

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
CURSO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

ROBERTA FRANÇA GOMES DA SILVA

**PLANEJAMENTO DE MISTURAS APLICADO AO DESENVOLVIMENTO DE  
CORANTES NATURAIS**

Trabalho de conclusão de curso

CAMPO MOURÃO  
2019

ROBERTA FRANÇA GOMES DA SILVA

**PLANEJAMENTO DE MISTURAS APLICADO AO DESENVOLVIMENTO DE  
CORANTES NATURAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II do curso de Engenharia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Câmpus Campo Mourão, como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheiro de Alimentos.

Orientador: Profº. Dr. Evandro Bona

CAMPO MOURÃO  
2019

## **AGRADECIMENTOS**

À minha família, por desde o início me proporcionar todas as condições necessárias para a minha estadia em Campo Mourão, e por sempre me apoiarem e incentivarem em todos os momentos.

À professora Fernanda Leimann por todos os ensinamentos transmitidos, paciência e por todo suporte durante o período em que realizei estágio.

Ao professor Evandro Bona pelo suporte durante a realização do trabalho.

Aos meus queridos amigos Lucas Machado, Larissa Ghirro e Natália Peres pelo companheirismo desde o início do curso e até hoje.

À minha amiga e companheira de casa durante a faculdade Jullia Clara, pela irmandade e cumplicidade que criamos durante esse período e até hoje.

Ao meu namorado Lucas Godoi, por me apoiar e sempre me incentivar a ser uma pessoa melhor.

Aos meus companheiros de setor durante meu estágio obrigatório Maikon Bernstein, Klinger de Almeida e Bianca Soares por todo companheirismo que construímos durante esse período.

Aos que não foram citados, mas que de alguma forma, contribuíram para a conclusão da minha graduação. Meu eterno agradecimento.



## **TERMO DE APROVAÇÃO**

Planejamento de misturas aplicado ao desenvolvimento de corantes naturais.

por

**ROBERTA FRANÇA GOMES DA SILVA**

Este Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) foi apresentado no dia 18 de novembro de 2019 como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

---

Prof<sup>o</sup> Dr. Evandro Bona

---

Prof. Dr. Paulo Henrique Março

---

Prof. Dr. Bogdan Demczuk Jr.

---

**Nota:** O documento original e assinado pela banca examinadora encontra-se na Coordenação do Curso de Engenharia de Alimentos da UTFPR campus Campo Mourão.

SILVA, R. F. G. **Planejamento de misturas aplicado ao desenvolvimento de corantes naturais.** Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Engenharia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2019.

## RESUMO

O uso de corantes artificiais ainda é comum pela indústria de alimentos, mas a sua substituição pelos naturais é tendência no mercado, pois além de atuar como corante, podem também apresentar propriedades benéficas à saúde. Aplicou-se o planejamento de misturas ternárias (*Simplex-Centroide*) dos corantes naturais: curcumina encapsulada, extrato de hibisco e extrato de espirulina. As misturas foram aplicadas em três meios diferentes (tampão citrato, tampão fosfato e iogurte) e analisadas por colorimetria a fim de obter modelos matemáticos que descrevam os parâmetros de cor das misturas de corantes naturais. Todos os modelos obtidos foram estatisticamente significativos ( $p < 0,05$ ) e a maioria deles boa capacidade preditiva, pois apresentaram bons valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ . As misturas apresentaram melhor desempenho em meios mais ácidos (tampão citrato e iogurte) quando comparados em meios menos ácidos (tampão fosfato). O extrato de espirulina não apresentou bom desempenho nas misturas devido a uma possível interação com os componentes do extrato de hibisco e curcumina encapsulada, causando precipitação e falta de homogeneidade.

**PALAVRAS-CHAVE:** Planejamento de misturas. Corantes naturais. Curcumina. Espirulina. Hibisco.

SILVA, R. F. G. **Experimental design applied to natural dye mixtures.** Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Engenharia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2019.

### **ABSTRACT**

The use of artificial colors is still common in the food industry, but their replacement with natural colors is a trend in the market, as well as acting as a dye, may also have health-beneficial properties. Ternary mixture design (Simplex-Centroid) was applied to natural dyes: encapsulated curcumin, hibiscus extract and spirulina extract. The mixtures were applied in three different pH (citrate buffer, phosphate buffer and yogurt) and analyzed by colorimetry to obtain mathematical models that describe the color parameters of natural dye mixtures. All models obtained were statistically significant ( $p < 0.05$ ) and most of them have a good prediction capacity, i.e. they resulted in good values of  $R^2$  and adjusted  $R^2$ . The mixtures presented a better performance in low pH values (citrate buffer and yogurt) when compared with high pH values (phosphate buffer). Spirulina extract did not perform well in the mixtures due to a possible interaction with the components of the encapsulated curcumin and hibiscus extract, causing precipitation and lack of homogeneity.

**KEYWORDS:** Mixture design. Natural dyes. Curcumin. Spirulina. Hibiscus.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	12
2. OBJETIVO.....	17
2.1 Objetivo geral .....	17
2.2 Objetivos específicos .....	17
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	18
3.1 Espaço de cores CIELAB.....	18
3.2 Planejamento de misturas .....	19
4. MATERIAL E MÉTODOS .....	21
4.1 Material .....	21
4.2 Nanoencapsulação da curcumina .....	21
4.3 Obtenção do extrato de espirulina contendo ficocianina.....	21
4.4 Obtenção do extrato de hibisco contendo antocianinas.....	21
4.5 Planejamentos de misturas .....	22
4.6 Aplicação das misturas de corantes em alimentos simulados .....	22
4.7 Determinação dos parâmetros de cor .....	23
4.8 Desenvolvimento dos modelos matemáticos .....	23
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	24
5.1 Parâmetros de cor.....	24
5.2 Modelos matemáticos obtidos no meio fosfato .....	27
5.3 Modelos matemáticos obtidos no meio citrato.....	37
5.4 Modelos matemáticos obtidos no meio iogurte. ....	47
6 CONCLUSÃO.....	58
7 REFERÊNCIAS.....	59

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema representativo de corantes alimentares obtidos a partir de fontes naturais, organizados de acordo com o ângulo de hue (FONTE: Sigurdson, Tang e Giusti 2017). .....	13
Figura 2. Espirulina em pó. Disponível em: <a href="https://www.maxxinaturais.com.br/spirulina-em-po">https://www.maxxinaturais.com.br/spirulina-em-po</a> . Consultado em: 04/10/2019. ....	14
Figura 3. Flor de <i>Hibiscus sabdariffa</i> . Disponível em: <a href="https://toptropicals.com/catalog/uid/hibiscus_sabdariffa.htm">https://toptropicals.com/catalog/uid/hibiscus_sabdariffa.htm</a> . Consultado em: 04/10/2019. ....	15
Figura 4. Cúrcuma. Disponível em: <a href="https://brasilescola.uol.com.br/saude/curcuma.htm">https://brasilescola.uol.com.br/saude/curcuma.htm</a> . Consultado em: 04/10/2019. ....	16
Figura 5. (a) Representação do espaço CIELAB (FONTE: Afonso et al. 2017); (b) espaço L*C*h (FONTE: Konica Minolta, 2019). ....	19
Figura 6. Misturas aplicadas ao tampão fosfato (pH 6,9). ....	24
Figura 7. Misturas aplicadas ao tampão citrato (pH 3). ....	25
Figura 8. Misturas aplicadas no iogurte. ....	26
Figura 9. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente L* para o meio fosfato. ....	28
Figura 10. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente a* para o meio fosfato. ....	30
Figura 11. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente b* para o meio fosfato. ....	32
Figura 12. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente Croma para o meio fosfato. ....	34
Figura 13. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do ângulo de Hue para o meio fosfato. ....	36
Figura 14. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente L* em meio citrato. ....	38
Figura 15. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente a* em meio citrato. ....	40
Figura 16. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente b* em meio citrato. ....	42
Figura 17. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do ângulo de Hue em meio citrato. ....	44
Figura 18. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do Croma em meio citrato. ....	46
Figura 19. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente L* em meio iogurte. ....	48
Figura 20. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente a* em meio iogurte. ....	50



Figura 21. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente $b^*$ em meio iogurte. ....	52
Figura 22. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do Cromo em meio iogurte. ....	54
Figura 23. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do ângulo de Hue em meio iogurte. ....	56

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Corantes naturais e os corantes artificiais com uso tolerado em alimentos e bebidas de acordo com Resolução ANVISA nº 44 de 1977.....	13
Tabela 2. Pontos experimentais do planejamento de mistura simple-centroid aplicado aos corantes naturais.....	22
Tabela 3: Valores dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio tampão fosfato (pH 6,9).....	24
Tabela 4: Valores dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio tampão citrato (pH 3).....	25
Tabela 5: Valores dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio iogurte.....	25
Tabela 6: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $L^*$ no meio tampão fosfato (pH 6,9). .....	27
Tabela 7: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente $L^*$ no meio tampão fosfato (pH 6,9).....	28
Tabela 8: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $a^*$ no meio fosfato.....	29
Tabela 9: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente $a^*$ no meio fosfato.....	29
Tabela 10: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $b^*$ no meio fosfato (pH 6,9).....	31
Tabela 11: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente $b^*$ no meio fosfato.....	31
Tabela 12: Anova para o modelo de resposta do Croma no meio fosfato.....	33
Tabela 13: Coeficientes do modelo de regressão para o Croma no meio fosfato.....	33
Tabela 14: Anova para o modelo de resposta do ângulo de Hue no meio fosfato (pH 6,9),.....	35
Tabela 15: Coeficientes do modelo de regressão para o ângulo de Hue no meio fosfato.....	35
Tabela 16: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $L^*$ no meio citrato.....	37
Tabela 17: Coeficientes do modelos de regressão para o coeficiente $L^*$ no meio citrato.....	37
Tabela 18: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $a^*$ no meio citrato.....	39
Tabela 19: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente $a^*$ no meio citrato.....	39
Tabela 20: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $b^*$ no meio citrato.....	41
Tabela 21: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente $b^*$ no meio citrato.....	41
Tabela 22: Anova para o modelo de resposta do ângulo de hue no meio citrato.....	43
Tabela 23: Coeficientes do modelo de regressão para o ângulo de hue no meio citrato.....	43
Tabela 24: Anova para o modelo de resposta do Croma no meio citrato.....	45
Tabela 25: Coeficientes do modelo de regressão para o Croma no meio citrato.....	45
Tabela 26: Anova para o modelo de resposta do coeficiente $L^*$ no meio iogurte.....	47

