun <i>et al.</i> (2018)
Tea	Investigate the effect of drying process on nonvolatile compounds of white tea via	UPLC- LTQ-	Amino acids, flavonoids, phenolic acids, nucleosides,	Chen <i>et al.</i> (2020)

	metabolomic and proteomic approaches.	Orbitrap-MS/ LC-MS/MS	nucleotides, peptides	
	Understand dynamic changes of characteristic constituents during tea enzymatic-catalyzed process.	UPLC-ESI-MS/MS	Proteins, amino acids, flavonoid glycosides, anthocyanins, nucleotides, glycerolipids, sucrose	Huang <i>et al.</i> (2020)
	Explore and characterize the volatile compound profiling of different Chinese dark teas.	GC-MS	Aldehydes, organic acids, alcohols, ketones, esters, methoxyphenolics, alkanes	Cao <i>et al.</i> (2018)
	Profile the variations of metabolites in black teas with various fermentation times.	UHPLC-QTOF-MS	Amino acids, phenolic compounds (phenolic acids, catechins, flavonol glycosides), alkaloids, nucleosides	Tan <i>et al.</i> (2016)
	Characterize the metabolic behavior of green tea during its fermentation.	NMR spectroscopy	Phenolic compounds (catechins), amino acids (theanine, alanine), sugars (sucrose, glucose), caffeine, acetate, glutamate	Lee <i>et al.</i> (2011)
Pasta	Investigate metabolite variations during industrial pasta processing for five different commercial products.	GC-MS/ LC-MS/ HPLC ICP-OES	Phytosterols, policosanols, fatty acids, amino acids, carotenoids, minerals	Beleggia <i>et al.</i> (2011)
Orange juice	Investigate the differences between concentrated or not orange juice from through untargeted metabolomics.	UHPLC-QTOF-MS/ DART-QTOF	Fatty acids (oleic acid, linolenic acid, lysoPE), tripeptides, carvone, L-glutamine	Xu <i>et al.</i> (2020)
Peach juice	Develop a method to analyze volatile compounds in peach juices for the differentiation of fruit variety and processing	SBSE-TD-GC-MS	Aldehydes, alcohols (phytol, tocopherol), lactones,	Marsol-Vall <i>et al.</i> (2018)

	conditions.		terpenoids, fatty aldehydes (tetracosanal, octacosanal), fatty acids (hexadecanoic acid) and hydrocarbons	
Lemon juice	Determine the effect of heat processing on the composition profile of lemon juice.	GC-MS	Carbohydrates (arabinose), organic acids, amino acids	Mabuchi <i>et al.</i> (2018)
Tiger nut milk	Determine if UHT treatment affects the profile of nutrients of tiger nut milk compared to fresh product.	UHPLC-HRMS	Sugars, fatty acids, emulsifiers (citric acid esters of mono-diglycerides, monoacylglycerol), vitamins (biotin), amino acids (L-arginine)	Rubert <i>et al.</i> (2017)
Quinoa	Identify each quinoa ecotype and determine the effect of different treatments (washing, cooking and germination) on nutritional composition based on metabolic profile.	NMR spectroscopy	Saponins, amino acids, organic acids, monosaccharides, nucleosides, choline, proteins	Lalaleo <i>et al.</i> (2020)
Cooked potatoes	Characterize the differential metabolic signatures resulting from intake of different potato products and identify potential biomarkers.	UPLC-QTOF-MS	Furans, pyrazines, and pyrrole derivatives	Zhou <i>et al.</i> (2020)
Peanut	Determine changes in the metabolic composition of peanuts due to dry-roasting.	(RP)/UPLC-MS/MS HILIC/UPLC-MS/MS	Amino acids (arginine, proline, aspartic acid, glutamic acid, phenylalanine, histidine), carbohydrates, nucleotides, lipids	Klevorn and Dean (2018)
Tomato products	Explore the effects of different pre-processing and industrial technologies in tomatoes pulp, puree and paste.	UHPLC-ESI-QTOF-MS	Carotenoids (lycopene), phenolic compounds (flavonoids, lignans,	Lucini <i>et al.</i> (2017)

Vegetable purees	Investigate the effect of conventional industrial processing steps on phytochemical composition of broccoli, carrot and tomato purees.	LC-PDA/ NMR/ LC-QTOF-MS/ LC-MRM/ GC-MS	phenylpropanoids) Carotenoids, flavonoids, vitamins, glucosinolates, oxylipins, tocopherols, sugars, organic acids	Lopez-Sanchez <i>et al.</i> (2015)
Black carrot concentrate	Elucidate quantitative and qualitative changes in compounds during the processing steps of black carrot concentrate.	LC-QTOF-MS	Phenolic compounds (flavonoids, anthocyanins, phenolic acids)	Suzme <i>et al.</i> (2014)
Chicken meat	Measure the quality of chilled chicken meat during storage using the metabolomic approach.	UHPLC-MS	Amino acids, amines, nucleosides, nucleotides, carbohydrates, organic Acids	Wen <i>et al.</i> (2020)
Dry-cured ham	Evaluate the relationship between metabolomic profile and ripening duration of dry-cured ham produced in Japan.	CE-MS	Amino acids (glutamine, cysteine, asparagine, leucine), organic acids, nucleotides	Sugimoto <i>et al.</i> (2020)
	Reveal the evolution of the Dahe black pig dry-cured ham flavor formation during its ripening process and elucidate the key component responsible for its flavor characteristics.	GC-MS	Aldehydes (hexanal, 3-methyl-butanal, nonanal, octanal), alcohols, glycosaminoglycan	Shi; Li; Huang (2019)
	Investigate metabolite changes during processing of boneless dry-cured ham and explore the mechanisms that contribute to its taste.	NMR spectroscopy	Amino acids (alanine, isoleucine, histidine, valine), organic acids (succinate, lactate, acetate, citrate), nucleic acids, peptides, sugars	Zhang <i>et al.</i> (2019)
Bacon	Investigate variations in Chinese bacon taste	NMR	Amino acids, organic acids,	Huang <i>et al.</i> (2020)

	quality during processing.	spectroscopy	sugars, nucleic acids, alkaloids	
Yoghurt	Investigate the use of the metabolomic approach to monitor the changes in milk during fermentation.	NMR spectroscopy	Proteins, amino acids, sugars (lactose, galactose), acetate, lactate, citrate, pyruvate, alanine	Trimigno <i>et al.</i> (2020)
Wine	Find sensorial differences between three types of wine and determine the metabolites associated with these sensorial attributes.	UPLC-FT-ICR-MS	Phenolic compounds (flavonols, flavanols, anthocyanins)	Cuadros-Inostroza <i>et al.</i> (2020)
	Assess the impact of different closures on volatile composition of white wine.	GC-MS	Alcohols, aldehydes, esters, terpenes, organic acids, lactones, ketones	Oliveira <i>et al.</i> (2020)
Beer	Determine metabolite differences of ale and large beers.	GC-MS	Alcohols as propylene glycol, 2,3-butanediol, glycerol, sorbitol, organic acids (propionic acid, malic acid, palmitic acid, stearic acid), carbohydrates like sucrose, fructose	Seo <i>et al.</i> (2020)
	Classify and discriminate craft and industrial beers via identification of molecular markers.	NMR spectroscopy	Amino acids, organic acids (succinic acid, lactic acid, formic acid, acetic acid) carbohydrates (trehalose, glucose, fructose), organic alcohols, nucleosides (adenosine), phenols	Palmioli <i>et al.</i> (2020)
Coffee	Explore the impacts of processing parameters on microbial community dynamics, metabolite compositions and quality during wet coffee processing.	HPAEC-PAD/ UPLC-MS/MS/ GC-FID/ HS/SPME-GC-	Lactic acid bacteria (<i>Leuconostoc</i> , <i>Lactococcus</i>), carbohydrates, organic acids, amino acids, alcohols	Zhang <i>et al.</i> (2019)

		TOF-MS	
	Develop a method to carry out the fingerprinting of green and roasted coffee and evaluate changes in the metabolic profiles of samples submitted to different roasting degrees.	CE-ESI-QToF-MS	Pyridines, choline, pyrroles, betaines, indoles Pérez-Míguez <i>et al.</i> (2019)
Cocoa	Replicate the microbial dynamics and metabolic changes during cocoa bean fermentation.	UHPLC-ESI-MS/MS	Yeasts, acid acetic bacteria, phenolic compounds, peptides, ethanol, acid acetic John <i>et al.</i> (2019)
Bakery products	Investigate the effects of olive pomace addition in biscuits and bread and evaluate the modification of cell metabolome after in vitro digestion.	HPLC-DAD-MS/ HPLC-FLD/ NMR spectroscopy	Phenolic compounds, tocopherols, glucose, lactate, phosphocholines, choline, alanine, ethanol Di Nunzio <i>et al.</i> (2020)
	Elucidate the fate of deoxynivalenol (DON) during baking of crackers, biscuits and bread, through identification and quantification of all extractable degradation products.	LC-HR-MS LC-MS/MS	DON, isoDON, norDON B, norDON C, DON-3-glucoside Stadler <i>et al.</i> (2019, p.)
	Evaluate the influence of chemical acidification, flour type, and fermentation on characteristics of doughs.	GC-MS	Alcohols (propanol, hexanol, octenol), sulfur compounds Balestra <i>et al.</i> (2015)
Fish sauce	Characterize metabolite profiles and evaluate taste qualities of Chinese fish sauce during fermentation.	UHPLC-Q/TOF-MS	Amino acids (aspartic acid, glutamic acid), peptides, organic acids, amines, carbohydrates, nucleic acids Wang <i>et al.</i> (2019)
Mixed vegetables	Analyze metabolite profile changes in fermented mixed vegetables by <i>Lactobacillus</i>	GC/TOF-MS HPLC	Organic acids (lactic acid, acetic acid), sugars, alcohols, amino Kim <i>et al.</i> (2019)

plantarum.

Cheese	Evaluate the effect of pasteurization and use of starter cultures on properties of sheep cheese during ripening.	GC-MS	acids, fatty acids, amines, phosphates Amino acids (gamma-aminobutyric acid, isoleucine, lysine, alanine), organic acids (lactic acid, valeric acid, succinic acid), carbohydrates, fatty acids, amines	Saidi <i>et al.</i> (2020)
	Analyze the metabolite profile of natural cheeses and correlate with sensory evaluation.	GC/TOF-MS	Amino acids, fatty acids, organic acids, amines, carbohydrates	Ochi <i>et al.</i> (2012)
Strawberry	Study the effect of dielectric barrier discharge plasma on the quality of fresh-cut strawberries by physiological and metabolomic assays.	UPLC-MS	Phenolic compounds, flavonoids, anthocyanins	Li <i>et al.</i> (2019)
Pork exudates	Monitor the effects of E-beam irradiation dose and storage time on pork tenderloin exudates.	NMR spectroscopy	Nucleosides, carbohydrates, nucleotides, amino acids, organic acids	García-García <i>et al.</i> (2019)
Mandarin juice	Determine the effect of high pressure homogenization and addition of trehalose on functional and technological properties of low pulp mandarin juice.	NMR spectroscopy/ HPLC-DAD	Flavonoids (hesperidin), vitamin C, organic acids (formic acid, gallic acid), amino acids (glutamic acid, alanine), carbohydrates (glucose)	Betoret <i>et al.</i> (2017)

Minimal processing methods

Consumer demand for minimally processed foods with a fresh taste and appearance is growing, but their shelf life is limited by several factors that affect their quality. Modifications during storage of meat and vegetable products submitted to minimal processes can be satisfactorily revealed by the metabolomics, as well as the addition of ingredients to cause beneficial changes. Moreover, the metabolomics approach can help to identify key metabolites at different processing stages, such as washing, sorting, trimming, peeling, slicing, and chopping. Thus, it can be used as an alternative to optimize processing conditions and to predict shelf-life more quickly and accurately than traditional methods. The standard techniques do not usually involve quantification and comprehensive identification of quality-related components, requiring more resources and being environmentally unfriendly (Garcia *et al.*, 2016; Zhao *et al.*, 2019).

As can be seen in Table 1, studies applying metabolomics in fresh produce are still scarce. Garcia *et al.* (2016) studied metabolic changes of two cultivars of iceberg lettuce after cutting and after five days of storage at 7 °C, applying an untargeted metabolomic approach. Molecular features indicated a clear separation between the different lettuces, highlighting a time-dependent effect. In general, phenolic compounds increased after storage time, and the composition of amino acids, fatty acids, lactones, and phospholipids decreased in five days. The untargeted analysis allowed to associate changes on lettuce metabolome with cultivar and storage time, and the affected compounds were linked to product quality losses.

Technologies like vacuum storage are considered minimal processes and are used to extend food shelf life. Moreover, vacuum impregnation can be applied to introduce functional substances into porous tissues directly and quickly. Zhao *et al.* (2019) evaluated the addition of fish gelatin and grape seed extract as coating in tilapia fillets vacuum stored under refrigeration, and monitored fish quality through untargeted metabolomics analysis. Some metabolites (creatine, choline and trimethylamine) were related to fresh fillets and decreased during refrigerated storage; organic acids, as lactic acid, were found in stored fillets. Metabolomics allowed a process-quality relationship association: coating with the use of fish gelatin and grape seed extract promoted lower production of organic acids, lower formation of amines, and lower degradation of nucleotides, indicating better product preservation.

Pork patties packed under a modified atmosphere of 80% oxygen and 20% carbon dioxide and stored for 18 days under refrigeration were investigated by untargeted metabolomics. The patties profiles showed essential differences with the addition of two antioxidants (BHT and guarana seed extract): presence of glycerophospholipids, fatty acyls, and compounds derived from protein degradation and lipid oxidation. The oxidation of lipids results in formation of volatile compounds that contribute to off-flavors in meats, influencing its sensory quality. The results of this work indicated that guarana extract proved to be a better antioxidant because it was able to preserve the product against oxidative processes of lipids and proteins (Rocchetti *et al.*, 2020).

Heat treatments

When foods are submitted to thermal processing, the main adverse effects observed in the final products are nutritional losses and formation of toxic or undesirable compounds. Metabolomics allows the evaluation of a wide range of molecules (such as vitamins, organic acids, amino acids, fatty acids, phenolic compounds, carotenoids, among others) that may be affected by heat. This tool can assist choosing the best process and the best operational parameters (as time and temperature) to be used. In this way, differences between fresh and processed foods can be understood, and the repeatability of standardized products can be guaranteed (Rubert *et al.*, 2017).

Teegarden *et al.* (2019b) compared the metabolomic profiles of black raspberry powder and a nectar beverage made from the same powder. The fruit powder was a freeze-dried product, and the nectar was thermally treated at 95 °C for approximately 20 min. Chemical changes were determined using LC/MS-MS. After data pre-processing, a total of 4411 molecules were evaluated, and 547 of them differed between the powder and the nectar. The main anthocyanin degradation products were identified, such as cyanidin chalcone rutinoside, protocatechuic acid, and phloroglucinaldehyde, along with several phenolic degradation compounds, such as functional groups of flavonoids and aldehydes. On the other hand, some important components of raspberry, such as quercetin and phenolic acids, proved to be relatively stable after processing.

The nutritional reduction caused by ultra-high temperature (UHT) treatment in tiger nut milk could be elucidated by untargeted metabolomics. Sugars, as fructose, sucrose, and glucose, were higher in the fresh milk; vitamins, as biotin, and amino

acids, such as arginine, were lower in UHT products. On the other hand, the composition of free fatty acids, including oleic, linoleic and palmitic acids, did not show significant variations. In addition, food additives were detected only in the thermally treated samples, and a polar lipid was revealed as a reliable marker of the fresh product. The technique allowed a fast analysis and a clear understanding of the process-composition relationship, indicating that metabolomics is an interesting alternative to improve food processing (Rubert *et al.*, 2017).

Some vegetables and legumes are not eaten in raw form and are commonly subjected to thermal processing before consumption. For instance, peanuts are usually eaten roasted, and the roasting process is done using hot dry air. Differences between molecular composition of peanuts due to dry-roasting have already been investigated (Klevorn; Dean, 2018). A metabolomics-based methodology using several analytical platforms identified changes in low molecular weight compounds of the peanut. The authors identified 16 of 383 compounds as unique to the roasted peanut, mostly resulting from the amino acid metabolism super-pathway. Products of chemical degradation, such as amines, increased after processing.