Tabela 27: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente L* no meio iogurte. ....	47
Tabela 28: Anova para o modelo de resposta do coeficiente a* no meio iogurte. ....	49
Tabela 29: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente a* no meio iogurte. ....	49
Tabela 30: Anova para o modelo resposta do coeficiente b* em meio iogurte. ....	51
Tabela 31: coeficientes para o modelo de regressão do coeficiente b* em meio iogurte. ....	51
Tabela 32: Anova para o modelo resposta do Croma em meio iogurte. ....	53
Tabela 33: Coeficientes para o modelo de regressão do Croma em meio iogurte. ....	53
Tabela 34: : Anova para o modelo de regressão do ângulo de Hue em meio iogurte. ....	55
Tabela 35: Coeficientes para o modelo de regressão do ângulo de Hue em meio iogurte. ....	55

## 1. INTRODUÇÃO

De acordo com a Portaria ANVISA nº540 de 27 de outubro de 1997, aditivo alimentar é qualquer ingrediente adicionado intencionalmente aos alimentos sem propósito de nutrir, com o objetivo de modificar as características físicas, químicas, biológicas ou sensoriais durante a fabricação, processamento, preparação, tratamento, embalagem, acondicionamento, armazenagem, transporte ou manipulação de um alimento. Corante é uma categoria de aditivo alimentar, empregado nos alimentos e bebidas com o objetivo de intensificar, conferir ou restaurar a sua cor. De acordo com o Decreto nº 55.871 de 26 de março de 1965, é permitido apenas a adição de três corantes em um alimento.

A coloração de um produto é um atributo sensorial de extrema importância, pois a cor influencia na percepção de qualidade dos alimentos, estimula o apetite, além de tornar o produto mais atrativo aos olhos do consumidor. Os corantes artificiais são usados em uma grande variedade de alimentos, as indústrias alimentícias optam pelos corantes artificiais por serem mais baratos, estáveis e mais brilhantes quando comparados aos corantes naturais. Entretanto, eles geram significativas preocupações com a saúde, na Europa já são associados ao comportamento hiperativo em crianças, sendo necessário um rótulo que informe a presença dessas substâncias no produto (OPLATOWSKA-STACHOWIAK; ELLIOTT, 2015).

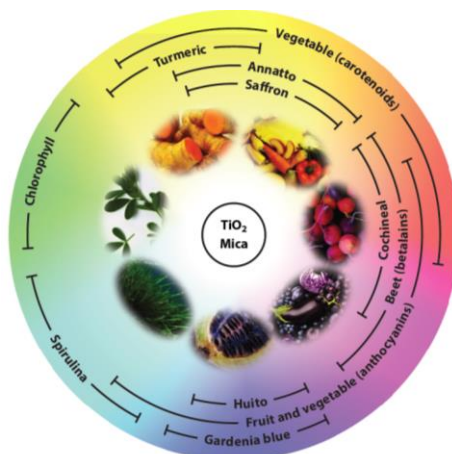
Corantes artificiais quando ingeridos podem ser convertidos em derivados nocivos para o corpo humano, por exemplo, o carmim, vermelho allura e amarelo crepúsculo podem ser biotransformados em aminas aromáticas que causam causar dor de cabeça frequente para adultos e distração e hiperatividade em crianças. Os corantes rodamina B e corante de Sudão e seus metabólitos são cancerígenos, teratogênicos e mutagênicos e, portanto, não são permitidos em alimentos (TANG et al., 2014).

A substituição dos corantes artificiais pelos naturais é tendência no mercado, pois além de atuar como corante, essas substâncias naturais também podem apresentar propriedades que auxiliam na prevenção de

doenças cardiovasculares e neurológicas, propriedades antioxidantes e anti-inflamatórias (VIANA et al., 2019).

Os corantes naturais mais estudados são extraídos a partir de frutas, vegetais, rizomas e algas, ou também podem ser obtidos a partir de fontes minerais, como representado na Figura 1 (Sigurdson, Tang e Giusti 2017).

Figura 1. Esquema representativo de corantes alimentares obtidos a partir de fontes naturais, organizados de acordo com o ângulo de hue (FONTE: Sigurdson, Tang e Giusti 2017).



Na Tabela 1 estão apresentados os corantes naturais e os corantes artificiais com uso tolerado em alimentos e bebidas, de acordo com Resolução ANVISA nº 44 de 1977. (VERIFICAR FIGURA PARECIDA EM PORTUGUES)

Tabela 1: Corantes naturais e os corantes artificiais com uso tolerado em alimentos e bebidas de acordo com Resolução ANVISA nº 44 de 1977.

NATURAIS	ARTIFICIAIS
Curcumina	Tartazina
Riboflavina	Amarelo crepúsculo
Cochonilha	Bordeaux S ou Amaranto
Urzela	Ponceau 4R
Caramelo	Eritrosina
Clorofila	Vermelho 40
Carvão medicinal	Indigotina
Carotenóides	Azul brilhante
Xantofilas	Azul patente V
Vermelho Beterraba	Azorrubina
Antocianinas	Amarelo de Quinoleína
	Verde sólido
	Marrom HT
	Negro Brilhante BN

A espirulina (*Spirulina platensis*), classificada como uma microalga é uma cianobactéria não tóxica utilizada como suplemento alimentar devido a sua considerável concentração de polissacarídeos, vitaminas, minerais, ácidos graxos insaturados, carotenoides e ficobiliproteínas (ÍLTER et al., 2018).

As ficobiliproteínas são um grupo de proteínas que apresentam cor e são solúveis em água. São classificadas em dois grandes grupos de acordo com sua cor: ficoeritrina (vermelho) e ficocianina (azul) (MORAES, 2018).

Uma ficobiliproteína que ganha destaque é a ficocianina, que possui uma coloração azul esverdeada. A ficocianina já é utilizada comercialmente como pigmento natural por diversas empresas alimentícias, como corante de chicletes, produtos lácteos e geléias. Além disso, a ficocianina possui propriedades antioxidantes, antiinflamatórias, hepatoprotetoras e sequestradoras de radicais livres (El-Bakya e El-Baroty, 2012).

Atualmente a espirulina é classificada como novo ingrediente e seu consumo diário recomendado pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), é de 1,66 g/indivíduo.

Figura 2. Espirulina em pó. Disponível em: <https://www.maxxinaturais.com.br/spirulina-em-po>. Consultado em: 04/10/2019.



O hibisco (*Hibiscus sabdariffa*) é uma planta medicinal de origem na Índia e muito cultivada no Brasil e que tem ganhado destaque por ser uma boa fonte de compostos bioativos como antocianinas, flavonoides, ácidos fenólicos e carotenoides, que conferem efeitos antibacteriano, antioxidante e anticolesterol. (PIOVESANA, 2016).

As antocianinas são flavonoides e classificadas como compostos fenólicos. São solúveis em água e sua estabilidade é facilmente afetada pelas mudanças de pH, temperatura, presença de luz, oxigênio, ions. As antocianinas merecem destaque devido ao seu alto poder antioxidante, podendo ser comparada com as vitaminas C e E. Quando consumida regularmente ajuda na prevenção de doenças crônicas como câncer, doenças cardiovasculares e doenças neurais. O cálice do hibisco apresenta grande concentração de antocianinas, sendo utilizado na produção de bebidas, geléias podendo ser utilizado como um potencial corante natural (PIOVESANA, 2016).

Figura 3. Flor de *Hibiscus sabdariffa*. Disponível em: [https://toptropicals.com/catalog/uid/hibiscus\\_sabdariffa.htm](https://toptropicals.com/catalog/uid/hibiscus_sabdariffa.htm) . Consultado em: 04/10/2019.



A cúrcuma, também conhecida como açafrão, é uma planta de pequeno porte originária do sudeste asiático composta de um rizoma principal com várias ramificações. Amplamente cultivada nos países asiáticos, além de seu consumo em refeições, também é utilizada em várias áreas como medicina, agricultura e diversas indústrias (DORNELLAS, 2016).

A cúrcuma possui um composto que vem sendo extensamente pesquisado por possuir uma variedade de atividades funcionais como anti-inflamatória, antioxidante, antibacteriana, antifúngica, antiviral e anticancerígena, a curcumina (HU et al., 2015). A curcumina é um composto hidrofóbico extraído do rizoma do açafrão da Índia (*Curcuma longa* L.), utilizado como corante natural há muito tempo devido a sua pigmentação amarelo/alaranjado (SILVA, 2016).

Devido à sua insolubilidade em água, a encapsulação é uma solução para superar problemas relacionados com o processamento, biodisponibilidade e características organolépticas com compostos bioativos, permitindo sua incorporação em matrizes alimentares (DIAS; FERREIRA; BARREIRO, 2015).

Figura 4. Cúrcuma. Disponível em: <https://brasilecola.uol.com.br/saude/curcuma.htm>. Consultado em: 04/10/2019.



Buscando obter diferentes tonalidades de cor derivadas dos compostos obtidos a partir da espirulina, do hibisco e da cúrcuma, propõe-se o estudo das suas misturas a partir de um planejamento ternário de mistura, visando a possível substituição de corantes artificiais pelas misturas de corante naturais.



## 2. OBJETIVO

### 2.1 Objetivo geral

Avaliar misturas de corantes naturais para aplicação em alimentos como substituto de corantes artificiais.

### 2.2 Objetivos específicos

- Modificar a solubilidade em água da curcumina pela sua encapsulação;
- Obter de extratos aquosos de espirulina (contendo ficocianina) e de hibisco (contendo antocianinas);
- Aplicar um planejamento de misturas ternário (*Simples-centroide*) composto pelos três corantes naturais;
- Aplicar as misturas em alimento simulado;
- Determinar as respostas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $h$  e  $C^*$  por colorimetria;
- Desenvolver os modelos matemáticos a partir do planejamento experimental com base nas respostas obtidas para parâmetros de cor.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

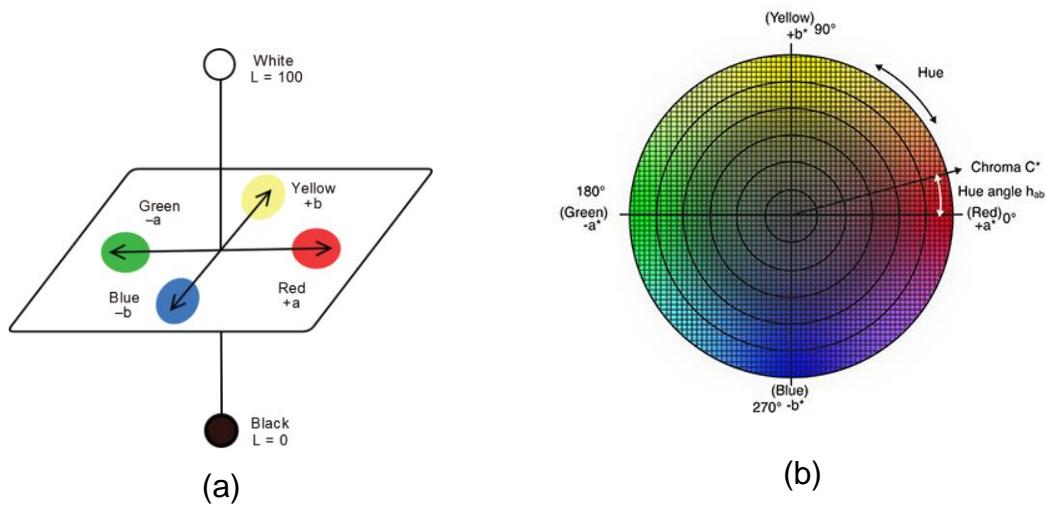
#### 3.1 Espaço de cores CIELAB

A percepção das cores pode apresentar diferenças entre as pessoas, resultando assim em problemas para os fabricantes e fornecedores. Um espaço de cor é um método de padronizar a expressão de uma cor a partir de uma notação. O mais comum é o espaço de cores  $L^* a^* b^*$ , também conhecido por CIELAB, utilizado por indústrias alimentícias, têxtil, de plástico, tintas e Universidades (KONICA MINOLTA, 2019).

De acordo com McGuire (1992), no espaço de cores CIE 1976 ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ), abreviado como CIELAB, o coeficiente de luminosidade,  $L^*$ , varia de preto (0) a branco (100). No eixo horizontal, valores positivos da coordenada  $a^*$  indicam um matiz de vermelho-púrpura e valores negativos de  $a^*$ , de verde azulado. Já no eixo vertical, valores positivos de  $b^*$  indicam amarelo e negativos azul (Figura 2 (a)).

Embora a medida de Luminosidade de uma cor,  $L^*$ , é relatada corretamente sem manipulação adicional,  $a^*$  e  $b^*$  são meramente coordenadas que refletem indiretamente o ângulo de hue ( $h$ ) matiz e o croma ( $C^*$ ), e que são difíceis de interpretar separadamente. O espaço de cor  $L^* C^* h$  (Figura 2 (b)), semelhante ao CIELAB, é preferido por alguns profissionais da indústria porque seu sistema se correlaciona bem com a percepção do olho humano. Ele tem o mesmo diagrama que o espaço de cores  $L^* a^* b^*$ , mas usa coordenadas cilíndricas em vez de coordenadas retangulares. Nesse espaço de cores,  $L^*$  indica luminosidade,  $C^*$  representa croma e  $h$  é o ângulo de matiz (ângulo de Hue). O valor de chroma  $C^*$  é a distância do eixo de luminosidade ( $L^*$ ) e começa em 0 no centro. O ângulo de hue começa no eixo  $+a^*$  e é expresso em graus (por exemplo,  $0^\circ$  é o mesmo que  $+a^*$  ou vermelho; e  $90^\circ$  é  $+b^*$  ou amarelo) (Konica Minolta, 2019).

Figura 5. (a) Representação do espaço CIELAB (FONTE: Afonso et al. 2017); (b) espaço  $L^*C^*h$  (FONTE: Konica Minolta, 2019).



Já o parâmetro croma é um indicativo da pureza da cor (ou intensidade cromática frente ao branco puro) (Seifert et al 2018; Briones-Labarca et al 2017).

### 3.2 Planejamento de misturas

Uma mistura é definida como um conjunto de dois ou mais componentes e sua função está relacionada à proporção de cada componente. Um experimento com misturas utiliza proporções diferentes de cada componente, sendo a sua soma cem por cento (CORNELL, 2011). No delineamento para a definição de uma mistura experimental, a quantidade total dos componentes é mantida constante, sendo que a resposta depende das proporções relativas dos componentes na mistura e não da quantidade da mistura (RAO; BARAL, 2011).

A utilização de modelos tais como o *Simplex-Centróide*, permite investigar os efeitos sinérgicos ou antagonistas dos componentes da mistura nas variáveis de resposta (CORNELL, 2002; HANDA et al., 2016). O objetivo do modelo *Simplex-centroide* é o de avaliar as respostas associadas a cada ingrediente separado, a cada par de ingredientes (em proporções iguais), a cada trio de ingredientes (também em proporções iguais); e assim, sucessivamente (CORNELL; DENG, 1982; DUTCOSKY et al., 2006).

Os modelos de regressão para misturas são: linear, quadrático, cúbico completo e cúbico especial. Nas Equações 1, 2 e 3 estão representados os modelos matemáticos linear, quadrático e cúbico especial, respetivamente (BARROS; SCARMINIO; BRUNS, 2001).

$$.Y = b_1. X_1 + b_2. X_2 + b_3. X_3 \quad \text{Equação 1}$$

$$Y = b_1.X_1 + b_2.X_2 + b_3.X_3 + b_{12}. X_1.X_2 + b_{13}.X_1. X_3 + b_{23}.X_2. X_3 \quad \text{Equação 2}$$

$$Y = b_1.X_1 + b_2.X_2 + b_3.X_3 + b_{12}. X_1.X_2 + b_{13}.X_1. X_3 + b_{23}.X_2. X_3 + b_{123}. X_1.X_2.X_3 \quad \text{Equação 3}$$

Onde:

**Y** - Resposta avaliada com o modelo matemático;

**$b_i$**  - Coeficiente linear do componente  $i$ ;

**$b_{ij}$**  - Coeficiente de interação binário;

**$b_{ijk}$**  - Coeficiente de interação ternária

**$X_i$**  - Proporção do componente  $i$  na mistura.

A determinação de qual modelo matemático que descreve adequadamente os dados experimentais é iniciada a partir da análise de regressão, onde se obtém os coeficientes das equações. Em seguida é feita uma análise de variância (ANOVA) a fim de definir os componentes da equação, mantendo os coeficientes significativos e eliminando os coeficientes não significativos para a resposta. Juntamente ocorre a análise do coeficiente de regressão ( $R^2$ ) e coeficiente de regressão ajustado ( $R^2_{\text{ajustado}}$ ). A medida que se elimina os coeficientes não significativos do modelo, os valores de  $R^2$  e  $R^2_{\text{ajustado}}$  devem se aproximar de 1 (SMITH, 2005).

Tendo em vista o que foi exposto, pretende-se utilizar um planejamento experimental *Simplex-centroide* para determinar o efeito da composição da mistura dos três componentes naturais (curcumina encapsulada, extrato de espirulina e extrato de hibisco) quando aplicados em alimentos modelo, nos parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , ângulo de Hue e Cromo.

## **4. MATERIAL E MÉTODOS**

### **4.1 Material**

Foram adquiridos no mercado local de Campo Mourão hibisco e espirulina para serem utilizados como fontes dos corantes naturais. Curcumina, poli(vinil pirrolidona) (PVP) (Sigma Aldrich), Tween 80 (Dinâmica, P.A.) e etanol absoluto (Dinâmica) foram utilizados para produção do corante hidrossolúvel de curcumina (nanoencapsulação).

### **4.2 Nanoencapsulação da curcumina**

A nanoencapsulação foi feita pelo método de dispersão sólida adaptado de Almeida et al. (2018). Inicialmente foi dissolvido o Tween 80 (0,040 g) em etanol (110 mL) sob agitação magnética. Em seguida foi adicionado o PVP (0,400 g) e a curcumina (0,040 g) e logo após a mistura foi levada ao Ultrassom (Fisher Scientific) em regime de pulso (30 s ligado/10 s pausa) a 100% de amplitude e 120W usando uma ponteira de 1/8' e banho de gelo durante 5 minutos. Então o solvente foi evaporado em estufa de convecção a 50°C por pelo menos 5 horas.