Quinoa, potato, tomato and carrot products, as well as vegetable purees, were characterized after thermal processing (blanching, cooking or sterilization) using metabolomics. The phytochemical profiles were determined using LC/GC-MS and NMR techniques. Results demonstrated differences among processed products and among applied pre-treatments (washing and germination). Washing and germination affected the saponin content of quinoa, modifying its organoleptic properties. Moreover, thermal treatments influenced variables such as nutritional composition, flavor compounds and antioxidant capacity. For quinoa seed, protein content was reduced after cooking. For vegetable purees, vitamins, carotenoids, flavonoids and volatile compounds were influenced by blending and heating; in addition, the final metabolite composition was associated with enzymatic activity during processing. Characterization of heated potato products indicated the presence of metabolites belonging to three classes of Maillard products (furans, pyrroles and pyrazines). These molecules are important compounds that can be studied to evaluate the influence of heated foods on human health. Additionally, data for processed tomatoes demonstrated that phenolic profile is an useful variable to discriminate between processes and pre-treatments used (Lalaleo *et al.*, 2020; Lopez-Sanchez *et al.*, 2015; Lucini *et al.*, 2017; Suzme *et al.*, 2014; Zhou *et al.*, 2020).

Drying technologies

Drying is an important technology to prolong food shelf life, being commonly used in vegetables and seasoning. The flowers of daylily (*Hemerocallis fulva* (L.) L.) are traditionally consumed as medicines or foods in East Asia, and the impact of five different drying methods on their chemical constituents was studied. Vacuum freeze-drying (0.006 mbar, -50 °C, 24 hr), solar drying (sunlight for 48 hr), steam drying (steamed at 100 °C for 2 min and dried in sunlight for 48 hr), hot air drying (steamed at 100 °C for 2 min and dried at 65 °C for 9 hr), and a patent drying method (blanched at boiling water for 2 min and dried in sunlight for 48 hr) were evaluated through UHPLC-MS based metabolomics approach. Twenty-seven phenolic constituents were identified. The fingerprinting study indicated no significant differences in phenolic composition between processing methods. However, the blanched flowers kept the most components from freeze-dried daylily. Also, a higher concentration of quercetin and caffeoylquinic acids was found in freeze-dried and steam-dried samples than in the solar, hot air and patent drying method. The results indicated that the drying method could significantly affect the quality of the final product (Sun *et al.*, 2018).

Chen *et al.* (2020) investigated the effect of the drying process on non-volatile compounds of white tea via metabolomic and proteomic approaches. The authors reported that degradation of proteins contributed to the increase in free amino acid levels, and the dehydration stress interrupted the biosynthesis of flavonoids. According to the authors, phenolic compounds can also decrease due to oxidation. The type of tea can generate specific molecular features depending on the drying process, physical changes in the leaves, and oxidation during production. Furthermore, tea brewing time alters its composition, increasing molecule diversity (Gauglitz *et al.*, 2020).

The taste quality of unsmoked Chinese bacon without the addition of nitrite was investigated during its processing using NMR-based metabolomics. Process steps included marinating, air-drying, fermentation, and baking. Contents of amino acids (isoleucine, leucine, valine, alanine, glycine, tyrosine, and phenylalanine), organic acids (lactate, creatine, succinate, taurine, and acetate), and sucrose increased throughout the process. Flavor compounds were formed during all treatments, especially during baking, in which higher levels of metabolites formation occurred (Huang, L. *et al.*, 2020).

Processing by removal of heat

Metabolomics can make a significant contribution to monitor and control food changes during storage under low temperatures (refrigeration or freezing). It is possible to determine whether the treatment conditions are sufficient to preserve quality and safety, to assess shelf life, as well as to follow the ripening stages of products, including flavor and aroma formations. Furthermore, changes in the energy metabolism of vegetables and meats during slow or rapid cooling can be investigated (Wen; Liu; Yu, 2020).

Studies have shown that metabolomics approaches can measure the quality of chilled meats during storage (Castro-Puyana *et al.*, 2017; Lana *et al.*, 2015). For example, the metabolites of chicken meat stored at 4 °C for prolonged periods showed differences over the storage days, which may be caused by meat deterioration due to action of microorganisms and enzymes. The main components responsible for changes were amino acids, amines, nucleosides, nucleotides, carbohydrates, and organic acids. Most amino acids decreased with increasing days, whereas amines increased. Results indicated that metabolic changes increased with longer refrigerated storage time (Wen; Liu; Yu, 2020).

Meat products are generally preserved using low storage temperatures, which are often combined with other methods, such as salting, marinating, drying, or fermentation. Sugimoto *et al.* (2020) made use of the metabolomics analysis to evaluate dry-cured ham during its ripening process at temperatures below 4 °C; the authors detected that amino acid concentration gradually increased during ripening, as well as the concentration of nucleotides and organic acids, which caused an improvement in sensory evaluation. The results showed that ham ripening time could be reduced from 680 to 540 days without jeopardizing the product flavor and quality. In another study, volatile flavor compounds from black pig dry-cured ham were investigated by GC/MS-MS. The authors also observed an increase of some components as processing time increases, with the main compounds being formed at 210 days of ripening. The characterized compounds were aldehydes and alcohols, originated from amino acid degradation and fatty acid oxidation (Shi; Li; Huang, 2019).

Fermentation

Fermentation is an old, natural, and economical method of processing and preserving foods. It enhances flavor, nutritional value, and digestibility of products. This technique had been performed for centuries without an understanding of the underlying process; nowadays, greater knowledge about fermented products is being built thanks to analytical tools such as omic science.

Metabolomics in fermented foods enables to predict the sensory and nutritional quality of final products and to observe their metabolic changes. The tool has been applied to establish composition-function relationships and to observe changes in the metabolomic profile during fermentation. Several metabolites linked to properties of health, aroma and flavor have been found. Moreover, its application can provide a better understanding of microbial communities and their impact on products than traditional culture-dependent techniques (Kim *et al.*, 2016; Mozzi *et al.*, 2013; Rizo *et al.*, 2020b). In addition, fermented products can be monitored during their production process, allowing better control of the processing time necessary to achieve a desired effect.

Quality characteristics of milk products, such as yogurts, are influenced by several aspects, being the fermentative process one of the most important. It is essential to know milk characteristics, starter cultures, and the best fermentation conditions to have a controlled process and a good final product. A metabolomics approach was applied to monitor changes in milk caused by fermentation for 24 hours. It was observed that protein and lactose hydrolysis increased, forming amino acids, lactate, acetate, and citrate. The milk heat treatment and the lactic acid bacteria strains affected the concentration of these compounds, and the evaluation made it possible to understand the nutritional characterization of the final yogurt (Trimigno *et al.*, 2020).

The winemaking processes can benefit from the use of metabolomics analysis. Changes in metabolite concentrations, mainly phenolic compounds, can strongly influence the sensory perception of wines. In these products, aroma attributes produced during fermentation are more complex than taste attributes, being associated with specific features (Cuadros-Inostroza *et al.*, 2020). As can be seen in Table 1, the volatile composition of wines has already been assessed through metabolomics. Oliveira *et al.* (2020) studied the impact of different closures on the volatile profile of white wine and observed the main differences between the cork and synthetic closures. The results found suggested that cork closures may retain higher concentrations of some volatile

compounds, mainly esters, in white wine compared to synthetic closures. Most of the identified compounds have been related to the sensory properties of wines, and the aroma was better sensorially evaluated in samples sealed with cork stoppers.

Foodomics has also been used to verify the effects of fermentation processes on different compounds found in beers. Ale and large beers have different metabolite profiles, depending on the raw materials, fermentation, and production process. The metabolomics approach allowed identifying factors as alcohol content, hop content, and wheat-related metabolites as responsible for differences between ale and large beers. The metabolite identified as 2,3-butanediol was linked to alcohol content; the higher concentrations of malic and propionic acids and sucrose in ale beers may be due to differences in hops (Seo *et al.*, 2020). Palmioli *et al.* (2020) applied NMR spectroscopy and chemometric approaches to discriminate craft and industrial beers and found different product features. The targeted metabolomics allowed identifying the main metabolites (organic acids, carbohydrates, and nucleosides) responsible for the two classes of segregation. Industrial beers had higher levels of adenosine and trehalose, while craft beers showed higher quantities of asparagine, trigonelline and organic acids.

The fermentation steps of the coffee-making process are similarly of great importance for the final product quality. The microbial community dynamics are affected by type of processing and fermentation time. These variables also influence the green coffee bean composition, with long fermentation times resulting in a fruitier and more acidic product (Zhang, S. J. *et al.*, 2019). Cocoa bean fermentation is a crucial stage of chocolate production. This process was simulated on a lab-scale to replicate its microbial dynamics and metabolomic changes. The preservation of phenolic compounds and the higher production of acetic acid by acetic acid bacteria were responsible for a more acidic and bitter taste profile. Furthermore, the generated peptides seemed to be involved with bean-specific flavors and aroma (John *et al.*, 2019).

Di Nunzio *et al.* (2020) reported that sourdough fermentation caused an increase of tocopherol concentration compared to conventional fermented bread, indicating that the type of fermentation might impact the functional properties of the product. In addition, the enrichment of biscuits and bread with defatted olive pomace increased the concentration of phenolic compounds in the final products, enabling health benefits improvement. The type of flour and the fermentation also influenced total phenolic content. Another study demonstrated that the metabolomics analysis may be a valuable

tool to predict different flavoring impacts of flours and chemical or biological acidifications on fermented doughs (Balestra *et al.*, 2015).

Chemical and enzymatic treatment

Other biotechnological processes as enzymatic processes can also be better understood using metabolomics. The tool can help to elucidate the complex biochemical transformations in food matrices. The enzyme-metabolite interplay and the formation of key flavor metabolites can be revealed, and protein expression can be determined (Huang, X. *et al.*, 2020). This analytical tool is usually less time-consuming, generates more reliable results, and is easier to be applied than other alternative methodologies.

Proteomics and metabolomics analyzes were performed in processed tea leaves to verify dynamic changes of characteristic constituents due to the enzymatic-catalyzed process. Flavoring compounds, free amino acids, glycosides, and anthocyanins contributed to the taste and aroma of the tea. Moreover, the production or change of metabolites resulted from responses to environmental stress conditions and consequent enzymatic reactions. Furthermore, the increase of amino acids was probably caused by enzymatic hydrolysis of low-molecular-weight proteins and peptides (Huang, X. *et al.*, 2020).

The application of starter cultures was tested in cheeses made from raw or pasteurized sheep's milk and the metabolic profiles were analyzed by gas-chromatography mass-spectrometry. Results showed that lactic acid bacteria can reduce cheese ripening time and improve its functional properties. The metabolite profile of the product can be associated with its microbiota and is responsible for the occurrence of enzymatic reactions. For example, free amino acids were found in samples that had higher microbial communities. Moreover, the enzymes that affect the ripening stage could be from rennet, milk, or microorganisms (Saidi *et al.*, 2020).

Emerging technologies

Nowadays, innovative processes are gaining space within the food industry due to their several advantages over traditional methods, like reducing processing time, extended preservation, product quality improvement, low energy consumption, and being environmentally sustainable. Most of the emerging technologies are in the early stages of research or implementation (Galanakis, 2013b; Misra, N.N. *et al.*, 2017).

Thus, as shown in Table 1, there are still few studies regarding their evaluation through metabolomics approaches.

These few studies have shown that metabolomic has proved to be a great option to evaluate the effects of applying new technologies for food preservation. It can quickly and promisingly determine the effectiveness of the treatments to inactivate microorganisms or enzymes. In addition, the effect of these innovative technologies on bioactive compounds present in food matrices can be better understood with the use of the metabolomics. Moreover, changes in sensory characteristics of final products can be easily explained using targeted or untargeted approaches.

Cold plasma technology has been applied to preserve fruits and vegetables. Metabolomics analysis suggested that this treatment had improved the biosynthesis of metabolites and of two kinds of plant hormones, and promoted the accumulation of flavonoids and anthocyanins in fresh-cut strawberries. It also contributed to the enhancement of their antioxidant capacity. Results suggested that dielectric barrier discharge plasma at 45 kV for 1 min maintained the textural properties and inhibited microbial growth preserving the quality of cut strawberries during one week storage period at 4 °C (Li *et al.*, 2019). Betoret *et al.* (2017) studied the high-pressure homogenization process in mandarin juices by NMR-based approach. The increase in homogenization pressures resulted in lower significant degradation of bioactive compounds during storage, and the addition of trehalose also contributed to a lower loss of flavonoids. The effects of the technology on microbiological aspects were elucidated by identifying key molecules responsible for the evolution of the microorganism profile over the storage period.

The effects of electron beam irradiation doses and storage time in pork tenderloin exudates were monitored through NMR analysis. The methodology allowed addressing the main metabolic changes that occurred during storage and to established process-composition relationships (knowledge about the irradiation effect on these transformations). Results indicated that doses applied above 1 kGy had a preservative effect for up to 12 days of storage. The method proved to be an excellent tool to evaluate and control quality characteristics of meats submitted to the irradiation treatment (García-García *et al.*, 2019).

4.2.3 Challenges and future perspectives

Metabolomic studies are challenging because they involve the characterization of complex and diverse biological matrices, including compounds of the most varied volatilities or polarities. In particular, methodologies that use untargeted metabolomics are difficult to optimize because there may be unknown relevant compounds instead of targeted approaches where reference and standards are commonly available (Lacalle-Bergeron *et al.*, 2021). Regarding metabolomics for food processing evaluation, the main challenges are: (1) to understand the potential usage of the technology; (2) to implement laboratory techniques; (3) to have equipment availability and trained staff.

The first and main step of the metabolomic analysis is sample collection and preparation. Random or systematic errors and confounding factors need to be minimized during this stage to ensure the generation of reliable and reproducible data. Moreover, transport and storage conditions must be established and monitored to avoid chemical or enzymatic reactions. Sample preparation should be compatible with the analytical method and allow for the extraction of a maximum number of metabolites, and simple extraction methods using solvents should be standardized (Feizi *et al.*, 2021).

Various equipment and separation mechanisms can be used, and a diversity of mobile and stationary phases is currently available. Furthermore, different ionization techniques can be applied in mass spectrometry, yielding different results. Versatility in separating and detecting a wide range of metabolites, accurate mass information, high specificity, robustness, and resolution of analyzers have proven to be more effective for identification procedures (Li *et al.*, 2017; Mihailova *et al.*, 2021).

The quality of data processing is a challenge to refine the data matrix. Some methodologies (scaling, normalization, and data transformation) allow the reduction of variabilities due to experimental errors. Many informatics tools similarly scrutinize the data, but there may be differences through the steps performed. Data interpretation is also an essential step and often limited, and the high amount of non-reported compounds in databases still makes the identification of biomarkers harder (De Livera *et al.*, 2012; Lacalle-Bergeron *et al.*, 2021).

In addition, various software are available for statistical analysis. The dataset must be first pre-filtered to reduce the number of features and eliminate irrelevant signals, which increases the explained variance. Some methods can mask results; in this

case, supervised techniques may be indicated. A combination of univariate and multivariate analysis is the best choice for selecting markers as it is more complete and satisfactory. However, the elucidation of potential markers and their structural characterization from statistical data are still challenging to achieve (Lacalle-Bergeron *et al.*, 2021; Sadiq *et al.*, 2020).

There is still work to be done to overcome these challenges and integrate metabolomics with different areas of life science, including food processing. This integration will be supported by the growth of bioinformatics, including approaches for the identification of compounds and tools for metabolic pathway and network interpretation. Moreover, this technology will be more comprehensible with more user-friendly software, which will encourage researchers who would like to move into this field.

4.2.4 Conclusions

This review shows the importance of applying metabolomics analysis to identify changes in food metabolic profiles due to processing. It was possible to perceive through the most recent research in this area that metabolomics can provide a better understanding of process-composition-function relationships, ensuring the quality of products and processes. This tool allows analysis of the most diverse food matrices in a fast, accurate and environmentally friendly way. In addition, it enables the identification and quantification of a wide range of compounds, associating them to sensory and health properties. Overall, metabolomics proved to be an excellent method to control, evaluate, and improve industrial processes, allowing science-based development of high-quality foods. Nevertheless, the development and improvement of reliable databases of food metabolites and the integration with other techniques are required for its practical and industrial application.

4.2.5. References

Balestra, F., Laghi, L., Taneyo Saa, D., Gianotti, A., Rocculi, P., & Pinnavaia, G. (2015). Physico-chemical and metabolomic characterization of KAMUT® Khorasan and durum wheat fermented dough. *Food Chemistry*, 187, 451–459. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.04.041>

Begou, O., Gika, H. G., Wilson, I. D., & Theodoridis, G. (2017). Hyphenated MS–Based Targeted approaches in metabolomics. *The Analyst*, *141*(1), 100–110. <https://doi.org/10.1039/C7AN00812K>

Betoret, E., Mannozi, C., Dellarosa, N., Laghi, L., Rocculi, P., & Dalla Rosa, M. (2017). Metabolomic studies after high pressure homogenization processed low pulp mandarin juice with trehalose addition. Functional and technological properties. *Journal of Food Engineering*, *200*, 22–28. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2016.12.011>

Böhme, K., Calo-Mata, P., Barros-Velázquez, J., & Ortea, I. (2019). Recent applications of omics-based technologies to main topics in food authentication. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, *110*, 221–232. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2018.11.005>

Castro-Puyana, M., Pérez-Míguez, R., Montero, L., & Herrero, M. (2017). Application of mass spectrometry-based metabolomics approaches for food safety, quality and traceability. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, *93*, 102–118. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2017.05.004>

Cevallos-Cevallos, J. M., & Reyes-De-Corcuera, J. I. (2012). Metabolomics in food science. In *Advances in Food and Nutrition Research* (Vol. 67, pp. 1–24). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-394598-3.00001-0>

Chen, Q., Shi, J., Mu, B., Chen, Z., Dai, W., & Lin, Z. (2020). Metabolomics combined with proteomics provides a novel interpretation of the changes in nonvolatile compounds during white tea processing. *Food Chemistry*, *332*, 127412. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127412>

Cuadros-Inostroza, Á., Verdugo-Alegría, C., Willmitzer, L., Moreno-Simunovic, Y., & Vallarino, J. G. (2020). Non-Targeted metabolite profiles and sensory properties elucidate commonalities and differences of wines made with the same variety but different cultivar clones. *Metabolites*, *10*(6), 220. <https://doi.org/10.3390/metabo10060220>

De Livera, A. M., Dias, D. A., De Souza, D., Rupasinghe, T., Pyke, J., Tull, D., Roessner, U., McConville, M., & Speed, T. P. (2012). Normalizing and Integrating Metabolomics Data. *Analytical Chemistry*, *84*(24), 10768–10776. <https://doi.org/10.1021/ac302748b>

Di Nunzio, M., Picone, G., Pasini, F., Chiarello, E., Caboni, M. F., Capozzi, F., Gianotti, A., & Bordoni, A. (2020). Olive oil by-product as functional ingredient in bakery products. Influence of processing and evaluation of biological effects. *Food Research International*, *131*, 108940. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.108940>

Diez-Simon, C., Mumm, R., & Hall, R. D. (2019). Mass spectrometry-based metabolomics of volatiles as a new tool for understanding aroma and flavour chemistry in processed food products. *Metabolomics*, *15*(3), 41. <https://doi.org/10.1007/s11306-019-1493-6>

Erban, A., Fehrlé, I., Martinez-Seidel, F., Brigante, F., Más, A. L., Baroni, V., Wunderlin, D., & Kopka, J. (2019). Discovery of food identity markers by

metabolomics and machine learning technology. *Scientific Reports*, 9(1), 9697. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-46113-y>

Feizi, N., Hashemi-Nasab, F. S., Golpelichi, F., Saburouh, N., & Parastar, H. (2021). Recent trends in application of chemometric methods for GC-MS and GC×GC-MS-based metabolomic studies. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 138, 116239. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2021.116239>

Feng, Z., Ding, C., Li, W., Wang, D., & Cui, D. (2020). Applications of metabolomics in the research of soybean plant under abiotic stress. *Food Chemistry*, 310, 125914. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125914>

Fiehn, O., Kopka, J., Dörmann, P., Altmann, T., Trethewey, R. N., & Willmitzer, L. (2000). Metabolite profiling for plant functional genomics. *Nature Biotechnology*, 18(11), 1157–1161. <https://doi.org/10.1038/81137>

Fraga-Corral, M., Carpena, M., Garcia-Oliveira, P., Pereira, A. G., Prieto, M. A., & Simal-Gandara, J. (2020). Analytical Metabolomics and Applications in Health, Environmental and Food Science. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 24. <https://doi.org/10.1080/10408347.2020.1823811>

Galanakis, C. M. (2013). Emerging technologies for the production of nutraceuticals from agricultural by-products: A viewpoint of opportunities and challenges. *Food and Bioprocess Technology*, 9(4), 575–579. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2013.01.004>

Garcia, C. J., García-Villalba, R., Garrido, Y., Gil, M. I., & Tomás-Barberán, F. A. (2016). Untargeted metabolomics approach using UPLC-ESI-QTOF-MS to explore the metabolome of fresh-cut iceberg lettuce. *Metabolomics*, 12(8), 138. <https://doi.org/10.1007/s11306-016-1082-x>

García-García, A. B., Herrera, A., Fernández-Valle, M. E., Cambero, M. I., & Castejón, D. (2019). Evaluation of E-beam irradiation and storage time in pork exudates using NMR metabolomics. *Food Research International*, 120, 553–559. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.11.005>

Gauglitz, J. M., Aceves, C. M., Aksenov, A. A., Aleti, G., Almaliti, J., Bouslimani, A., Brown, E. A., Campeau, A., Caraballo-Rodríguez, A. M., Chaar, R., da Silva, R. R., Demko, A. M., Di Ottavio, F., Elijah, E., Ernst, M., Ferguson, L. P., Holmes, X., Jarmusch, A. K., Jiang, L., ... Dorrestein, P. C. (2020). Untargeted mass spectrometry-based metabolomics approach unveils molecular changes in raw and processed foods and beverages. *Food Chemistry*, 302, 125290. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125290>

Huang, L., Zeng, X., Ye, Y., Cheng, L., Pan, D., He, J., & Dang, Y. (2020). NMR-based metabolomics profiling of no-added-nitrite Chinese bacon (unsmoked) during processing. *Journal of Food Science*, 85(4), 1027–1036. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.15022>

Huang, X., Cao, H., Guo, Y., Liu, J., Sun, Y., Liu, S., Lin, J., Wei, S., & Wu, L. (2020). The dynamic change of oolong tea constituents during enzymatic-catalysed

process of manufacturing. *International Journal of Food Science & Technology*, *ijfs*.14694. <https://doi.org/10.1111/ijfs.14694>

Ibáñez, C., García-Cañas, V., Valdés, A., & Simó, C. (2013). Novel MS-based approaches and applications in food metabolomics. *Trends in Analytical Chemistry*, *52*, 100–111. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2013.06.015>

John, W. A., Böttcher, N. L., Aßkamp, M., Bergounhou, A., Kumari, N., Ho, P.-W., D'Souza, R. N., Nevoigt, E., & Ullrich, M. S. (2019). Forcing fermentation: Profiling proteins, peptides and polyphenols in lab-scale cocoa bean fermentation. *Food Chemistry*, *278*, 786–794. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.11.108>

Kamiloglu, S., Van Camp, J., & Capanoglu, E. (2018). Black carrot polyphenols: Effect of processing, storage and digestion—an overview. *Phytochemistry Reviews*, *17*(2), 379–395. <https://doi.org/10.1007/s11101-017-9539-8>

Kim, S., Kim, J., Yun, E. J., & Kim, K. H. (2016). Food metabolomics: From farm to human. *Current Opinion in Biotechnology*, *37*, 16–23. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2015.09.004>

Klevorn, C. M., & Dean, L. L. (2018). A metabolomics-based approach identifies changes in the small molecular weight compound composition of the peanut as a result of dry-roasting. *Food Chemistry*, *240*, 1193–1200. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.08.058>

Lacalle-Bergeron, L., Izquierdo-Sandoval, D., Sancho, J. V., López, F. J., Hernández, F., & Portolés, T. (2021). Chromatography hyphenated to high resolution mass spectrometry in untargeted metabolomics for investigation of food (bio)markers. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, *135*, 116161. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.116161>

Lalaleo, L., Hidalgo, D., Valle, M., Calero-Cáceres, W., Lamuela-Raventós, R. M., & Becerra-Martínez, E. (2020). Differentiating, evaluating, and classifying three quinoa ecotypes by washing, cooking and germination treatments, using ¹H NMR-based metabolomic approach. *Food Chemistry*, *331*, 127351. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127351>

Lana, A., Longo, V., Dalmasso, A., D'Alessandro, A., Bottero, M. T., & Zolla, L. (2015). Omics integrating physical techniques: Aged Piedmontese meat analysis. *Food Chemistry*, *172*, 731–741. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.146>

Lay, J. O., Liyanage, R., Borgmann, S., & Wilkins, C. L. (2006). Problems with the “omics.” *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, *25*(11), 1046–1056. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2006.10.007>

León, C., Cifuentes, A., & Valdés, A. (2018). Foodomics Applications. In *Comprehensive Analytical Chemistry* (Vol. 82, pp. 643–685). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/bs.coac.2018.06.008>

Li, M., Li, X., Han, C., Ji, N., Jin, P., & Zheng, Y. (2019). Physiological and metabolomic analysis of cold plasma treated fresh-cut strawberries. *Journal of*

Agricultural and Food Chemistry, 67(14), 4043–4053.
<https://doi.org/10.1021/acs.jafc.9b00656>

Li, Y., Jin, Y., Yang, S., Zhang, W., Zhang, J., Zhao, W., Chen, L., Wen, Y., Zhang, Y., Lu, K., Zhang, Y., Zhou, J., & Yang, S. (2017). Strategy for comparative untargeted metabolomics reveals honey markers of different floral and geographic origins using ultrahigh-performance liquid chromatography-hybrid quadrupole-orbitrap mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1499, 78–89. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2017.03.071>

Liu, X., & Locasale, J. W. (2017). Metabolomics: A primer. *Trends in Biochemical Sciences*, 42(4), 274–284. <https://doi.org/10.1016/j.tibs.2017.01.004>

López-Ruiz, R., Romero-González, R., & Garrido Frenich, A. (2019). Metabolomics approaches for the determination of multiple contaminants in food. *Current Opinion in Food Science*, 28, 49–57. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2019.08.006>

Lopez-Sanchez, P., de Vos, R. C. H., Jonker, H. H., Mumm, R., Hall, R. D., Bialek, L., Leenman, R., Strassburg, K., Vreeken, R., Hankemeier, T., Schumm, S., & van Duynhoven, J. (2015). Comprehensive metabolomics to evaluate the impact of industrial processing on the phytochemical composition of vegetable purees. *Food Chemistry*, 168, 348–355. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.07.076>

Lucini, L., Rocchetti, G., Kane, D., & Trevisan, M. (2017). Phenolic fingerprint allows discriminating processed tomato products and tracing different processing sites. *Food Control*, 73, 696–703. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2016.09.020>

Mielko, K. A., Pudelko-Malik, N., Tarczewska, A., & Młynarz, P. (2021). NMR spectroscopy as a “green analytical method” in metabolomics and proteomics studies. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 22, 100474. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2021.100474>

Mihailova, A., Kelly, S. D., Chevallier, O. P., Elliott, C. T., Maestroni, B. M., & Cannavan, A. (2021). High-resolution mass spectrometry-based metabolomics for the discrimination between organic and conventional crops: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 110, 142–154. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.01.071>

Misra, N. N., Koubaa, M., Roohinejad, S., Juliano, P., Alpas, H., Inácio, R. S., Saraiva, J. A., & Barba, F. J. (2017). Landmarks in the historical development of twenty first century food processing technologies. *Food Research International*, 97, 318–339. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.05.001>

Mozzi, F., Ortiz, M. E., Bleckwedel, J., De Vuyst, L., & Pescuma, M. (2013). Metabolomics as a tool for the comprehensive understanding of fermented and functional foods with lactic acid bacteria. *Food Research International*, 54(1), 1152–1161. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.11.010>

Oliveira, A. S., Furtado, I., Bastos, M. de L., Guedes de Pinho, P., & Pinto, J. (2020). The influence of different closures on volatile composition of a white wine. *Food Packaging and Shelf Life*, 23, 100465. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.100465>

Palmioli, A., Alberici, D., Ciaramelli, C., & Airoidi, C. (2020). Metabolomic profiling of beers: Combining 1H NMR spectroscopy and chemometric approaches to discriminate craft and industrial products. *Food Chemistry*, 327, 127025. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127025>

Pezzatti, J., Boccard, J., Codesido, S., Gagnebin, Y., Joshi, A., Picard, D., González-Ruiz, V., & Rudaz, S. (2020). Implementation of liquid chromatography–high resolution mass spectrometry methods for untargeted metabolomic analyses of biological samples: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 1105, 28–44. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2019.12.062>

Pinu, F. R. (2016). Early detection of food pathogens and food spoilage microorganisms: Application of metabolomics. *Trends in Food Science & Technology*, 54, 213–215. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2016.05.018>

Rizo, J., Guillén, D., Farrés, A., Díaz-Ruiz, G., Sánchez, S., Wacher, C., & Rodríguez-Sanoja, R. (2020). Omics in traditional vegetable fermented foods and beverages. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 60(5), 791–809. <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1551189>

Rocchetti, G., Barba, F. J., Lorenzo, J. M., Munekata, P. E. S., Bernardo, L., Tomasevic, I., Pateiro, M., & Lucini, L. (2020). Untargeted metabolomics to explore the oxidation processes during shelf life of pork patties treated with guarana seed extracts. *International Journal of Food Science & Technology*, 55(3), 1002–1009. <https://doi.org/10.1111/ijfs.14329>

Rocchetti, G., Giuberti, G., & Lucini, L. (2018). Gluten-free cereal-based food products: The potential of metabolomics to investigate changes in phenolics profile and their in vitro bioaccessibility. *Current Opinion in Food Science*, 22, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2017.10.007>

Rubert, J., Monforte, A., Hurkova, K., Pérez-Martínez, G., Blesa, J., Navarro, J. L., Stranka, M., Soriano, J. M., & Hajslova, J. (2017). Untargeted metabolomics of fresh and heat treatment Tiger nut (*Cyperus esculentus* L.) milks reveals further insight into food quality and nutrition. *Journal of Chromatography A*, 1514, 80–87. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2017.07.071>

Sadiq, F. A., Yan, B., Zhao, J., Zhang, H., & Chen, W. (2020). Untargeted metabolomics reveals metabolic state of *Bifidobacterium bifidum* in the biofilm and planktonic states. *LWT - Food Science and Technology*, 118, 108772. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.108772>

Saidi, V., Sheikh-Zeinoddin, M., Kobarfard, F., & Soleimanian-Zad, S. (2020). Bioactive characteristics of a semi-hard non-starter culture cheese made from raw or pasteurized sheep's milk. *3 Biotech*, 10(3), 85. <https://doi.org/10.1007/s13205-020-2075-z>

Seo, S.-H., Kim, E.-J., Park, S.-E., Park, D.-H., Park, K. M., Na, C.-S., & Son, H.-S. (2020). GC/MS-based metabolomics study to investigate differential metabolites between ale and lager beers. *Food Bioscience*, 36, 100671. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100671>

Shi, Y., Li, X., & Huang, A. (2019). A metabolomics-based approach investigates volatile flavor formation and characteristic compounds of the Dahe black pig dry-cured ham. *Meat Science*, *158*, 107904. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2019.107904>