### **4.3 Obtenção do extrato de espirulina contendo ficocianina**

A metodologia para extração da ficocianina da *Spirulina platensis* foi adaptada de Silveira et al. (2007). A espirulina (15 g) foi adicionada à água destilada (750 mL) e a mistura levada para o Ultra-turrax (IKA T25) a 7.000 rpm durante 20 minutos. Em seguida a mistura foi levada para a centrífuga, o sobrenadante foi filtrado a vácuo, e o extrato foi liofilizado.

### **4.4 Obtenção do extrato de hibisco contendo antocianinas**

A metodologia para extração das antocianinas a partir da flor de hibisco foi adaptada de Rasheed et al. (2018). O hibisco (7,5 g) foi adicionado em água destilada pré-aquecida a 85°C (750 mL) e levada ao Ultra-turrax a 7.000 rpm por 20 minutos. Em seguida a mistura foi submetida a filtração a vácuo e por fim, liofilizada.

#### 4.5 Planejamentos de misturas

O planejamento de misturas utilizado para avaliar o efeito da composição dos corantes nos parâmetros de cor foi gerado pelo software Statistica 13.0 (Statsoft, USA), sendo este um planejamento de misturas ternário com restrição. Para tanto foram aplicadas as seguintes considerações: duplicata no ponto central e restrição de máximo para o extrato de espirulina (máximo = 0,1). A restrição foi aplicada em função de pré-testes realizados para avaliar o efeito do poder corante de cada extrato, sendo o efeito do extrato de espirulina potencialmente superior mascarando a coloração em tonalidades azul escuras. O planejamento proposto avaliado está apresentado na Tabela 2.

Tabela 2. Pontos experimentais do planejamento de mistura simple-centroid aplicado aos corantes naturais.

Mistura	X <sub>1</sub> Curcumina encapsulada	X <sub>2</sub> Extrato de Hibisco	X <sub>3</sub> Extrato de espirulina
1	1,000	0,000	0,000
2	0,000	1,000	0,000
3	0,900	0,000	0,100
4	0,000	0,900	0,100
5	0,000	0,950	0,050
6	0,950	0,000	0,050
7	0,500	0,500	0,000
8	0,450	0,450	0,100
9	0,475	0,475	0,050

Fonte: autor (2019).

#### 4.6 Aplicação das misturas de corantes em alimentos simulados

As misturas foram aplicadas em tampões, simulando alimentos com diferentes pHs (tampão fosfato pH 6,9; tampão citrato pH 3) e também foram aplicadas ao iogurte natural. A concentração de mistura de corante em relação ao volume de tampão ou de iogurte foi definida conforme aspecto visual (0,1 g de mistura para 10 mL de tampão ou iogurte). A mistura foi feita com agitação magnética até que a coloração estivesse homogênea.

#### **4.7 Determinação dos parâmetros de cor**

Os parâmetros de cor foram determinados com um colorímetro Delta Vista 450G, equipado com um acessório para determinação de cor em líquidos. Foram realizadas 3 leituras para cada mistura. A média das leituras de cada mistura foram utilizadas na análise do planejamento experimental.

#### **4.8 Desenvolvimento dos modelos matemáticos**

Para a obtenção dos modelos, os dados experimentais foram tratados por regressão linear no software Statistica 7.0. As respostas avaliadas foram codificadas para cada tampão ou para o iogurte natural conforme listado abaixo.

$Y_1$	-	$L^*$
$Y_2$	-	$a^*$
$Y_3$	-	$b^*$
$Y_4$	-	H
$Y_5$	-	$C^*$

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Parâmetros de cor

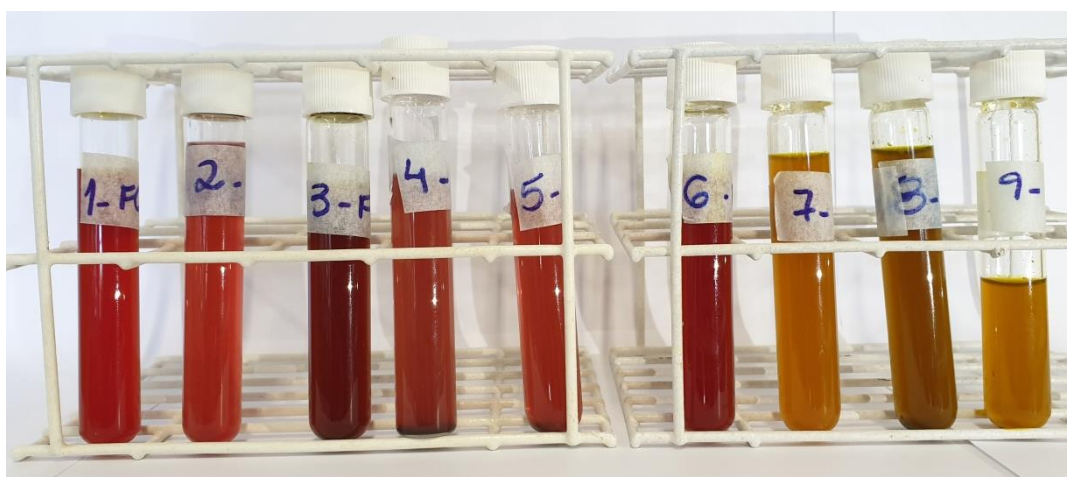
Nas Tabelas 3, 4 e 5 estão apresentados os valores médios dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio fosfato, citrato e iogurte, respectivamente. Nas Figuras 6, 7 e 8 estão apresentadas as imagens das misturas aplicadas ao tampão fosfato, tampão citrato e iogurte natural, respectivamente.

Tabela 3: Valores dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio tampão fosfato (pH 6,9).

Mistura	L*	a*	b*	Croma	Hue
1	12,56	16,46	15,76	22,79	43,74
2	17,83	29,57	21,87	36,78	36,48
3	8,63	8,54	11,93	14,67	54,4
4	13,88	13,98	8,96	16,61	32,67
5	16,45	24,25	17,03	29,63	35,08
6	9,79	18,44	14,54	23,49	38,25
7	32,47	5,24	46,63	46,92	83,57
8	16,25	3,51	22,81	23,08	81,23
9	18,05	5,91	24,77	25,47	76,57
10	23,61	4,27	32,86	33,13	82,58

Fonte: autor (2019).

Figura 6. Misturas aplicadas ao tampão fosfato (pH 6,9).



Fonte: autor (2019).



Tabela 4: Valores dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio tampão citrato (pH 3).

Mistura	L*	a*	b*	Croma	Hue
1	50,6	10,26	68,67	69,43	81,5
2	16,43	30,56	22,15	37,74	35,93
3	33,78	5,9	48,68	49,04	83,07
4	12,75	19,39	13,29	23,51	34,43
5	13,31	22,05	15,08	26,71	34,38
6	32,62	9,64	46,88	47,87	78,37
7	25,5	13,42	38,37	40,65	70,72
8	22,34	8,53	32,16	33,27	75,13
9	19,22	15,66	28,81	32,79	61,47
10	20,12	10,58	31,04	32,79	71,16

Fonte: autor (2019).

Figura 7. Misturas aplicadas ao tampão citrato (pH 3).



Fonte: autor (2019).

Tabela 5: Valores dos parâmetros obtidos a partir da análise feita no colorímetro no meio iogurte.

Mistura	L*	a*	b*	Croma	Hue
1	68,23	12,58	91,29	92,15	82,14
2	61,53	23,05	3,65	23,34	9,01
3	60,69	1,48	78,56	78,57	88,91
4	57,1	14,75	1,19	14,79	4,62
5	58,88	18,9	1,96	19	5,94
6	65,33	5,64	82,72	82,92	86,09
7	65,13	10,4	83,62	84,27	82,9
8	60,35	0,04	72,77	72,77	89,96
9	61,3	4,52	78,82	78,95	86,71
10	62,5	4,81	76,64	76,79	86,4

Fonte: autor (2019).

Figura 8. Misturas aplicadas no iogurte.



Fonte: autor (2019).

Ao analisar as Tabelas 3 (tampão fosfato, pH 6,9) e 4 (tampão citrato, pH 3) e 5 (iogurte natural) juntamente com as Figuras 6, 7 e 8 é possível observar visualmente que o pigmento característico da curcuma apresentou maior intensidade de amarelo vivo nas misturas onde ocorre em maior quantidade (pontos experimentais números 1,3 e 6) nos meios com característica de maior acidez (tampão citrato e iogurte). De acordo com Marcolino (2008) a curcumina apresenta coloração amarela em meio ácido e com o aumento do pH sua coloração tende a alterar para um tom alaranjado. De acordo com a literatura um iogurte deve apresentar um pH levemente ácido, em torno de 4,5 o que favorece a pigmentação amarela da curcumina, como é possível observar ao analisar a Tabela 5 e a Figura 8.

O extrato de hibisco apresentou coloração mais atraente em pH 3 quando comparado ao pH 6,9, como pode se observar ao analisar o ponto de mistura 2, das Figuras 6 e 7, em que o extrato de hibisco é o único componente. As antocianinas podem exibir diferentes cores, dependendo de sua estrutura e Ph do meio. Em um determinado pH existe um equilíbrio entre 4 estruturas de uma antocianina: uma base quinoidal azul (anidro) (A), um cátion flavilium vermelho (AH<sup>+</sup>) e a pseudobase de carbinol incolor (B) e a chalcona (C). Em condição neutra ou levemente acida as antocianinas apresentam-se sem coloração devido a instabilidade da anidrobases. A estabilidade desses pigmentos em pH baixo é alta devido a alta concentração do cátion flavilium (GRADINARU 2003). Dessa forma, pode-se concluir que nos meios em questão o ponto de mistura 2 possui alta concentração de cátion flavilium.