Sugimoto, M., Sugawara, T., Obiwa, S., Enomoto, A., Kaneko, M., Ota, S., Soga, T., & Tomita, M. (2020). Sensory properties and metabolomic profiles of dry-cured ham during the ripening process. *Food Research International*, *129*, 108850. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.108850>

Sun, J., Liu, W., Zhang, M., Geng, P., Shan, Y., Li, G., Zhao, Y., & Chen, P. (2018). The analysis of phenolic compounds in daylily using UHPLC-HRMSⁿ and evaluation of drying processing method by fingerprinting and metabolomic approaches. *Journal of Food Processing and Preservation*, *42*(1), e13325. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13325>

Suzme, S., Boyacioglu, D., Toydemir, G., & Capanoglu, E. (2014). Effect of industrial juice concentrate processing on phenolic profile and antioxidant capacity of black carrots. *International Journal of Food Science & Technology*, *49*(3), 819–829. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12370>

Teegarden, M. D., Schwartz, S. J., & Cooperstone, J. L. (2019). Profiling the impact of thermal processing on black raspberry phytochemicals using untargeted metabolomics. *Food Chemistry*, *274*, 782–788. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.09.053>

Trimigno, A., Bøge Lyndgaard, C., Atladóttir, G. A., Aru, V., Balling Engelsen, S., & Harder Clemmensen, L. K. (2020). An NMR metabolomics approach to investigate factors affecting the yoghurt fermentation process and quality. *Metabolites*, *10*(7), 293. <https://doi.org/10.3390/metabo10070293>

Wang, A., Li, R., Ren, L., Gao, X., Zhang, Y., Ma, Z., Ma, D., & Luo, Y. (2018). A comparative metabolomics study of flavonoids in sweet potato with different flesh colors (*Ipomoea batatas* (L.) Lam). *Food Chemistry*, *260*, 124–134. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.03.125>

Wen, D., Liu, Y., & Yu, Q. (2020). Metabolomic approach to measuring quality of chilled chicken meat during storage. *Poultry Science*, *99*(5), 2543–2554. <https://doi.org/10.1016/j.psj.2019.11.070>

Zhang, J., Hu, Q., Yu, Q., Chen, Y., Zhao, Y., & Qie, M. (2020). Metabolomics analysis in food authentication. In *Reference Module in Food Science* (pp. 1–10). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100596-5.22793-5>

Zhang, S. J., De Bruyn, F., Pothakos, V., Contreras, G. F., Cai, Z., Moccand, C., Weckx, S., & De Vuyst, L. (2019). Influence of various processing parameters on the microbial community dynamics, metabolomic profiles, and cup quality during wet coffee processing. *Frontiers in Microbiology*, *10*, 2621. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2019.02621>

Zhao, X., Wu, J., Chen, L., & Yang, H. (2019). Effect of vacuum impregnated fish gelatin and grape seed extract on metabolite profiles of tilapia (*Oreochromis*

niloticus) filets during storage. *Food Chemistry*, 293, 418–428. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.05.001>

Zhou, X., Ulaszewska, M. M., Cuparencu, C., De Gobba, C., Vázquez-Manjarrez, N., Gürdeniz, G., Chen, J., Mattivi, F., & Dragsted, L. O. (2020). Urine metabolome profiling reveals imprints of food heating processes after dietary intervention with differently cooked potatoes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 68(22), 6122–6131. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.0c01136>

7. DISCUSSÃO GERAL

Novos hábitos do consumidor estimulam a indústria de alimentos e bebidas a inovar processos e produtos. As atuais legislações de alimentos aliadas à tendência do consumo de alimentos *clean label* acarretam em novos desafios para o ramo, o que reflete em novas tecnologias e produtos diferenciados, com misturas de sabores, cores e aromas. Um mercado em tendência é o de sucos de frutas, que aliam a praticidade de consumo com diferentes qualidades sensoriais, sendo uma forma atrativa de consumo de frutas e até verduras, em conjunto com os benefícios que esses alimentos agregam para a saúde humana. No entanto, as características sensoriais e nutricionais dessas bebidas podem sofrer alterações após a aplicação de algum método de conservação, o que muitas vezes é indesejável.

Assim, nesse trabalho foram avaliados os efeitos da aplicação de tecnologias de processamento em dois tipos de sucos, um obtido a partir da pitaya vermelha e o outro de uma mistura de frutas e vegetais como maçã, laranja, couve e limão, tendo como proposta inicial o uso da análise metabolômica como ferramenta para avaliar os compostos bioativos, além da caracterização física, físico-química e sensorial dos produtos processados. Uma revisão sistemática sobre as principais aplicações da análise metabolômica no processamento de alimentos foi realizada, considerando artigos atuais de grande impacto pesquisados em diferentes bases de dados, que mostrou a importância dessa técnica para avaliar as alterações na composição química de alimentos e bebidas ocorridas após os diversos processos de conservação existentes.

A pitaya foi escolhida inicialmente como matéria-prima para obtenção do suco por ser ainda uma fruta pouco explorada e devido à sua sazonalidade, principalmente no estado do Rio Grande do Sul, o que torna o seu uso interessante na produção de alimentos e bebidas derivados dessa fruta. Além disso, existem poucos estudos sobre efeitos de aplicação de processos em compostos de interesse presentes na pitaya, e o seu suco é um produto ainda pouco disponível no mercado brasileiro. Foi realizado então um estudo preliminar de aplicação de dois tipos de pasteurização no suco da pitaya, através do qual se verificou um problema de diluição do suco no equipamento, que foi posteriormente contornado. Entretanto, também foi possível observar que o suco de pitaya possui poucos metabólitos identificados, impedindo assim a utilização da abordagem metabolômica não direcionada. Optou-se então por estudar a aplicação de uma tecnologia inovadora como o aquecimento ôhmico para averiguar o seu efeito

sobre a estabilidade térmica das betalaínas, pigmentos responsáveis pela cor presente no suco, já que poucas pesquisas até então investigaram o comportamento desses compostos frente à aplicação de um campo elétrico.

Para isso, um estudo de cinética em três diferentes temperaturas e longos tempos de aquecimento foi conduzido, submetendo-se os sucos aos mesmos perfis de temperatura em aquecimentos ôhmico e convencional. A estabilidade das betalaínas frente ao tratamento convencional inviabilizou a construção das curvas de degradação e a modelagem matemática. Mas um efeito significativo foi observado após a aplicação do campo elétrico, sugerindo a ocorrência de reações eletroquímicas que resultaram na degradação das betalaínas.

O surgimento de uma parceria com uma empresa de produção de sucos mistos prensados a frio e comercializados congelados ou refrigerados com uma vida útil muito curta possibilitou a continuidade do projeto. Foi proposto assim um estudo da aplicação de um tratamento térmico convencional acessível para a indústria com o objetivo de prolongar a durabilidade com a maior retenção dos compostos bioativos presentes na bebida, permitindo até uma comercialização do produto em maior escala. A seleção do suco foi feita baseada nas frutas da safra durante o período de realização do projeto.

A análise metabolômica direcionada foi utilizada para avaliar a aplicação de dois tipos de pasteurização no suco misto, submetido também à caracterização física, físico-química e sensorial. Os resultados demonstraram que a escolha do processo é dependente de alguns fatores que devem ser considerados, como o aumento ou redução da concentração de determinados compostos bioativos e a aceitação sensorial. O tratamento térmico com uso de alta temperatura e curto período de tempo se mostrou uma boa alternativa na retenção de compostos, como alguns carotenoides e compostos fenólicos, no entanto resultou em uma maior degradação das clorofilas, causando alterações na coloração dos sucos, fazendo-se necessário um aprimoramento da cor final do produto processado.

De forma geral, o estudo enfatizou o uso de novas ferramentas como a metabolômica para análise de compostos químicos, assim como de alternativas para o processamento de alimentos como os sucos, visando fornecer informações relevantes que podem ser consideradas pelas indústrias de bebidas. O projeto propôs o uso de indicadores de qualidade como alguns compostos fenólicos, carotenoides, clorofilas e betalaínas para avaliar o seu grau de degradação ou retenção em sucos de frutas ou

vegetais, os quais podem ser utilizados como um dos critérios para a definição do processamento térmico ideal para cada produto.

8. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos a partir desse trabalho enfatizam a necessidade da realização de estudos que avaliem a aplicação de cada tecnologia existente ou em fase de desenvolvimento para conservação dos mais diversos tipos de alimentos atualmente disponíveis. Isso se faz necessário porque cada processo pode influenciar de forma distinta a composição química, nutricional e microbiológica, além das características físicas e organolépticas dos produtos processados. O uso de abordagens como a análise metabolômica direcionada por meio de técnicas como a Cromatografia Líquida de Alta Eficiência Acoplada a Espectrometria de Massas permite uma ampla compreensão dos efeitos de cada processamento nos inúmeros compostos químicos presentes em cada amostra.

O suco misto avaliado apresentou mínimas alterações de parâmetros físico-químicos e reológicos após os dois diferentes tratamentos térmicos aplicados, no entanto alterações na cor foram constatadas e percebidas pelos consumidores, além de mudanças nos teores de compostos bioativos. O uso de altas temperaturas por curtos tempos de processamento resultou em efeitos positivos de aumento substancial de alguns compostos antioxidantes, como carotenoides e compostos fenólicos, o que compensou a degradação de outros e até aumentou o poder antioxidante final do produto. Ainda, a perda da tonalidade verde do suco não diminuiu de forma tão significativa a aceitabilidade do produto, já que não foram percebidas alterações de parâmetros como sabor e aroma. Já os pigmentos presentes no suco de pitaya sofreram degradação após aplicação do aquecimento ôhmico durante longos tempos de processo, sugerindo que este tratamento pode não ser recomendado para produtos que contenham betalaínas nas condições testadas. Além disso, essas se mostraram relativamente estáveis após tratamentos térmicos convencionais aplicados nas mesmas condições, indicando que os efeitos não térmicos são os responsáveis pelas alterações em suas concentrações, e que esses compostos podem ser adicionados para conferir cor em alimentos que sejam submetidos à ação do calor.

9. PERSPECTIVAS

Como perspectivas futuras deste trabalho, tem-se:

- a realização de análises de *shelf life* do suco misto após os processos de pasteurização, avaliando-se a eficácia dos tratamentos frente ao microrganismo indicador durante o armazenamento do produto, assim como a realização de testes sensoriais para verificar alterações organolépticas ao longo do armazenamento sob refrigeração;
- a análise da estabilidade dos compostos bioativos dos sucos durante o seu período de validade;
- a realização de mais estudos com as betalaínas da pitaya vermelha a partir de outras ferramentas como Análise de Infravermelho a fim de melhor compreender os efeitos não térmicos da aplicação do aquecimento ôhmico;
- o estudo dos efeitos da aplicação da tecnologia de aquecimento ôhmico no suco misto.

10. REFERÊNCIAS

AAMIR, M.; JITTANIT, W. Ohmic heating treatment for Gac aril oil extraction: Effects on extraction efficiency, physical properties and some bioactive compounds. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 41, p. 224–234, 2017a.

AAMIR, M.; JITTANIT, W. Ohmic heating treatment for Gac aril oil extraction: Effects on extraction efficiency, physical properties and some bioactive compounds. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 41, p. 224–234, 2017b.

AGCAM, E.; AKYILDIZ, A.; AKDEMIR EVRENDILEK, G. Comparison of phenolic compounds of orange juice processed by pulsed electric fields (PEF) and conventional thermal pasteurisation. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 143, p. 354–361, 2014.

AĞÇAM, E.; AKYILDIZ, A.; DÜNDAR, B. Thermal Pasteurization and Microbial Inactivation of Fruit Juices. *In*: FRUIT JUICES. [S. l.]: Elsevier, 2018a. p. 309–339. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128022306000175>. Acesso em: 6 jun. 2022.

AĞÇAM, E.; AKYILDIZ, A.; DÜNDAR, B. Thermal Pasteurization and Microbial Inactivation of Fruit Juices. *In*: FRUIT JUICES. [S. l.]: Elsevier, 2018b. p. 309–339. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128022306000175>. Acesso em: 27 jun. 2022.

AHN, J.; ALFORD, A. R.; NIEMEYER, E. D. Variation in phenolic profiles and antioxidant properties among medicinal and culinary herbs of the Lamiaceae family. **Journal of Food Measurement and Characterization**, [s. l.], v. 14, p. 13, 2020.

ALCÁNTARA-ZAVALA, A. E.; DE DIOS FIGUEROA-CÁRDENAS, J. Shelf life, physicochemical and antioxidant properties of red cactus pear pulque processed by ohmic heating and by conventional pasteurization. **International Journal of Gastronomy and Food Science**, [s. l.], v. 28, p. 100497, 2022.

AN, H. J.; KING, J. M. Thermal Characteristics of Ohmically Heated Rice Starch and Rice Flours. **Journal of Food Science**, [s. l.], v. 72, n. 1, 2007. Disponível em: <https://ift.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1750-3841.2006.00239.x>. Acesso em: 3 jul. 2024.

AOAC. (ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS). **Official methods of analysis** 16.ed. Washington: AOAC, 1995.

ARIVALAGAN, M. *et al.* Biochemical and nutritional characterization of dragon fruit (*Hylocereus* species). **Food Chemistry**, [s. l.], v. 353, p. 129426, 2021.

ASHURST, P. The Stability and Shelf Life of Fruit Juices and Soft Drinks. *In*: THE STABILITY AND SHELF LIFE OF FOOD. [S. l.]: Elsevier, 2016. p. 347–374. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081004357000125>. Acesso em: 7 set. 2022.

ATALAR, I. *et al.* Effect of ultrasonication treatment on structural, physicochemical and bioactive properties of pasteurized rosehip (*Rosa canina* L.) nectar. **Lwt**, [s. l.], v. 118, n. November 2019, p. 108850, 2020a.

ATALAR, I. *et al.* Effect of ultrasonication treatment on structural, physicochemical and bioactive properties of pasteurized rosehip (*Rosa canina* L.) nectar. **LWT**, [s. l.], v. 118, p. 108850, 2020b.

AUGUSTO, P. E. D.; IBARZ, A.; CRISTIANINI, M. Effect of high pressure homogenization (HPH) on the rheological properties of tomato juice: Time-dependent and steady-state shear. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 111, n. 4, p. 570–579, 2012.

AZEREDO, H. M. C. Betalains: properties, sources, applications, and stability – a review. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 44, n. 12, p. 2365–2376, 2009.

BAJOMO, E. M. *et al.* Chemotyping of commercially available basil (*Ocimum basilicum* L.) varieties: Cultivar and morphotype influence phenolic acid composition and antioxidant properties. **NFS Journal**, [s. l.], v. 26, p. 1–9, 2022.

BALESTRA, F. *et al.* Physico-chemical and metabolomic characterization of KAMUT® Khorasan and durum wheat fermented dough. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 187, p. 451–459, 2015.

BEGOU, O. *et al.* Hyphenated MS–Based Targeted approaches in metabolomics. **The Analyst**, [s. l.], v. 141, n. 1, p. 100–110, 2017.

BELEGGIA, R. *et al.* Metabolomics and Food Processing: From Semolina to Pasta. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 59, n. 17, p. 9366–9377, 2011.

BELHADJ SLIMEN, I.; NAJAR, T.; ABDERRABBA, M. Chemical and Antioxidant Properties of Betalains. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s.

l.], v. 65, n. 4, p. 675–689, 2017.

BETORET, E. *et al.* Metabolomic studies after high pressure homogenization processed low pulp mandarin juice with trehalose addition. Functional and technological properties. **Journal of Food Engineering**, [*s. l.*], v. 200, p. 22–28, 2017.

BIEGAŃSKA-MARECIK, R.; RADZIEJEWSKA-KUBZDELA, E.; MARECIK, R. Characterization of phenolics, glucosinolates and antioxidant activity of beverages based on apple juice with addition of frozen and freeze-dried curly kale leaves (*Brassica oleracea L. var. acephala L.*). **Food Chemistry**, [*s. l.*], v. 230, p. 271–280, 2017.

BÖHME, K. *et al.* Recent applications of omics-based technologies to main topics in food authentication. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, [*s. l.*], v. 110, p. 221–232, 2019.

BRASIL. Decreto nº 6.871, de 4 de junho de 2009. Regulamenta a Lei nº 8.918, de 14 de julho de 1994 que dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas. Brasília, DF: Presidência da República, 2009.

BROCHIER, B.; MERCALI, G. D.; MARCZAK, L. D. F. Effect of moderate electric field on peroxidase activity, phenolic compounds and color during ohmic heating of sugarcane juice. **Journal of Food Processing and Preservation**, [*s. l.*], v. 43, n. 12, 2019. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jfpp.14254>. Acesso em: 5 maio 2021.

BROCHIER, B.; MERCALI, G. D.; MARCZAK, L. D. F. Effect of ohmic heating parameters on peroxidase inactivation, phenolic compounds degradation and color changes of sugarcane juice. **Food and Bioproducts Processing**, [*s. l.*], v. 111, p. 62–71, 2018.

CAO, L. *et al.* A comparative analysis for the volatile compounds of various Chinese dark teas using combinatory metabolomics and fungal solid-state fermentation. **Journal of Food and Drug Analysis**, [*s. l.*], v. 26, n. 1, p. 112–123, 2018.

CAPPATO, L. P. *et al.* Whey acerola-flavoured drink submitted Ohmic Heating: Bioactive compounds, antioxidant capacity, thermal behavior, water mobility, fatty acid profile and volatile compounds. **Food Chemistry**, [*s. l.*], v. 263, n. April, p. 81–88, 2018.

CARVALHO, I. O. A. M. de *et al.* The use of lemon juice and its role on

polyunsaturated fatty acids and cholesterol oxides formation in thermally prepared sardines. **Journal of Food Composition and Analysis**, [s. l.], v. 104, 104087, p. 14, 2021.

CASTRO-PUYANA, M. *et al.* Application of mass spectrometry-based metabolomics approaches for food safety, quality and traceability. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, [s. l.], v. 93, p. 102–118, 2017.

CASWELL, H. The role of fruit juice in the diet: an overview. **Nutrition Bulletin**, [s. l.], v. 34, n. 3, p. 273–288, 2009.

CELLI, G. B.; BROOKS, M. S.-L. Impact of extraction and processing conditions on betalains and comparison of properties with anthocyanins — A current review. **Food Research International**, [s. l.], v. 100, p. 501–509, 2017.

CERVANTES-PAZ, B. *et al.* Effect of Heat Processing on the Profile of Pigments and Antioxidant Capacity of Green and Red Jalapeño Peppers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 60, n. 43, p. 10822–10833, 2012.

CEVALLOS-CEVALLOS, J. M.; REYES-DE-CORCUERA, J. I. Metabolomics in food science. *In*: ADVANCES IN FOOD AND NUTRITION RESEARCH. [S. l.]: Elsevier, 2012. v. 67, p. 1–24. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780123945983000010>. Acesso em: 3 ago. 2020.

CHEN, W. *et al.* A novel integrated method for large-scale detection, identification, and quantification of widely targeted metabolites: Application in the study of rice metabolomics. **Molecular Plant**, [s. l.], v. 6, n. 6, p. 1769–1780, 2013.

CHEN, Q. *et al.* Metabolomics combined with proteomics provides a novel interpretation of the changes in nonvolatile compounds during white tea processing. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 332, p. 127412, 2020.

CHUAH, T. G. *et al.* Effects of Temperatures on Rheological Behavior of Dragon Fruit (*Hylocereus* sp.) Juice. **International Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 4, n. 7, 2008. Disponível em: <https://www.degruyter.com/document/doi/10.2202/1556-3758.1519/html>. Acesso em: 6 jun. 2022.

CLODOVEO, M. L. *et al.* Emerging technology to develop novel red winemaking practices: An overview. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, [s. l.], v. 38, p. 41–56, 2016.

COELHO, M. *et al.* Extraction of tomato by-products' bioactive compounds

using ohmic technology. **Food and Bioproducts Processing**, [s. l.], v. 117, p. 329–339, 2019.

CORTÉS, C. *et al.* Carotenoid Profile Modification during Refrigerated Storage in Untreated and Pasteurized Orange Juice and Orange Juice Treated with High-Intensity Pulsed Electric Fields. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 54, n. 17, p. 6247–6254, 2006.

COSTA, N. R. *et al.* Ohmic Heating: A potential technology for sweet whey processing. **Food Research International**, [s. l.], v. 106, n. January, p. 771–779, 2018.

CUADROS-INOSTROZA, Á. *et al.* Non-Targeted metabolite profiles and sensory properties elucidate commonalities and differences of wines made with the same variety but different cultivar clones. **Metabolites**, [s. l.], v. 10, n. 6, p. 220, 2020.

CURI, P. N. *et al.* Optimization of tropical fruit juice based on sensory and nutritional characteristics. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 37, n. 2, p. 308–314, 2017.

DA SILVEIRA, T. F. F. *et al.* Anthocyanins, non-anthocyanin phenolics, tocopherols and antioxidant capacity of açai juice (*Euterpe oleracea*) as affected by high pressure processing and thermal pasteurization. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 55, p. 88–96, 2019.

DARVISHI, H. *et al.* Improving quality and quantity attributes of grape juice concentrate (molasses) using ohmic heating. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 57, n. 4, p. 1362–1370, 2020a.

DARVISHI, H. *et al.* Improving quality and quantity attributes of grape juice concentrate (molasses) using ohmic heating. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 57, n. 4, p. 1362–1370, 2020b.

DARVISHI, H. *et al.* Processing kinetics, quality and thermodynamic evaluation of mulberry juice concentration process using Ohmic heating. **Food and Bioproducts Processing**, [s. l.], v. 123, p. 102–110, 2020c.

DE LIVERA, A. M. *et al.* Normalizing and Integrating Metabolomics Data. **Analytical Chemistry**, [s. l.], v. 84, n. 24, p. 10768–10776, 2012.

DE PAEPE, D. *et al.* Thermal degradation of cloudy apple juice phenolic constituents. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 162, p. 176–185, 2014.

DE ROSSO, V. V.; 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, 2007.

DE SOUZA, V. R. *et al.* Quality changes in cold pressed juices after processing by high hydrostatic pressure, ultraviolet-c light and thermal treatment at commercial regimes. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 64, p. 102398, 2020.

DEL ROSARIO GARCÍA-MATEOS, M. *et al.* Ozone-high hydrostatic pressure synergy for the stabilization of refrigerated pitaya (*Stenocereus pruinosus*) juice. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 56, p. 102187, 2019.

DEMIRDÖVEN, A.; BAYSAL, T. Optimization of ohmic heating applications for pectin methylesterase inactivation in orange juice. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 51, n. 9, p. 1817–1826, 2012.

DI NUNZIO, M. *et al.* Olive oil by-product as functional ingredient in bakery products. Influence of processing and evaluation of biological effects. **Food Research International**, [s. l.], v. 131, p. 108940, 2020.

DIEZ-SIMON, C.; MUMM, R.; HALL, R. D. Mass spectrometry-based metabolomics of volatiles as a new tool for understanding aroma and flavour chemistry in processed food products. **Metabolomics**, [s. l.], v. 15, n. 3, p. 41, 2019.

DOAN, N. K. *et al.* Effects of ohmic heat processing and ascorbic acid on antioxidant compounds and colour of red-fleshed dragon (*Hylocereus polyrhizus*) fruit juice during storage. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 58, n. 7, p. 3819–3826, 2023.

DUGO, P. *et al.* Analysis of native carotenoid composition in orange juice using C₃₀ columns in tandem. **Journal of Separation Science**, [s. l.], v. 31, n. 12, p. 2151–2160, 2008.

ERBAN, A. *et al.* Discovery of food identity markers by metabolomics and machine learning technology. **Scientific Reports**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 9697, 2019.

EVANGELISTA, R. R. *et al.* Determination of the rheological behavior and thermophysical properties of malbec grape juice concentrates (*Vitis vinifera*). **Food Research International**, [s. l.], v. 137, p. 109431, 2020.

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

FEIZI, N. *et al.* Recent trends in application of chemometric methods for GC-MS and GC×GC-MS-based metabolomic studies. **TrAC Trends in Analytical**

Chemistry, [s. l.], v. 138, p. 116239, 2021.

FENG, Z. *et al.* **Applications of metabolomics in the research of soybean plant under abiotic stress**. [S. l.]: Elsevier Ltd, 2020-. ISSN 18737072.v. 310

FENG, Z. *et al.* Applications of metabolomics in the research of soybean plant under abiotic stress. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 310, p. 125914, 2020.

FERNANDES, A. S. *et al.* HPLC-PDA-MS/MS as a strategy to characterize and quantify natural pigments from microalgae. **Current Research in Food Science**, [s. l.], v. 3, p. 100–112, 2020.

FERRAREZI, A. C.; SANTOS, K. O. dos; MONTEIRO, M. Avaliação crítica da legislação brasileira de sucos de fruta, com ênfase no suco de fruta pronto para beber. **Revista de Nutrição**, [s. l.], v. 23, n. 4, p. 667–677, 2010.

FERREIRA, M. V. S. *et al.* Ohmic heating for processing of whey-raspberry flavored beverage. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 297, n. January, p. 125018, 2019.

FIEHN, O. *et al.* Metabolite profiling for plant functional genomics. **Nature Biotechnology**, [s. l.], v. 18, n. 11, p. 1157–1161, 2000.

FRAGA-CORRAL, M. *et al.* Analytical Metabolomics and Applications in Health, Environmental and Food Science. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, [s. l.], p. 24, 2020.

GABRIEL, A. A.; ALBURA, M. P.; FAUSTINO, K. C. Thermal death times of acid-habituated *Escherichia coli* and *Salmonella enterica* in selected fruit beverages. **Food Control**, [s. l.], v. 55, p. 236–241, 2015.

GABRIEL, A. A.; BARRIOS, E. B.; AZANZA, M. P. V. MODELING THE THERMAL DEATH OF *SALMONELLA* TYPHIMURIUM IN CITRUS SYSTEMS. **Journal of Food Process Engineering**, [s. l.], v. 31, n. 5, p. 640–657, 2008.

GALANAKIS, C. M. Emerging technologies for the production of nutraceuticals from agricultural by-products: A viewpoint of opportunities and challenges. **Food and Bioproducts Processing**, [s. l.], v. 91, n. 4, p. 575–579, 2013a.

GALANAKIS, C. M. Emerging technologies for the production of nutraceuticals from agricultural by-products: A viewpoint of opportunities and challenges. **Food and Bioproducts Processing**, [s. l.], v. 91, n. 4, p. 575–579, 2013b.

GARCIA, C. J. *et al.* Untargeted metabolomics approach using UPLC-ESI-QTOF-MS to explore the metabolome of fresh-cut iceberg lettuce. **Metabolomics**, [s. l.], v. 12, n. 8, p. 138, 2016.

GARCÍA-GARCÍA, A. B. *et al.* Evaluation of E-beam irradiation and storage

time in pork exudates using NMR metabolomics. **Food Research International**, [s. l.], v. 120, p. 553–559, 2019.

GAUGLITZ, J. M. *et al.* Untargeted mass spectrometry-based metabolomics approach unveils molecular changes in raw and processed foods and beverages. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 302, p. 125290, 2020.

GAVICHO UARROTA, V. *et al.* Integration of proteomics and metabolomics data of early and middle season Hass avocados under heat treatment. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 289, p. 512–521, 2019.

GIUFFRIDA, D. *et al.* Free carotenoid and carotenoid ester composition in native orange juices of different varieties. **Fruits**, [s. l.], v. 65, n. 5, p. 277–284, 2010.

GONZÁLEZ-MOLINA, E. *et al.* Natural bioactive compounds of Citrus limon for food and health. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, [s. l.], p. 19, 2010.

GOTO, T. *et al.* Metabolomics approach reveals the effects of breed and feed on the composition of chicken eggs. **Metabolites**, [s. l.], v. 9, n. 10, 2019.

GOULLIEUX, A.; PAIN, J. P. Ohmic heating. *In*: EMERGING TECHNOLOGIES FOR FOOD PROCESSING. [S. l.: s. n.], 2005. p. 469–505.

HAN, J.-H. *et al.* The effect of *glutathione S-transferase M1* and *T1* polymorphisms on blood pressure, blood glucose, and lipid profiles following the supplementation of kale (*Brassica oleracea acephala*) juice in South Korean subclinical hypertensive patients. **Nutrition Research and Practice**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 49, 2015.

HERBACH, K. M. *et al.* Effects of processing and storage on juice colour and betacyanin stability of purple pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) juice. **European Food Research and Technology**, [s. l.], v. 224, n. 5, p. 649–658, 2007.

HERBACH, K. M. *et al.* Structural and chromatic stability of purple pitaya (*Hylocereus polyrhizus* [Weber] Britton & Rose) betacyanins as affected by the juice matrix and selected additives. **Food Research International**, [s. l.], v. 39, n. 6, p. 667–677, 2006.

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

HERBACH, K.; STINTZING, F.; CARLE, R. Thermal degradation of betacyanins in juices from purple pitaya [*Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton &

Rose] monitored by high-performance liquid chromatography–tandem mass spectrometric analyses. **European Food Research and Technology**, [s. l.], v. 219, n. 4, p. 377–385, 2004.

HERNÁNDEZ-HERNÁNDEZ, H. M.; MORENO-VILET, L.; VILLANUEVA-RODRÍGUEZ, S. J. Current status of emerging food processing technologies in Latin America: Novel non-thermal processing. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, [s. l.], v. 58, n. October, p. 102233, 2019.

HUA, Q. *et al.* Metabolomic characterization of pitaya fruit from three red-skinned cultivars with different pulp colors. **Plant Physiology and Biochemistry**, [s. l.], v. 126, n. March, p. 117–125, 2018a.

HUA, Q. *et al.* Metabolomic characterization of pitaya fruit from three red-skinned cultivars with different pulp colors. **Plant Physiology and Biochemistry**, [s. l.], v. 126, p. 117–125, 2018b.

HUANG, L. *et al.* NMR-based metabolomics profiling of no-added-nitrite Chinese bacon (unsmoked) during processing. **Journal of Food Science**, [s. l.], v. 85, n. 4, p. 1027–1036, 2020.

HUANG, X. *et al.* The dynamic change of oolong tea constituents during enzymatic-catalysed process of manufacturing. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], p. ijfs.14694, 2020.

HUI, Y. H.; BARTA, J. (org.). **Handbook of fruits and fruit processing**. 1st eded. Ames, Iowa: Blackwell Pub, 2006.

IBÁÑEZ, C. *et al.* Novel MS-based approaches and applications in food metabolomics. **Trends in Analytical Chemistry**, [s. l.], v. 52, p. 100–111, 2013.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ (São Paulo). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. /coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea -- São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. p. 1020.

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 49 de 26 de setembro 2018 – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.

JAESCHKE, D. P.; MARCZAK, L. D. F.; MERCALI, G. D. Evaluation of non-thermal effects of electricity on ascorbic acid and carotenoid degradation in acerola pulp during ohmic heating. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 199, p. 128–134, 2016.

JAKÓB, A. *et al.* Inactivation kinetics of food enzymes during ohmic heating. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 123, n. 2, p. 369–376, 2010.

JESUS, M. S. *et al.* Ohmic heating polyphenolic extracts from vine pruning

residue with enhanced biological activity. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 316, n. October 2019, p. 126298, 2020.

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

JOHN, W. A. *et al.* Forcing fermentation: Profiling proteins, peptides and polyphenols in lab-scale cocoa bean fermentation. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 278, p. 786–794, 2019.

KAMILOGLU, S.; VAN CAMP, J.; CAPANOGLU, E. Black carrot polyphenols: effect of processing, storage and digestion—an overview. **Phytochemistry Reviews**, [s. l.], v. 17, n. 2, p. 379–395, 2018.

KAUR, H.; SINGH, M. Functional foods as immunomodulators: Tackling the SARS-CoV-2 related cytokine storm—A review. **Food Chemistry Advances**, [s. l.], v. 3, p. 100407, 2023.