O extrato de espirulina apresentou dificuldade de homogeneização nas misturas. Nota-se que há formação de precipitado principalmente nas amostras dos pontos experimentais 4 e 8. Nestes pontos o extrato de espirulina encontra-se em maior proporção e é possível que devido sua composição complexa haja interação com componentes do extrato de hibisco, bem como a curcumina encapsulada, causando precipitação e falta de homogeneidade. Barka et al 2018 obtiveram extratos aquosos de espirulina e determinaram sua composição centesimal e observaram que mais da metade da porção inicial de proteínas presentes na alga permaneceu no extrato, juntamente com outros nutrientes. Os autores também avaliaram o efeito do pH na tensão superficial de tais extratos e concluíram que em pH 3 há precipitação da fração proteica. Possivelmente o mesmo efeito ocorreu no presente trabalho.

## 5.2 Modelos matemáticos obtidos no meio fosfato

Na Tabela 6 são apresentados os resultados da análise de variância dos dados de luminosidade ( $L^*$ ) das misturas aplicadas ao tampão fosfato, já na Tabela 7 são apresentados os coeficientes do modelo de regressão e ajuste do modelo, na Equação 4 o modelo obtido e na Figura 9 os valores observados versus preditos para o mesmo parâmetro.

Tabela 6: Anova para o modelo de resposta do coeficiente  $L^*$  no meio tampão fosfato (pH 6,9).

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>p-valor</b>
<b>Regressão</b>	412,231	4	103,058	20,6908	5,192	0,002601
<b>Erro</b>	24,904	5	4,981			
<b>Falta de ajuste</b>	9,448	4	2,362	0,1528	224,583	0,937241
<b>Erro puro</b>	15,457	1	15,457			
<b>Total</b>	437,135	9				

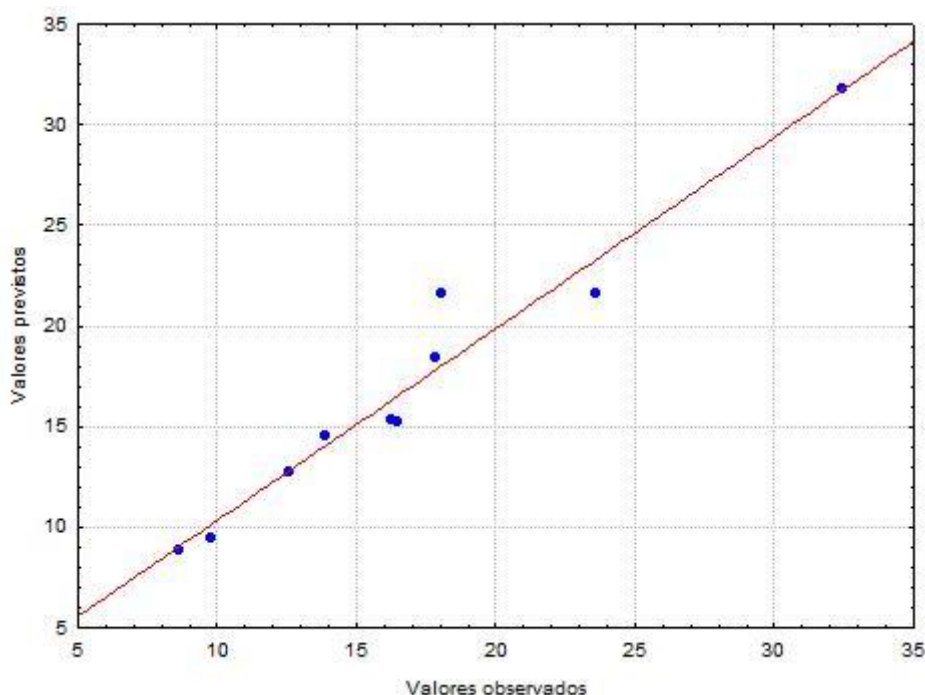
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 7: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente L\* no meio tampão fosfato (pH 6,9).

Fatores	Coeficientes	p-valor
<b>A</b>	12,078	0,000926
<b>B</b>	18,095	0,000137
<b>C</b>	-22,766	0,331795
<b>A x B</b>	64,255	0,001315
<b>A x B x C</b>	-478,626	0,038491
<b>R<sup>2</sup></b>		0,943
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,8975

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
 Fonte: autor (2019).

Figura 9. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente L\* para o meio fosfato.



$$L^* = 12,078.A + 18,095.B - 22,766.C + 64,255.A.B - 78,626.A.B.C \quad \text{Equação 4}$$

Analisando a Tabela 6 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo de luminosidade para as misturas aplicadas ao tampão fosfato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ . Já na Tabela 7 pode-se observar que todos os coeficientes apresentaram-se significativos para determinar o comportamento da luminosidade no tampão fosfato, com excessão do coeficiente linear relativo

ao extrato de espirulina ( $p > 0,05$ ). Contudo, este parâmetro foi mantido após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Os fatores de interação entre a curcumina encapsulada e o extrato de espirulina (fator AC), bem como de interação entre extrato de hibisco e extrato de espirulina (fator BC) foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado} > 0,85$  (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001)) e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a Equação 4 para previsão da luminosidade no meio tampão fosfato indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B) e da interação entre estes (fator AB) para o aumento da mesma. Já a interação entre os três componentes da mistura (fator ABC) apresentou influência negativa na luminosidade, assim como o fator linear do extrato de espirulina (fator C).

Tabela 8: Anova para o modelo de resposta do coeficiente a\* no meio fosfato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	711,87	5	142,37	20,0315	6,2561	0,006206
<b>Resíduo</b>	28,430	4	7,1075			
<b>Falta de ajuste</b>	27,080	3	9,03	6,7363	215,7073	0,274283
<b>Erro puro</b>	1,340	1	1,34			
<b>Total</b>	740,30	9				

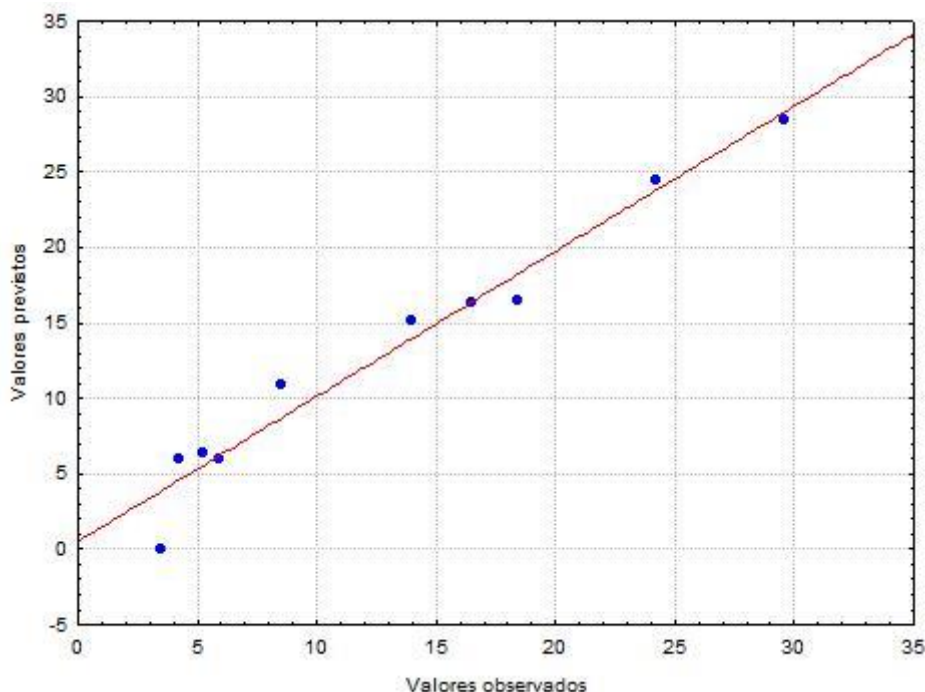
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 9: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente a\* no meio fosfato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	16,39	0,002437
<b>B</b>	28,46	0,000294
<b>C</b>	-1053,97	0,169250
<b>A x B</b>	-64,02	0,001143
<b>A x C</b>	1127,79	0,181693
<b>B x C</b>	1054,70	0,205562
<b>R<sup>2</sup></b>		0,962
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,914

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 10. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $a^*$  para o meio fosfato.



$$a^* = 16,39.A + 28,46.B - 1053,97.C - 64,02.A.B + 1127,79.A.C + 1054,7.B.C$$

Equação 5.

Analisando a Tabela 8 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do coeficiente  $a^*$  para as misturas aplicadas ao tampão fosfato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 9 pode-se observar que os coeficientes dos fatores A, B e A X B apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do coeficiente  $a^*$  no tampão fosfato, enquanto os coeficientes do fatores C e A X C apresentaram-se não significativos ( $p > 0,05$ ). Estes parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que os retirando acarretava em uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). O fator A X BXC foi removido do modelo por não apresentar significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do coeficiente  $a^*$  no meio tampão fosfato, apresentada na Equação 5, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B) e das interações entre curcumina e espirulina (Fator AC) e extrato de hibisco e espirulina (Fator BC) para o aumento da mesma. Já a interação entre curcumina e extrato de hibisco (Fator AB) apresentou influência negativa no coeficiente  $a^*$ , assim como o fator linear do extrato de espirulina (fator C), consequente de sua coloração esverdeada já que, tons que tendem para o verde apresentam valores de  $a^*$  negativos.