KHAKSAR, G.; ASSATARAKUL, K.; SIRIKANTARAMAS, S. Effect of cold-pressed and normal centrifugal juicing on quality attributes of fresh juices: do cold-pressed juices harbor a superior nutritional quality and antioxidant capacity?. **Heliyon**, [s. l.], v. 5, n. 6, p. e01917, 2019.

KIM, S. *et al.* Food metabolomics: from farm to human. **Current Opinion in Biotechnology**, [s. l.], v. 37, p. 16–23, 2016.

KIM, J. *et al.* Metabolite profile changes and increased antioxidative and antiinflammatory activities of mixed vegetables after fermentation by *Lactobacillus plantarum*. **PLOS ONE**, [s. l.], v. 14, n. 5, p. e0217180, 2019.

KIM, M. J. *et al.* Untargeted and targeted metabolomics analyses of blackberries – Understanding postharvest red drupelet disorder. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 300, n. July, p. 125169, 2019.

KLEVORN, C. M.; DEAN, L. L. A metabolomics-based approach identifies changes in the small molecular weight compound composition of the peanut as a result of dry-roasting. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 240, p. 1193–1200, 2018.

KLOPSCH, R. *et al.* Brassica-enriched wheat bread: Unraveling the impact of ontogeny and breadmaking on bioactive secondary plant metabolites of pak choi and kale. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 295, p. 412–422, 2019.

KNORR, D. *et al.* Emerging Technologies in Food Processing. **Annual Review of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 2, n. 1, p. 203–235, 2011.

KNORR, F. J. *et al.* Two-electron photo-oxidation of betanin on titanium dioxide and potential for improved dye-sensitized solar energy conversion. *In: SPIE NANOSCIENCE + ENGINEERING*, 2014, San Diego, California, United States. (N. Banerji, S. C. Hayes, & C. Silva, Org.) **Anais [...]**. San Diego, California, United States: [s. n.], 2014. p. 91650N. Disponível em: <http://proceedings.spiedigitallibrary.org/proceeding.aspx?doi=10.1117/12.2063888>. Acesso em: 27 dez. 2023.

KOCA, N.; KARADENIZ, F.; BURDURLU, H. S. Effect of pH on chlorophyll degradation and colour loss in blanched green peas. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 100, n. 2, p. 609–615, 2007.

KOUTCHMA, T. *et al.* Effects of Ultraviolet Light and High-Pressure Processing on Quality and Health-Related Constituents of Fresh Juice Products: UV & HPP effects on juice quality.... **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, [s. l.], v. 15, n. 5, p. 844–867, 2016.

KUBO, M. T. *et al.* Non-thermal effects of microwave and ohmic processing on microbial and enzyme inactivation: a critical review. **Current Opinion in Food Science**, [s. l.], v. 35, p. 36–48, 2020.

LACALLE-BERGERON, L. *et al.* Chromatography hyphenated to high resolution mass spectrometry in untargeted metabolomics for investigation of food (bio)markers. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, [s. l.], v. 135, p. 116161, 2021.

LALALEO, L. *et al.* Differentiating, evaluating, and classifying three quinoa ecotypes by washing, cooking and germination treatments, using ¹H NMR-based metabolomic approach. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 331, p. 127351, 2020.

LANA, A. *et al.* Omics integrating physical techniques: Aged Piedmontese meat analysis. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 172, p. 731–741, 2015.

LAY, J. O. *et al.* Problems with the “omics”. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, [s. l.], v. 25, n. 11, p. 1046–1056, 2006.

LEE, J.-E. *et al.* ¹H NMR-based metabolomic characterization during green tea (*Camellia sinensis*) fermentation. **Food Research International**, [s. l.], v. 44, n. 2, p. 597–604, 2011.

LEE, B. *et al.* Heated apple juice supplemented with onion has greatly improved nutritional quality and browning index. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 201, p. 315–319, 2016.

LEE, C.-H. *et al.* Recent advances in processing technology to reduce 5-

hydroxymethylfurfural in foods. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 93, p. 271–280, 2019.

LEÓN, C.; CIFUENTES, A.; VALDÉS, A. Foodomics Applications. *In*: **COMPREHENSIVE ANALYTICAL CHEMISTRY**. [S. l.]: Elsevier, 2018. v. 82, p. 643–685. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0166526X18300643>. Acesso em: 24 jun. 2021.

LI, M. *et al.* Physiological and metabolomic analysis of cold plasma treated fresh-cut strawberries. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 67, n. 14, p. 4043–4053, 2019.

LI, Y. *et al.* Strategy for comparative untargeted metabolomics reveals honey markers of different floral and geographic origins using ultrahigh-performance liquid chromatography-hybrid quadrupole-orbitrap mass spectrometry. **Journal of Chromatography A**, [s. l.], v. 1499, p. 78–89, 2017.

LIAO, H. *et al.* Evaluation of colour stability of clear red pitaya juice treated by thermosonication. **LWT**, [s. l.], v. 121, p. 108997, 2020.

LIU, F. *et al.* Potential of high-pressure processing and high-temperature/short-time thermal processing on microbial, physicochemical and sensory assurance of clear cucumber juice. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 34, p. 51–58, 2016.

LIU, X.; LOCASALE, J. W. Metabolomics: A primer. **Trends in Biochemical Sciences**, [s. l.], v. 42, n. 4, p. 274–284, 2017.

LÓPEZ-RUIZ, R.; ROMERO-GONZÁLEZ, R.; GARRIDO FRENICH, A. Metabolomics approaches for the determination of multiple contaminants in food. **Current Opinion in Food Science**, [s. l.], v. 28, p. 49–57, 2019.

LOPEZ-SANCHEZ, P. *et al.* Comprehensive metabolomics to evaluate the impact of industrial processing on the phytochemical composition of vegetable purees. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 168, p. 348–355, 2015.

LUCINI, L. *et al.* Phenolic fingerprint allows discriminating processed tomato products and tracing different processing sites. **Food Control**, [s. l.], v. 73, p. 696–703, 2017.

LYU, W. *et al.* Assessment of lemon juice adulteration by targeted screening using LC-UV-MS and untargeted screening using UHPLC-QTOF/MS with machine learning. **Food Chemistry**, [s. l.], 131424, p. 11, 2022.

MABUCHI R.; ZHAO H.; TANIMOTO S. Effect of heat processing on the constituent profile of lemon juice. **Japanese Society for Food Science and Technology**, [s. l.], v. 65, n. 4, p. 183–191, 2018.

MAKROO, H. A. *et al.* Ohmic heating assisted polyphenol oxidase inactivation of watermelon juice: Effects of the treatment on pH, lycopene, total phenolic content, and color of the juice. **Journal of Food Processing and Preservation**, [s. l.], v. 41, n. 6, p. 1–9, 2017a.

MAKROO, H. A. *et al.* Ohmic heating assisted polyphenol oxidase inactivation of watermelon juice: Effects of the treatment on pH, lycopene, total phenolic content, and color of the juice. **Journal of Food Processing and Preservation**, [s. l.], v. 41, n. 6, p. e13271, 2017b.

MAKROO, H. A.; RASTOGI, N. K.; SRIVASTAVA, B. Enzyme inactivation of tomato juice by ohmic heating and its effects on physico-chemical characteristics of concentrated tomato paste. **Journal of Food Process Engineering**, [s. l.], v. 40, n. 3, p. 1–10, 2017.

MAKROO, H. A.; RASTOGI, N. K.; SRIVASTAVA, B. Ohmic heating assisted inactivation of enzymes and microorganisms in foods: A review. **Trends in Food Science and Technology**, [s. l.], v. 97, n. January, p. 451–465, 2020.

MAKROO, H.A.; RASTOGI, N. K.; SRIVASTAVA, B. Ohmic heating assisted inactivation of enzymes and microorganisms in foods: A review. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 97, p. 451–465, 2020.

MALLMANN, L. P.; O. RIOS, A.; RODRIGUES, E. MS-FINDER and SIRIUS for phenolic compound identification from high-resolution mass spectrometry data. **Food Research International**, [s. l.], v. 163, p. 112315, 2023.

MANDHA, J. *et al.* Characterization of fruit juices and effect of pasteurization and storage conditions on their microbial, physicochemical, and nutritional quality. **Food Bioscience**, [s. l.], v. 51, p. 102335, 2023.

MAOTO, M. M.; JIDEANI, A. I. O. Optimization of thermosonication conditions for critical quality parameters of watermelon juice using response surface methodology. **Scientific Reports**, [s. l.], v. 14, n. 1, p. 13803, 2024.

MARSOL-VALL, A. *et al.* Development of a SBSE-TD method coupled to GC–MS and chemometrics for the differentiation of variety and processing conditions in peach juices. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 239, p. 119–125, 2018.

MARTINS, C. P. C. *et al.* Effects of microwave heating on the chemical

composition and bioactivity of orange juice-milk beverages. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 345, p. 128746, 2021.

MARTINS, I. B. A. *et al.* How are the sensory properties perceived by consumers? A case study with pressurized tropical mixed juice. **Food Research International**, [s. l.], v. 152, p. 110940, 2022.

MASSINI, L.; RICO, D.; MARTIN-DIANA, A. B. Quality Attributes of Apple Juice. *In*: FRUIT JUICES. [S. l.]: Elsevier, 2018. p. 45–57. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128022306000047>. Acesso em: 4 set. 2022.

MERCADANTE, A. Z. *et al.* Carotenoid esters in foods - A review and practical directions on analysis and occurrence. **Food Research International**, [s. l.], v. 99, p. 830–850, 2017.

MERCALI, G. D. *et al.* Ascorbic acid degradation and color changes in acerola pulp during ohmic heating: Effect of electric field frequency. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 123, p. 1–7, 2014a.

MERCALI, G. D. *et al.* Degradation kinetics of anthocyanins in acerola pulp: Comparison between ohmic and conventional heat treatment. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 136, n. 2, p. 853–857, 2013a.

MERCALI, G. D. *et al.* Degradation kinetics of anthocyanins in acerola pulp: Comparison between ohmic and conventional heat treatment. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 136, n. 2, p. 853–857, 2013b.

MERCALI, G. D. *et al.* Effect of the Electric Field Frequency on Ascorbic Acid Degradation during Thermal Treatment by Ohmic Heating. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 62, n. 25, p. 5865–5870, 2014b.

MERCALI, G. D. *et al.* Study of vitamin C degradation in acerola pulp during ohmic and conventional heat treatment. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 47, n. 1, p. 91–95, 2012.

MIELKO, K. A. *et al.* NMR spectroscopy as a “green analytical method” in metabolomics and proteomics studies. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, [s. l.], v. 22, p. 100474, 2021.

MIHAILOVA, A. *et al.* High-resolution mass spectrometry-based metabolomics for the discrimination between organic and conventional crops: A review. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 110, p. 142–154, 2021.

MISRA, N. N. *et al.* Landmarks in the historical development of twenty first

century food processing technologies. **Food Research International**, [s. l.], v. 97, n. May, p. 318–339, 2017.

MISRA, N.N. *et al.* Landmarks in the historical development of twenty first century food processing technologies. **Food Research International**, [s. l.], v. 97, p. 318–339, 2017.

MOK, J. H. *et al.* Effects of combination shear stress, moderate electric field (MEF), and nisin on kinetics and mechanisms of inactivation of Escherichia coli K12 and Listeria innocua in fresh apple-kale blend juice. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 292, p. 110262, 2021.

MOONGNGARM, A. *et al.* Ohmic heating-assisted water extraction of steviol glycosides and phytochemicals from Stevia rebaudiana leaves. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 154, p. 8, 2022.

MOORE, J. *et al.* Carotenoid, Tocopherol, Phenolic Acid, and Antioxidant Properties of Maryland-Grown Soft Wheat. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 53, n. 17, p. 6649–6657, 2005.

MORALES-DE LA PEÑA, M. *et al.* Changes on phenolic and carotenoid composition of high intensity pulsed electric field and thermally treated fruit juice–soymilk beverages during refrigerated storage. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 129, n. 3, p. 982–990, 2011.

MOZZI, F. *et al.* Metabolomics as a tool for the comprehensive understanding of fermented and functional foods with lactic acid bacteria. **Food Research International**, [s. l.], v. 54, n. 1, p. 1152–1161, 2013.

MURADOR, D. C.; MERCADANTE, A. Z.; DE ROSSO, V. V. Cooking techniques improve the levels of bioactive compounds and antioxidant activity in kale and red cabbage. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 196, p. 1101–1107, 2016.

NATIONAL ADVISORY COMMITTEE ON MICROBIOLOGICAL CRITERIA FOR FOODS. Requisite Scientific Parameters for Establishing the Equivalence of Alternative Methods of Pasteurization†. **Journal of Food Protection**, [s. l.], v. 69, n. 5, p. 1190–1216, 2006.

NEGGAZI, I. *et al.* Microbiological quality and safety of non-treated fresh and squeezed juices from supermarkets in Lleida, Spain. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 59, n. 7, p. 4716–4722, 2024.

NUR ‘ALIAA, A. R.; SITI MAZLINA, M. K.; TAIP, F. S. EFFECTS OF COMMERCIAL PECTINASES APPLICATION ON SELECTED PROPERTIES OF

RED PITAYA JUICE: PECTINASE EFFECT ON RED PITAYA JUICE. **Journal of Food Process Engineering**, [s. l.], v. 34, n. 5, p. 1523–1534, 2009.

OCHI, H. *et al.* Metabolomics-based component profiling of hard and semi-hard natural cheeses with gas chromatography/time-of-flight-mass spectrometry, and its application to sensory predictive modeling. **Journal of Bioscience and Bioengineering**, [s. l.], v. 113, n. 6, p. 751–758, 2012.

OLIVEIRA, A. S. *et al.* The influence of different closures on volatile composition of a white wine. **Food Packaging and Shelf Life**, [s. l.], v. 23, p. 100465, 2020.

ORTIZ, T. A.; TAKAHASHI, L. S. A. Physical and chemical characteristics of pitaya fruits at physiological maturity. **Genetics and Molecular Research**, [s. l.], v. 14, n. 4, p. 14422–14439, 2015.

PALMIOLI, A. *et al.* Metabolomic profiling of beers: Combining ¹H NMR spectroscopy and chemometric approaches to discriminate craft and industrial products. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 327, p. 127025, 2020.

PANDISELVAM, R. *et al.* The influence of non-thermal technologies on color pigments of food materials: An updated review. **Current Research in Food Science**, [s. l.], v. 6, p. 100529, 2023.

PEREIRA, R. N.; VICENTE, A. A. Environmental impact of novel thermal and non-thermal technologies in food processing. **Food Research International**, [s. l.], v. 43, n. 7, p. 1936–1943, 2010.

PEREIRA, R.N.; VICENTE, A. A. Environmental impact of novel thermal and non-thermal technologies in food processing. **Food Research International**, [s. l.], v. 43, n. 7, p. 1936–1943, 2010.

PÉREZ-MÍGUEZ, R. *et al.* Capillary electrophoresis-mass spectrometry metabolic fingerprinting of green and roasted coffee. **Journal of Chromatography A**, [s. l.], v. 1605, p. 360353, 2019.

PERSIC, M. *et al.* Chemical composition of apple fruit, juice and pomace and the correlation between phenolic content, enzymatic activity and browning. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 82, p. 23–31, 2017.

PETRUZZI, L. *et al.* Thermal Treatments for Fruit and Vegetable Juices and Beverages: A Literature Overview: Heat treatment for juices and beverages.... **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, [s. l.], v. 16, n. 4, p. 668–691, 2017.

PETRY, F. C.; MERCADANTE, A. Z. Composition by LC-MS/MS of New Carotenoid Esters in Mango and Citrus. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 64, n. 43, p. 8207–8224, 2016.

PETZOLD, G. *et al.* **Food Technology Approaches for Improvement of Organoleptic Properties Through Preservation and Enrichment of Bioactive Compounds**. [S. l.]: Elsevier Inc., 2018.

PEZZATTI, J. *et al.* Implementation of liquid chromatography–high resolution mass spectrometry methods for untargeted metabolomic analyses of biological samples: A tutorial. **Analytica Chimica Acta**, [s. l.], v. 1105, p. 28–44, 2020a.