Tabela 10: Anova para o modelo de resposta do coeficiente  $b^*$  no meio fosfato (pH 6,9).

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	986,930	3	328,977	14,522	4,757	0,003
<b>Resíduo</b>	135,920	6	22,653			
<b>Falta de ajuste</b>	103,200	5	20,6400	0,631	230,162	0,736
<b>Erro puro</b>	32,720	1	32,7200			
<b>Total</b>	1122,850	9				

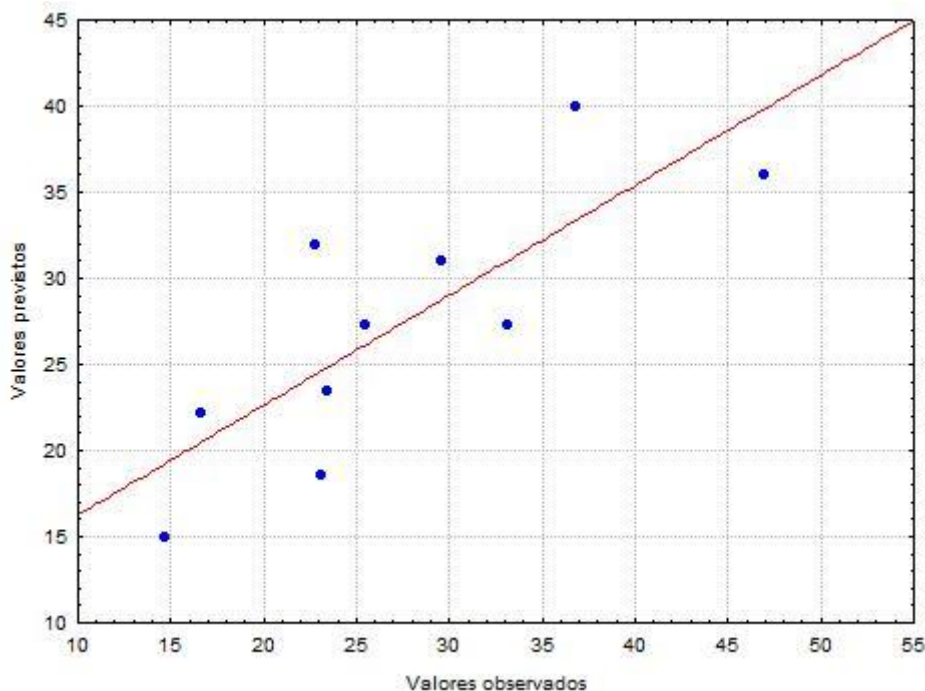
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 11: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente  $b^*$  no meio fosfato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	19,965	0,001188
<b>B</b>	22,104	0,000695
<b>C</b>	-102,178	0,032651
<b>A x B</b>	75,708	0,001400
<b>R<sup>2</sup></b>		0,878900
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,818400

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 11. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $b^*$  para o meio fosfato.



$$b^* = 19,965.A + 22,104B - 102,178.C + 75,708.A.B \quad \text{Equação 6.}$$

Analisando a Tabela 10 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do coeficiente  $b^*$  para as misturas aplicadas ao tampão fosfato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 11 pode-se observar que todos os coeficientes do modelo apresentam-se significativo ( $p < 0,05$ ). Os fatores de interação entre a curcumina encapsulada e o extrato de espirulina (fator AC), entre extrato de hibisco e extrato de espirulina (fator BC) bem como a interação entre os três componentes foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta uma previsão razoável, já que o seu valor  $R^2_{ajustado}$  apresenta-se menor que 0,85 (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001).

Sendo assim, a equação para previsão do coeficiente  $b^*$  no meio tampão fosfato, apresentada na Equação 6, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B) e da interação entre estes (fator AB) para o aumento da mesma. Já o fator linear C apresentou um efeito negativo. Valores positivos e  $b^*$  indicam coloração amarela e negativos indicam



coloração azul. Assim, a curcumina encapsulada e o extrato de hibisco tentem a manter a coloração da mistura em cores amareladas e o extrato de espirulina leva a colorações azuladas.

Tabela 12: Anova para o modelo de resposta do Cromo no meio fosfato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	538,680	2	269,3400	6,1747	4,7374	0,028478
<b>Resíduo</b>	305,340	7	43,6200			
<b>Falta de ajuste</b>	276,000	6	46,0000	1,5678	233,9860	0,545059
<b>Erro puro</b>	29,340	1	29,3400			
<b>Total</b>	844,020	9				

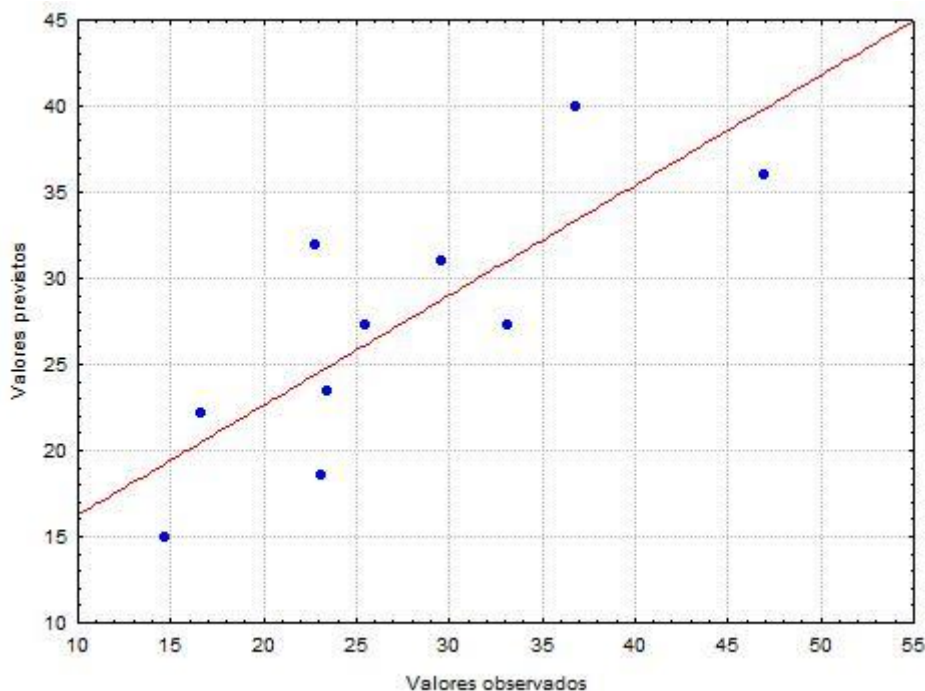
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 13: Coeficientes do modelo de regressão para o Cromo no meio fosfato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	31,969	0,000176
<b>B</b>	39,921	0,000043
<b>C</b>	-137,821	0,031175
<b>R<sup>2</sup></b>		0,638200
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,534800

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 12. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente Croma para o meio fosfato.



$$C^* = 31,969.A + 39,921.B - 137,821.C \quad \text{Equação 7.}$$

Analisando a Tabela 12 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do parâmetro Croma para as misturas aplicadas ao tampão fosfato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 13 pode-se observar que todos os coeficientes apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do Croma no tampão fosfato ( $p < 0,05$ ). Os fatores de interação entre a curcumina encapsulada e o extrato de espirulina (fator AC), entre extrato de hibisco e extrato de espirulina (fator BC), entre curcumina e extrato de hibisco (fator AB) e o fator de interação entre os três componentes foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo não apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do Croma no meio tampão fosfato, apresentada na Equação 7, indica um efeito positivo da curcumina (fator A) e do extrato de hibisco (fator B) para o aumento do mesmo. Já o fator linear do extrato de espirulina (fator C) apresentou um efeito negativo. Chroma

é o parâmetro que indica saturação da cor na escala Cielab (KONICA MINOLTA, 2019) dessa forma percebe-se que assim como na luminosidade houve um efeito de escurecimento com a adição do extrato de espirulina, o mesmo ocorreu para o Chroma. Quanto maior a concentração de extrato de espirulina menor o chroma pelo efeito de escurecimento, já que próximo à origem do diagrama de chroma, as cores tendem a aproximar-se de preto.

Tabela 14: Anova para o modelo de resposta do ângulo de Hue no meio fosfato (pH 6,9).