PEZZATTI, J. *et al.* Implementation of liquid chromatography–high resolution mass spectrometry methods for untargeted metabolomic analyses of biological samples: A tutorial. **Analytica Chimica Acta**, [s. l.], v. 1105, p. 28–44, 2020b.

PIERSCIANOWSKI, J. *et al.* Continuous-flow UV-C processing of kale juice for the inactivation of E. coli and assessment of quality parameters. **Food Research International**, [s. l.], v. 140, p. 110085, 2021.

PINU, F. R. Early detection of food pathogens and food spoilage microorganisms: Application of metabolomics. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 54, p. 213–215, 2016.

PIRES, R. P. S. *et al.* Ohmic heating increases inactivation and morphological changes of Salmonella sp. and the formation of bioactive compounds in infant formula. **Food Microbiology**, [s. l.], v. 97, p. 103737, 2021.

QUIROZ-GONZÁLEZ, B. *et al.* High hydrostatic pressure inactivation and recovery study of Listeria innocua and Saccharomyces cerevisiae in pitaya (Stenocereus pruinosis) juice. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 50, p. 169–173, 2018.

RAJAURIA, G.; TIWARI, B. K. Fruit Juices. *In*: FRUIT JUICES. [S. l.]: Elsevier, 2018. p. 3–13. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128022306000011>. Acesso em: 29 ago. 2022.

RATTANATHANALERK, M.; CHIEWCHAN, N.; SRICHUMPOUNG, W. Effect of thermal processing on the quality loss of pineapple juice. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 66, n. 2, p. 259–265, 2005.

RAWSON, A. *et al.* Effect of thermal and non thermal processing technologies on the bioactive content of exotic fruits and their products: Review of recent advances.

Food Research International, [s. l.], v. 44, n. 7, p. 1875–1887, 2011.

RIBEIRO-SANTOS, R. *et al.* Revisiting an ancient spice with medicinal purposes: Cinnamon. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 62, p. 154–159, 2017.

RIZO, J. *et al.* Omics in traditional vegetable fermented foods and beverages. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 60, n. 5, p. 791–809, 2020a.

RIZO, J. *et al.* Omics in traditional vegetable fermented foods and beverages. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, [s. l.], v. 60, n. 5, p. 791–809, 2020b.

ROCCHETTI, G. *et al.* Untargeted metabolomics to explore the oxidation processes during shelf life of pork patties treated with guarana seed extracts. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 55, n. 3, p. 1002–1009, 2020.

ROCCHETTI, G.; GIUBERTI, G.; LUCINI, L. Gluten-free cereal-based food products: the potential of metabolomics to investigate changes in phenolics profile and their in vitro bioaccessibility. **Current Opinion in Food Science**, [s. l.], v. 22, p. 1–8, 2018.

ROCHA, R. S. *et al.* Possibilities for using ohmic heating in Minas Frescal cheese production. **Food Research International**, [s. l.], v. 131, p. 109027, 2020.

RODRIGUES, E.; MARIUTTI, L. R. B.; MERCADANTE, A. Z. Carotenoids and Phenolic Compounds from *Solanum sessiliflorum*, an Unexploited Amazonian Fruit, and Their Scavenging Capacities against Reactive Oxygen and Nitrogen Species. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 61, n. 12, p. 3022–3029, 2013.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Update on natural food pigments - A mini-review on carotenoids, anthocyanins, and betalains. **Food Research International**, [s. l.], v. 124, p. 200–205, 2019.

RODRÍGUEZ-ROQUE, M. J. *et al.* Impact of food matrix and processing on the in vitro bioaccessibility of vitamin C, phenolic compounds, and hydrophilic antioxidant activity from fruit juice-based beverages. **Journal of Functional Foods**, [s. l.], v. 14, p. 33–43, 2015.

R.P. HORGAN; KENNY, L. C. ‘ Omic ’ technologies: genomics, transcriptomics, proteomics and metabolomics. **The Obstetrician & Gynaecologist**, [s. l.], v. 13, n. 3, p. 189–195, 2011.

RUAN, R. *et al.* Omic Heating. *In: THERMAL TECHNOLOGIES IN FOOD PROCESSING*. [S. l.: s. n.], 2001.

RUBERT, J. *et al.* Untargeted metabolomics of fresh and heat treatment Tiger nut (*Cyperus esculentus* L.) milks reveals further insight into food quality and nutrition. **Journal of Chromatography A**, [s. l.], v. 1514, p. 80–87, 2017.

SADIQ, F. A. *et al.* Untargeted metabolomics reveals metabolic state of *Bifidobacterium bifidum* in the biofilm and planktonic states. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 118, p. 108772, 2020.

SAIDI, V. *et al.* Bioactive characteristics of a semi-hard non-starter culture cheese made from raw or pasteurized sheep's milk. **3 Biotech**, [s. l.], v. 10, n. 3, p. 85, 2020.

SALAZAR-ORBEA, G. L. *et al.* Stability of phenolic compounds in apple and strawberry: Effect of different processing techniques in industrial set up. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 401, p. 134099, 2023.

SÁNCHEZ, C.; BARANDA, A. B.; MARTÍNEZ DE MARAÑÓN, I. The effect of High Pressure and High Temperature processing on carotenoids and chlorophylls content in some vegetables. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 163, p. 37–45, 2014.

SANTHIRASEGARAM, V.; RAZALI, Z.; SOMASUNDRAM, C. Effects of thermal treatment and sonication on quality attributes of Chokanan mango (*Mangifera indica* L.) juice. **Ultrasonics Sonochemistry**, [s. l.], v. 20, n. 5, p. 1276–1282, 2013.

SANTOS, G. B. M. *et al.* Effects of processing on the chemical, physicochemical, enzymatic, and volatile metabolic composition of pitaya (*Hylocereus polyrhizus* (F.A.C. Weber) Britton & Rose). **Food Research International**, [s. l.], v. 127, p. 108710, 2020.

SARANG, S.; SASTRY, S. K.; KNIPE, L. Electrical conductivity of fruits and meats during ohmic heating. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 87, n. 3, p. 351–356, 2008.

SARKIS, J. R. *et al.* Degradation kinetics of anthocyanins in blackberry pulp during ohmic and conventional heating. **International Food Research Journal**, [s. l.], v. 26(1), p. 87–97, 2019.

SARKIS, J. R. *et al.* Effects of ohmic and conventional heating on anthocyanin degradation during the processing of blueberry pulp. **LWT - Food Science and Technology**, [s. l.], v. 51, n. 1, p. 79–85, 2013.

SASTRY, S. Ohmic Heating and Moderate Electric Field Processing. **Food Science and Technology International**, [s. l.], v. 14, n. 5, p. 419–422, 2008.

SCHYMANSKI, E. L. *et al.* Identifying Small Molecules via High Resolution

Mass Spectrometry: Communicating Confidence. **Environmental Science & Technology**, [s. l.], 29 jan. 2014. p. 2097–2098.

SDIRI, S. *et al.* Effect of postharvest degreening followed by a cold-quarantine treatment on vitamin C, phenolic compounds and antioxidant activity of early-season citrus fruit. **Postharvest Biology and Technology**, [s. l.], v. 65, p. 13–21, 2012.

SEO, S.-H. *et al.* GC/MS-based metabolomics study to investigate differential metabolites between ale and lager beers. **Food Bioscience**, [s. l.], v. 36, p. 100671, 2020.

SEREMET (CECLU), L. *et al.* Development of several hybrid drying methods used to obtain red beetroot powder. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 310, n. February 2019, p. 125637, 2020a.

SEREMET (CECLU), L. *et al.* Development of several hybrid drying methods used to obtain red beetroot powder. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 310, p. 125637, 2020b.

SHAO, L. *et al.* Ohmic heating in fruit and vegetable processing: Quality characteristics, enzyme inactivation, challenges and prospective. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 118, p. 601–616, 2021.

SHI, Y.; LI, X.; HUANG, A. A metabolomics-based approach investigates volatile flavor formation and characteristic compounds of the Dahe black pig dry-cured ham. **Meat Science**, [s. l.], v. 158, p. 107904, 2019.

SILVA, F. V. M. *et al.* THERMAL PROCESSES | Pasteurization. *In: ENCYCLOPEDIA OF FOOD MICROBIOLOGY*. [S. l.]: Elsevier, 2014. p. 577–595. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780123847300004043>. Acesso em: 27 jun. 2022.

SLOW, L.-F.; WONG, Y.-M. Effect of juice concentration on storage stability, betacyanin degradation kinetics, and sensory acceptance of red-fleshed dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) juice. **International Journal of Food Properties**, [s. l.], v. 20, n. 3, p. 623–632, 2017.

STADLER, D. *et al.* Untargeted LC–MS based ¹³C labelling provides a full mass balance of deoxynivalenol and its degradation products formed during baking of crackers, biscuits and bread. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 279, p. 303–311, 2019.

STINTZING, F. C.; CARLE, R. Betalains – emerging prospects for food scientists. **Trends in Food Science & Technology**, [s. l.], v. 18, n. 10, p. 514–525, 2007.

STINTZING, F. C.; SCHIEBER, A.; CARLE, R. Betacyanins in fruits from red-

purple pitaya, *Hylocereus polyrhizus* (Weber) Britton & Rose. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 77, n. 1, p. 101–106, 2002.

SUGIMOTO, M. *et al.* Sensory properties and metabolomic profiles of dry-cured ham during the ripening process. **Food Research International**, [s. l.], v. 129, p. 108850, 2020.

SUN, D.-W. (org.). **Emerging technologies for food processing**. Amsterdam ; Boston: Elsevier Academic Press, 2005. (Food science and technology international series).

SUN, J. *et al.* The analysis of phenolic compounds in daylily using UHPLC-HRMSⁿ and evaluation of drying processing method by fingerprinting and metabolomic approaches. **Journal of Food Processing and Preservation**, [s. l.], v. 42, n. 1, p. e13325, 2018.

SUZME, S. *et al.* Effect of industrial juice concentrate processing on phenolic profile and antioxidant capacity of black carrots. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 49, n. 3, p. 819–829, 2014.

TAN, C. X. *et al.* Characterization of Juice Extracted from Ultrasonic-Treated Red Pitaya Flesh. **Horticulturae**, [s. l.], v. 9, n. 1, p. 92, 2023.

TAN, J. *et al.* Study of the dynamic changes in the non-volatile chemical constituents of black tea during fermentation processing by a non-targeted metabolomics approach. **Food Research International**, [s. l.], v. 79, p. 106–113, 2016.

TAN, J. B. L.; KWAN, Y. M. The biological activities of the spiderworts (*Tradescantia*). **Food Chemistry**, [s. l.], v. 317, 126411, p. 10, 2020.

TEEGARDEN, M. D.; SCHWARTZ, S. J.; COOPERSTONE, J. L. Profiling the impact of thermal processing on black raspberry phytochemicals using untargeted metabolomics. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 274, n. May 2018, p. 782–788, 2019a.

TEEGARDEN, M. D.; SCHWARTZ, S. J.; COOPERSTONE, J. L. Profiling the impact of thermal processing on black raspberry phytochemicals using untargeted metabolomics. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 274, p. 782–788, 2019b.

TIAN, X. *et al.* Inactivation of microorganisms in foods by ohmic heating: A review. **Journal of Food Protection**, [s. l.], v. 81, n. 7, p. 1093–1107, 2018a.

TIAN, X. *et al.* Inactivation of Microorganisms in Foods by Ohmic Heating: A Review. **Journal of Food Protection**, [s. l.], v. 81, n. 7, p. 1093–1107, 2018b.

TOPALCENGİZ, Z. Assessment of recommended thermal inactivation parameters for fruit juices. **LWT**, [s. l.], v. 115, p. 108475, 2019.

TORREGROSA, F. *et al.* Effect of High-Intensity Pulsed Electric Fields Processing and Conventional Heat Treatment on Orange–Carrot Juice Carotenoids. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 53, n. 24, p. 9519–9525, 2005.

TORRES, T. M. S. *et al.* Phenolic compounds recovered from ora-pro-nobis leaves by microwave assisted extraction. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, [s. l.], v. 39, p. 102238, 2022.

TRIMIGNO, A. *et al.* An NMR metabolomics approach to investigate factors affecting the yoghurt fermentation process and quality. **Metabolites**, [s. l.], v. 10, n. 7, p. 293, 2020.

USAGA, J. *et al.* Probiotics survival and betalains stability in purple pitaya (*Hylocereus* sp.) juice. **NFS Journal**, [s. l.], v. 27, p. 47–53, 2022.

USAGA, J.; WOROBO, R. W. Microbial Safety and Quality Evaluation of UV-Treated, Cold-Pressed Colored and Turbid Juices and Beverages. **Journal of Food Protection**, [s. l.], v. 81, n. 9, p. 1549–1556, 2018.

Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. **Journal of Analytical Chemistry**, 31, 426-428.

UTPOTT, M. *et al.* Characterization and application of red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel powder as a fat replacer in ice cream. **Journal of Food Processing and Preservation**, [s. l.], v. 44, n. 5, 2020a. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/jfpp.14420>. Acesso em: 6 jun. 2022.

UTPOTT, M. *et al.* Evaluation of the Use of Industrial Wastes on the Encapsulation of Betalains Extracted from Red Pitaya Pulp (*Hylocereus polyrhizus*) by Spray Drying: Powder Stability and Application. **Food and Bioprocess Technology**, [s. l.], 2020b. Disponível em: <http://link.springer.com/10.1007/s11947-020-02529-3>. Acesso em: 6 out. 2020.

UTPOTT, M. *et al.* Metabolomics: An analytical technique for food processing evaluation. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 366, p. 130685, 2022.

VAN BOEKEL, M. *et al.* A review on the beneficial aspects of food processing. **Molecular Nutrition & Food Research**, [s. l.], v. 54, n. 9, p. 1215–1247, 2010.

VARGHESE, K. S. *et al.* Technology, applications and modelling of ohmic heating: a review. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 51, n. 10, p. 2304–2317, 2012.

VATAI, G. Separation technologies in the processing of fruit juices. *In*:

SEPARATION, EXTRACTION AND CONCENTRATION PROCESSES IN THE FOOD, BEVERAGE AND NUTRACEUTICAL INDUSTRIES. [S. l.]: Elsevier, 2010. p. 381–395. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978184569645050013X>. Acesso em: 29 ago. 2022.

VEGARA, S. *et al.* Approaches to understanding the contribution of anthocyanins to the antioxidant capacity of pasteurized pomegranate juices. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 141, n. 3, p. 1630–1636, 2013.

VELÁZQUEZ-ESTRADA, R. M. *et al.* Influence of ultra high pressure homogenization processing on bioactive compounds and antioxidant activity of orange juice. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 18, p. 89–94, 2013.

WAHIA, H. *et al.* Storage effects on the quality quartet of orange juice submitted to moderate thermosonication_ Predictive modeling and odor fingerprinting approach. **Ultrasonics - Sonochemistry**, [s. l.], v. 64, p. 17, 2020.

WANG, A. *et al.* A comparative metabolomics study of flavonoids in sweet potato with different flesh colors (*Ipomoea batatas* (L.) Lam). **Food Chemistry**, [s. l.], v. 260, p. 124–134, 2018a.

WANG, A. *et al.* A comparative metabolomics study of flavonoids in sweet potato with different flesh colors (*Ipomoea batatas* (L.) Lam). **Food Chemistry**, [s. l.], v. 260, n. October 2017, p. 124–134, 2018b.

WANG, Y. *et al.* Application of UHPLC-Q/TOF-MS-based metabolomics in the evaluation of metabolites and taste quality of Chinese fish sauce (Yu-lu) during fermentation. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 296, p. 132–141, 2019.

WANG, L. Energy efficiency technologies for sustainable food processing. **Energy Efficiency**, [s. l.], v. 7, n. 5, p. 791–810, 2014.

WELLALA, C. K. D. *et al.* Effect of high pressure homogenization combined with juice ratio on water-soluble pectin characteristics, functional properties and bioactive compounds in mixed juices. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 60, p. 102279, 2020.