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	4284,800	5	856,9600	48,7740	6,2561	0,001121
<b>Resíduo</b>	70,280	4	17,5700			
<b>Falta de ajuste</b>	52,220	3	17,4067	0,9638	215,7073	0,616615
<b>Erro puro</b>	18,060	1	18,0600			
<b>Total</b>	4355,090	9				

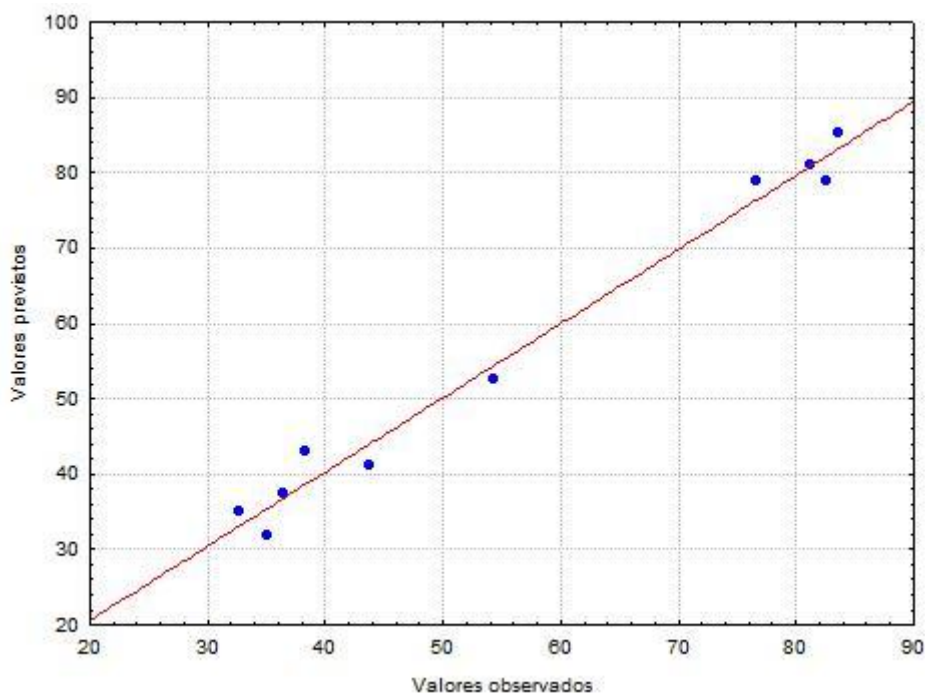
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 15: Coeficientes do modelo de regressão para o ângulo de Hue no meio fosfato.

<b>Fatores</b>	<b>Coefficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	41,07	0,000410
<b>B</b>	37,52	0,000582
<b>C</b>	1557,10	0,190638
<b>AB</b>	183,58	0,000110
<b>AC</b>	-1557,38	0,229153
<b>BC</b>	-1717,52	0,192889
<b>R<sup>2</sup></b>		0,983900
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,963700

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 13. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do ângulo de Hue para o meio fosfato.



$$h^{\circ} = 41,07.A + 37,52.B + 1557,10.C + 183,58A.B - 1557,38.A.C - 1717,52.B.C \quad \text{Equação 8.}$$

Analisando a Tabela 14 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do Ângulo de Hue para as misturas aplicadas ao tampão fosfato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 15 pode-se observar os coeficientes do fator C, AC e BC apresentaram-se não significativos para determinar o comportamento do Ângulo de Hue no tampão fosfato ( $p > 0,05$ ). Contudo, estes parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). O fator de interação entre os três componentes da mistura foi removido do modelo por não apresentar significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do Ângulo de Hue no meio tampão fosfato, apresentada na Equação 8, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B), do extrato de espirulina

(fator C) e da interação entre estes (fator AB) para o aumento da mesma. Já a interação entre curcumina e extrato de espirulina (fator AC) e extrato de hibisco e extrato de espirulina (fator BC) apresentam efeito negativo.

Nos pontos 7, 8 e 9 onde a tonalidade se aproxima ao amarelo obtêm-se valores mais altos, próximos a 90. E nos demais pontos os valores são mais baixos próximos a 40 resultando em tons avermelhados e alaranjados.

### 5.3 Modelos matemáticos obtidos no meio citrato.

Tabela 16: Anova para o modelo de resposta do coeficiente L\* no meio citrato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	1125,9400	4	281,4850	15,9626	5,1922	0,00472
<b>Resíduo</b>	88,1700	5	17,6340			
<b>Falta de ajuste</b>	87,770	4	21,9425	54,1790	224,5832	0,10150
<b>Erro puro</b>	0,405	1	0,4050			
<b>Total SS</b>	1214,120	9				

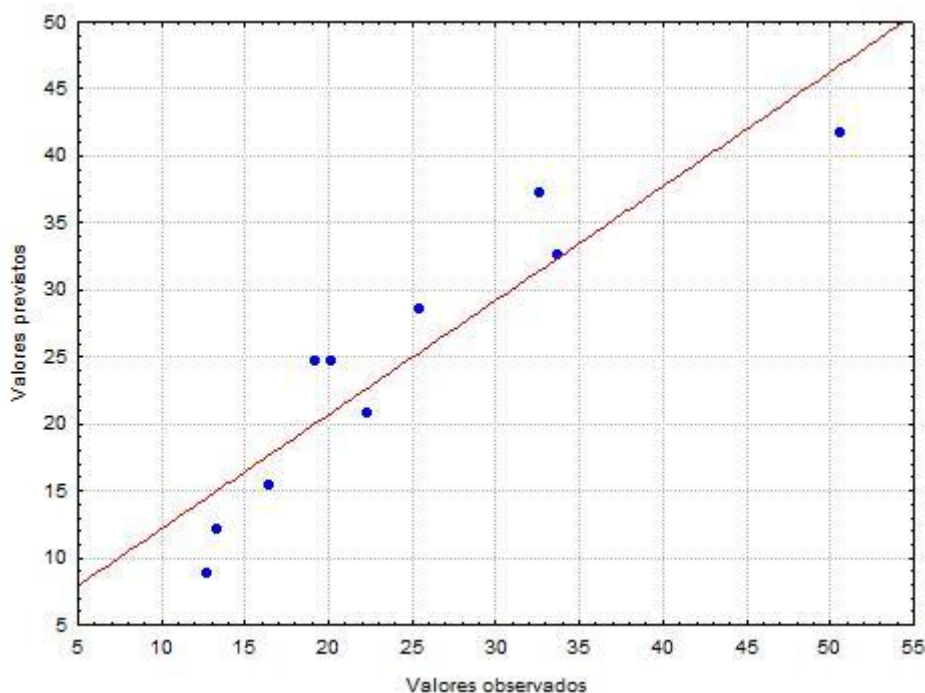
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 17: Coeficientes do modelos de regressão para o coeficiente L\* no meio citrato

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	46,779	5,5 x10 <sup>-5</sup>
<b>B</b>	14,855	0,009
<b>C</b>	2,555	0,962
<b>AB</b>	-21,836	0,127
<b>AC</b>	-120,140	0,232
<b>R<sup>2</sup></b>		0,927
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,869

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 14. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $L^*$  em meio citrato.



$$L^* = 46,779.A + 14,855.B + 2,555.C - 21,836.A.B - 120,140.A.C \quad \text{Equação 9.}$$

Analisando a Tabela 16 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo de luminosidade para as misturas aplicadas ao tampão citrato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 17 pode-se observar que apenas os coeficientes A e B apresentaram-se significativos para determinar o comportamento da luminosidade no tampão citrato. Contudo, os demais parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Os fatores de interação entre extrato de hibisco e extrato de espirulina (fator BC) e entre os três componentes da mistura foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão da luminosidade no meio tampão citrato, apresentada na Equação 9, indica um efeito positivo da curcumina (fator

A), do extrato de hibisco (fator B) e extrato de espirulina para o aumento da mesma. Já a interação entre curcumina e extrato de hibisco (fator AB) e curcumina e extrato de espirulina (fator AC) apresentaram efeito negativo resultando em um escurecimento da cor.

Tabela 18: Anova para o modelo de resposta do coeficiente a\* no meio citrato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	484,4300	6	80,7383	10,3599	8,9406	0,040872
<b>Resíduo</b>	23,3800	3	7,7933			
<b>Falta de ajuste</b>	10,480	2	5,2400	0,4062	199,5000	0,742801
<b>Erro puro</b>	12,900	1	12,9000			
<b>Total SS</b>	507,820	9				

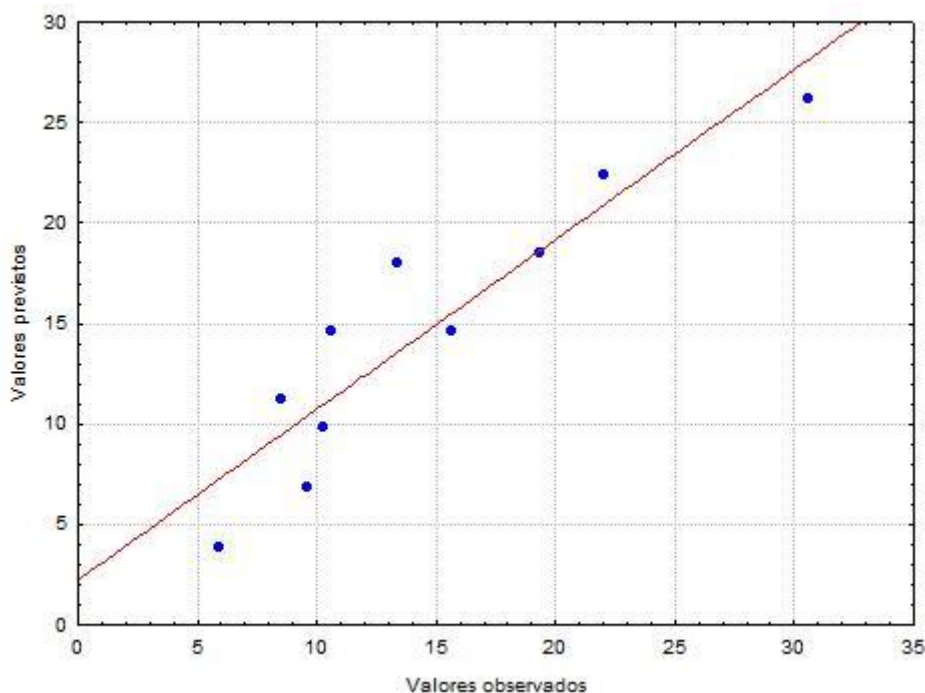
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 19: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente a\* no meio citrato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	10,600	0,027813
<b>B</b>	29,526	0,001537
<b>C</b>	-228,800	0,751645
<b>AB</b>	-23,799	0,151702
<b>AC</b>	217,501	0,786143
<b>BC</b>	161,166	0,840167
<b>ABC</b>	98,200	0,679230
<b>R<sup>2</sup></b>		0,954000
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,861900

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 15. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $a^*$  em meio citrato.



$$a^* = 10,6.A + 29,529.B - 228,8.C - 23,799.A.B + 217,501.A.C + 161,166.B.C + 98,2.A.B.C \quad \text{Equação 10.}$$

Analisando a Tabela 18 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do coeficiente  $a^*$  para as misturas aplicadas ao tampão citrato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 19 pode-se observar que apenas os coeficientes A e B apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do coeficiente  $a^*$  no tampão citrato ( $p < 0,05$ ). Contudo, os outros parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que os retirando acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do coeficiente  $a^*$  no meio tampão citrato, apresentada na Equação 10, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B), interação entre curcumina e extrato de espirulina, interação entre extrato de hibisco e espirulina e a interação entre os



três componentes da misturas para o aumento da mesma. Já a interação entre curcumina e extrato de hibisco (fator AB) apresentou influência negativa no coeficiente  $a^*$ , assim como o fator linear do extrato de espirulina (fator C). O que resulta em valores de  $a^*$  positivos, tendendo para o tom avermelhado.