WELLALA, C. K. D. *et al.* Effect of high pressure homogenization on water-soluble pectin characteristics and bioaccessibility of carotenoids in mixed juice. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 371, p. 131073, 2022.

WEN, D.; LIU, Y.; YU, Q. Metabolomic approach to measuring quality of

chilled chicken meat during storage. **Poultry Science**, [s. l.], v. 99, n. 5, p. 2543–2554, 2020.

WIBOWO, S. *et al.* Comparing the impact of high pressure, pulsed electric field and thermal pasteurization on quality attributes of cloudy apple juice using targeted and untargeted analyses. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 54, p. 64–77, 2019.

WIDYANINGSIH, A. *et al.* EFFECT OF CONSUMING RED DRAGON FRUIT (HYLOCEREUS COSTARICENSIS) JUICE ON THE LEVELS OF HEMOGLOBIN AND ERYTHROCYTE AMONG PREGNANT WOMEN. **Belitung Nursing Journal**, [s. l.], v. 3, n. 3, p. 255–264, 2017.

WONG, Y.-M.; SIOW, L.-F. Effects of heat, pH, antioxidant, agitation and light on betacyanin stability using red-fleshed dragon fruit (*Hylocereus polyrhizus*) juice and concentrate as models. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 52, n. 5, p. 3086–3092, 2015.

WU, L. *et al.* Antioxidant and antiproliferative activities of red pitaya. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 95, n. 2, p. 319–327, 2006.

WU, W. *et al.* Effects of high pressure and thermal processing on quality properties and volatile compounds of pineapple fruit juice. **Food Control**, [s. l.], v. 130, p. 108293, 2021.

WU, S. *et al.* Inactivation of *Escherichia coli* O157:H7 in apple juice via induced electric field (IEF) and its bactericidal mechanism. **Food Microbiology**, [s. l.], v. 102, p. 103928, 2022.

WYBRANIEC, S. *et al.* Effects of metal cations on betanin stability in aqueous-organic solutions. **Food Science and Biotechnology**, [s. l.], v. 22, n. 2, p. 353–363, 2013.

XU, X. *et al.* Comparative study of high hydrostatic pressure and high temperature short time processing on quality of clear and cloudy Se-enriched kiwifruit juices. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, [s. l.], v. 49, p. 1–12, 2018.

XU, L. *et al.* Integrating untargeted metabolomics and targeted analysis for not from concentrate and from concentrate orange juices discrimination and authentication. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 329, p. 127130, 2020.

YI, J. *et al.* Minimizing quality changes of cloudy apple juice: The use of kiwifruit puree and high pressure homogenization. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 249, p.

202–212, 2018.

YU, D. *et al.* Headspace GC/MS and fast GC e-nose combined with chemometric analysis to identify the varieties and geographical origins of ginger (*Zingiber officinale* Roscoe). **Food Chemistry**, [s. l.], v. 396, p. 133672, 2022.

ZHANG, J. *et al.* ¹H NMR-based metabolomics profiling and taste of boneless dry-cured hams during processing. **Food Research International**, [s. l.], v. 122, p. 114–122, 2019.

ZHANG, J. *et al.* Effects of ultra-high pressure, thermal pasteurization, and ultra-high temperature sterilization on color and nutritional components of freshly-squeezed lettuce juice. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 435, p. 137524, 2024.

ZHANG, S. J. *et al.* Influence of various processing parameters on the microbial community dynamics, metabolomic profiles, and cup quality during wet coffee processing. **Frontiers in Microbiology**, [s. l.], v. 10, p. 2621, 2019.

ZHANG, J. *et al.* Metabolomics analysis in food authentication. *In*: REFERENCE MODULE IN FOOD SCIENCE. [S. l.]: Elsevier, 2020. p. 1–10. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081005965227935>. Acesso em: 3 ago. 2020.

ZHAO, X. *et al.* Effect of vacuum impregnated fish gelatin and grape seed extract on metabolite profiles of tilapia (*Oreochromis niloticus*) fillets during storage. **Food Chemistry**, [s. l.], v. 293, p. 418–428, 2019.

ZHOU, X. *et al.* Urine metabolome profiling reveals imprints of food heating processes after dietary intervention with differently cooked potatoes. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [s. l.], v. 68, n. 22, p. 6122–6131, 2020.

ZHU, W. *et al.* Application of Thermosonication in Red Pitaya Juice Processing: Impacts on Native Microbiota and Quality Properties during Storage. **Foods**, [s. l.], v. 10, n. 5, p. 1041, 2021.

ZHU, D. *et al.* Ultrasonic and other sterilization methods on nutrition and flavor of cloudy apple juice. **Ultrasonics Sonochemistry**, [s. l.], v. 84, p. 105975, 2022.

ZULUETA, A.; ESTEVE, M. J.; FRÍGOLA, A. Carotenoids and Color of Fruit Juice and Milk Beverage Mixtures. **Journal of Food Science**, [s. l.], v. 72, n. 9, 2007. Disponível em: <https://ift.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1750-3841.2007.00550.x>. Acesso em: 19 abr. 2024.

ANEXO I

Com o intuito de selecionarmos como provador para realizar testes sensoriais em (nome do produto a ser definido), precisamos que responda as questões abaixo:

Nome:

Sexo: () Feminino () Masculino

Idade:

Consumo(nome do produto):

- () Nunca
- () Raramente
- () Ocasionalmente
- () Frequentemente
- () Sempre

Tenho:

- () intolerância ao glúten
- () intolerância à lactose
- () alergia a proteína do leite de vaca
- () alergia a proteína a ovos
- (...) diabetes

(...) alergia a alguns destes ingredientes (OS INGREDIENTES DOS ALIMENTOS OFERECIDOS SERÃO ESPECIFICADOS...)

ANEXO II

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Participante n.º

Prezado(a) Senhor(a):

Você está sendo convidado a participar de uma pesquisa intitulada “Efeitos de tecnologias emergentes no perfil metabólico de suco de pitaya vermelha (*Hylocereus polyrhizus*)”, que está sendo realizada por um grupo de pesquisadores da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e do Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos (ICTA). O projeto foi avaliado pelo CEP-UFRGS, órgão colegiado, de caráter consultivo, deliberativo e educativo, cuja finalidade é avaliar – emitir parecer e acompanhar os projetos de pesquisa envolvendo seres humanos, em seus aspectos éticos e metodológicos, realizados no âmbito da instituição.

O objetivo da pesquisa é o estudo de novas tecnologias de processamento de derivados de frutas para obtenção de produtos inovadores para a indústria de alimentos. Foram adotadas as Boas Práticas de Fabricação na produção dos sucos, e as etapas experimentais de avaliação microbiológica e determinação de atividade enzimática foram realizadas previamente às Análises Sensoriais.

Pretende-se realizar análise sensorial em sucos processados de diferentes formas. Os testes de aceitação serão realizados no Laboratório de Análise Sensorial do ICTA. Os provadores receberão 3 amostras codificadas (servidos em pratos plásticos brancos com diferentes codificações de 3 dígitos) referentes aos diferentes processamento, 1 copo de água para ser consumido entre as amostras e uma ficha para avaliar as amostras quanto a aceitação dos atributos cor, odor, sabor, sabor residual e a aceitação global, utilizando escala hedônica estruturada de 9 pontos, onde 1 corresponde a “desgostei muitíssimo”, 5 “nem gostei nem desgostei” e 9 a “gostei muitíssimo”.

O teste não deve ser realizado por indivíduos alérgicos aos ingredientes da formulação. O participante pode **desistir** de provar as amostras em qualquer uma das etapas **sem sofrer qualquer prejuízo**. Conforme resolução 466/12, “Considera-se que toda pesquisa envolvendo seres humanos envolve riscos, sendo estes de graduação variada. No caso, trata-se da ingestão de alimentos manipulados com todas as normas de boas práticas de fabricação o que reduz os riscos de possível ingestão de produtos não adequados. Existe risco de reações alérgicas no caso do provador ter alergia a algum dos componentes da formulação. Caso algum participante apresente alguma reação alérgica ou adversa, o mesmo será encaminhado para o hospital mais próximo ao Campus, Hospital Independência, e o evento será notificado no Formulário de Eventos Adversos (Anexo IV). O pesquisador não irá onerar os planos de saúde, o SUS, ou o próprio participante da pesquisa, responsabilizando-se por todos os gastos relativos aos cuidados de rotina necessários após assinatura do consentimento livre esclarecido.

O participante **não terá custos** com a realização do teste, e **não será concedido qualquer tipo de benefício financeiro** pela participação. Alguns benefícios indiretos aos participantes são a degustação de um produto diferenciado ainda inexistente no mercado nacional, assim como o conhecimento adquirido a respeito do tema da pesquisa.

A avaliação deste estudo será mantida em **sigilo**. As informações do participante

(nome, idade, sexo) não serão divulgadas e nem passadas a outros estudos, e não será necessário informar o nome do responsável no estudo.

A assinatura do TCLE não exclui possibilidade do participante buscar indenização diante de eventuais danos decorrentes de participação na pesquisa, como preconiza a Resolução 466/12.

Em caso de qualquer dúvida, o senhor (a) poderá entrar em contato com o pesquisador responsável ou com o Comitê de Ética em Pesquisa da UFRGS pelos telefones:

Pesquisador responsável Simone Hickmann Flôres – Celular: 9327 2079 Telefone: 3308-9789

Comitê de Ética em Pesquisa da UFRGS – CEP UFRGS: Av. Paulo Gama, 110, Sala 311, Prédio Anexo I da Reitoria - Campus Centro, Porto Alegre/RS - CEP: 90040-060. Fone: +55 51 3308 3787 E-mail: etica@propesq.ufrgs.br Horário de Funcionamento: de segunda a sexta, manhã: 8h 30m às 12h 30 e tarde: 13h 30m às 17h 30m.

Porto Alegre, ____ de _____ de 2023.

Eu, _____ recebi as orientações necessárias para entender o presente estudo, e desejo participar da pesquisa.

Assinatura do participante

Assinatura do pesquisador

Obs: O presente documento, baseado no item V das Diretrizes e Normas Regulamentadoras para a Pesquisa em Saúde, do Conselho Nacional de Saúde (Resolução 466/2012), será assinado em duas vias, de igual teor, ficando uma via em poder do participante e a outra com o pesquisador responsável.

ANEXO III

FICHA DE ANÁLISE SENSORIAL

Análise Sensorial de (nome do produto)

Código:

Data:

Idade:

Você está recebendo 3 amostras de (nome do produto). Prove as amostras da esquerda para a direita, ingerindo água entre elas, e avalie cada parâmetro de acordo com a escala abaixo.

1- desgostei muitíssimo
2- desgostei muito
3- desgostei moderadamente
4- desgostei levemente
5- nem gostei nem desgostei
6- gostei levemente
7- gostei moderadamente
8- gostei muito
9- gostei muitíssimo

Amostra	93	86	51
Aparência			
Cor			
Aroma			
Viscosidade			
Sabor			
Aceitação global			

Qual amostra você compraria? _____

Comentários:

ANEXO IV

Estudo preliminar de pasteurização convencional do suco de pitaya

O suco de pitaya foi tratado de forma convencional em um trocador de calor tubular utilizando dois binômios de temperatura e, posteriormente, foi avaliado quanto às suas características físico-químicas, reológicas e nutricionais. A seguir são apresentados os resultados obtidos, os quais foram apresentados em forma de resumo para envio ao 8º Simpósio de Segurança Alimentar.

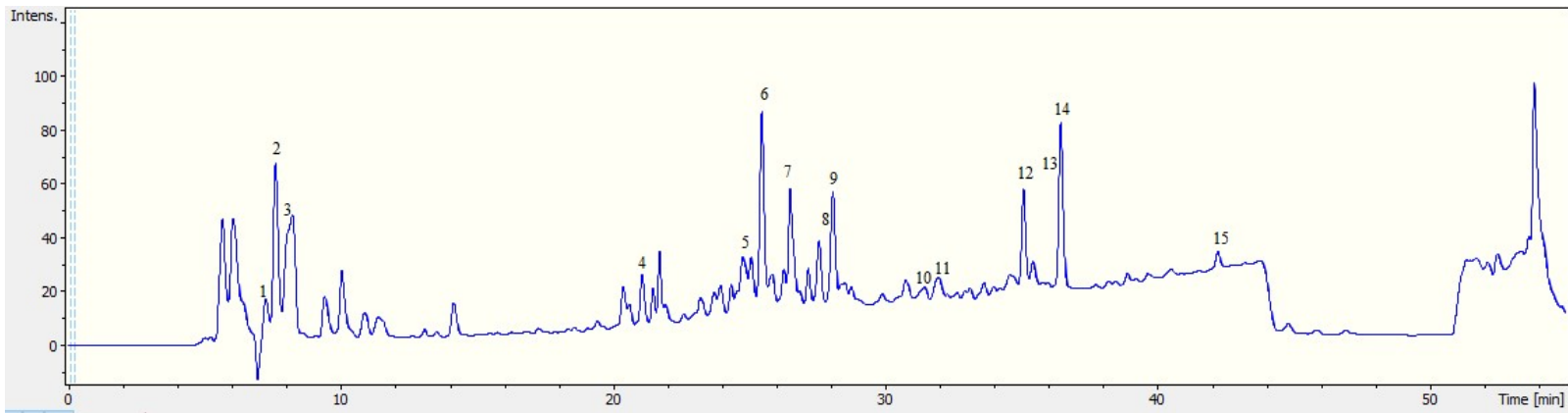
Resumo

A crescente demanda do consumidor por produtos diferenciados e processados de forma mínima incentiva a indústria a desenvolver novas opções de produtos que sejam de fácil consumo, alto valor nutricional e, concomitantemente, de boa aceitação sensorial. Os sucos de frutas vêm se destacando por reterem boa parte das propriedades das matérias-primas, sendo fontes de compostos funcionais e bioativos. Contudo, os sucos necessitam de processos de conservação para aumentar a sua vida útil. O tratamento térmico é o método mais aplicado, pois é capaz de eliminar microrganismos e enzimas deteriorantes apesar de alterar as características sensoriais e nutricionais das matérias-primas originais e para evitar essas alterações, esses processos precisam ser otimizados. Nesse contexto, o presente trabalho teve como objetivo avaliar os efeitos da aplicação da pasteurização convencional na qualidade de suco de pitaya, através da caracterização físico-química, reológica, análise de cor, de capacidade antioxidante e de compostos bioativos como as betalaínas. O suco de pitaya foi pasteurizado em um trocador de calor tubular utilizando dois binômios equivalentes de tempo e temperatura: a) 75 °C e 26 s; e b) 95 °C e 8 s. Esses binômios foram escolhidos com base em valores D relatados na literatura para os microrganismos indicadores *Escherichia coli* e *Salmonella spp* em sucos a base de frutas, com o objetivo de aplicar dois diferentes tipos de pasteurização, HTST e MTST, que são comumente realizados nas indústrias. Os resultados indicam que os parâmetros físico-químicos foram pouco afetados pelos processamentos, já alterações na cor foram percebidas principalmente no tratamento a 75 °C por 26 s. A viscosidade dos sucos avaliados diminuiu com o aumento da taxa de

cisalhamento aplicada, caracterizando os fluidos como não newtonianos de um perfil pseudoplástico. Os valores encontrados para capacidade antioxidante (entre 300 e 850 $\mu\text{M TE}/100 \text{ mL}$) indicam que os tratamentos térmicos utilizados podem ter um efeito negativo significativo na atividade antioxidante dos produtos processados. Em relação ao teor de betalaínas, houve uma degradação de aproximadamente 50 e 15% quando utilizados binômios de 75°C/26s e 95°C/8s, respectivamente. Os resultados sugerem que a temperatura e o tempo de tratamento têm uma influência considerável na retenção das betalaínas, sendo o binômio de maior temperatura e menor tempo de exposição o mais adequado para a pasteurização do produto.

ANEXO V

Cromatograma obtido por CLAE mostrando separação de compostos fenólicos e ácidos orgânicos do suco misto.



Cromatograma obtido por CLAE mostrando separação de clorofilas e carotenoides do suco misto.