Tabela 20: Anova para o modelo de resposta do coeficiente  $b^*$  no meio citrato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	2378,1100	2	1189,0550	44,2404	4,7374	0,000107
<b>Resíduo</b>	188,1400	7	26,8771			
<b>Falta de ajuste</b>	185,660	6	30,9433	12,4270	233,9860	0,213804
<b>Erro puro</b>	2,490	1	2,4900			
<b>Total SS</b>	2566,250	9				

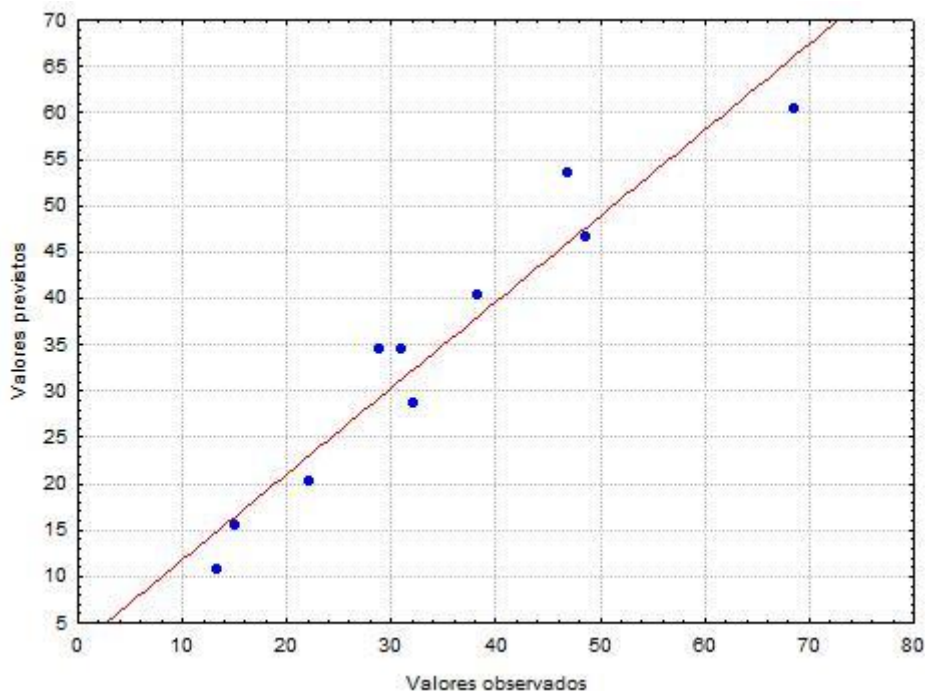
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 21: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente  $b^*$  no meio citrato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	60,3713	0,000001
<b>B</b>	20,3414	0,000635
<b>C</b>	-76,5103	0,099054
<b>R<sup>2</sup></b>	0,929600	
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>	0,905700	

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina. Fonte: autor (2019).

Figura 16. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $b^*$  em meio citrato.



$$b^* = 60,371.A + 20,341.B - 76,51C \quad \text{Equação 11.}$$

Analisando a Tabela 20 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do coeficiente  $b^*$  para as misturas aplicadas ao tampão citrato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 21 pode-se observar que todos os coeficientes apresentaram-se significativos para determinar o comportamento da luminosidade no tampão fosfato, com excessão do coeficiente linear relativo ao extrato de espirulina ( $p > 0,05$ ). Contudo, este parâmetro foi mantido após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Os demais fatores de interação foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do coeficiente  $b^*$  no meio tampão citrato, apresentada na Equação 11, indica um efeito positivo da curcumina

(fator A) e do extrato de hibisco (fator B) para o aumento da mesma. Já o fator linear do extrato de espirulina (fator C) apresentou efeito negativo, resultando em valores positivos de  $b^*$ , tendendo para a cor amarelo.

Tabela 22: Anova para o modelo de resposta do ângulo de hue no meio citrato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	3508,8700	4	877,2175	38,2263	5,1922	0,000610
<b>Resíduo</b>	114,7400	5	22,9480			
<b>Falta de ajuste</b>	67,790	4	16,9475	0,3610	224,5832	0,828641
<b>Erro puro</b>	46,950	1	46,9500			
<b>Total SS</b>	3623,610	9				

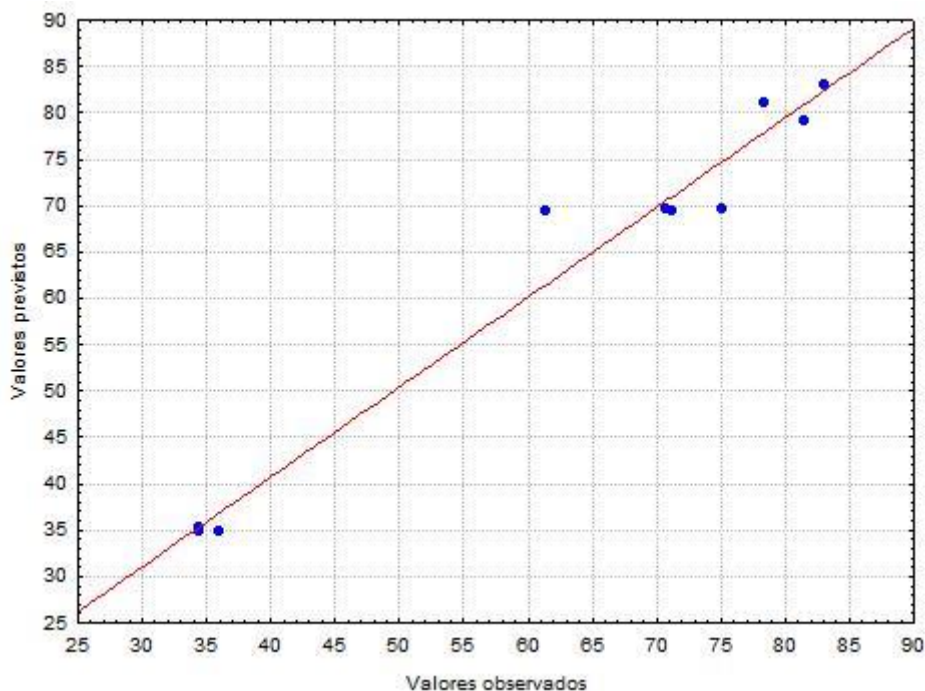
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 23: Coeficientes do modelo de regressão para o ângulo de hue no meio citrato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	79,0480	0,000008
<b>B</b>	34,7716	0,000432
<b>C</b>	119,2805	0,098183
<b>AB</b>	50,9020	0,013563
<b>BC</b>	-87,5064	0,425893
<b>R<sup>2</sup></b>		0,968300
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,943000

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 17. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do ângulo de Hue em meio citrato.



$$hue^{\circ} = 79,05.A + 34,77.B + 119,28.C + 50,90.A.B - 87,50.B.C \quad \text{Equação 12.}$$

Analisando a Tabela 22 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do ângulo de Hue para as misturas aplicadas ao tampão citrato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 23 pode-se observar que os coeficientes dos fatores A, B e AB apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do ângulo de Hue no tampão citrato, com excessão do coeficiente de interação entre extrato de hibisco e extrato de espirulina (fator BC) e do coeficiente linear relativo ao extrato de espirulina ( $p > 0,05$ ). Contudo, estes parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que os retirado acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Os fatores de interação entre a curcumina encapsulada e o extrato de espirulina (fator AC), bem como de interação entre os três componentes da mistura (fator ABC) foram removidos do modelo por não apresentarm significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados. Os valores menores para ângulo de Hue foram

obtidos em misturas que não possuíam curcumina encapsulada (pontos 2,4 e 5) obtendo uma cor mais avermelhada, enquanto os demais pontos que possuem a fração de curcumina encapsulada tendem para tons alaranjados e amarelados, resultando em valores maiores.

Sendo assim, a equação para previsão do ângulo de Hue no meio tampão citrato, apresentada na Equação 12, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B), do extrato de espirulina e da interação entre curcumina e extrato de hibisco (fator AB) para o aumento da mesma. Já a interação entre extrato de hibisco e extrato de espirulina apresentou influência negativa no valor de ângulo de Hue.

Tabela 24: Anova para o modelo de resposta do Cromo no meio citrato.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	1324,4900	2	662,2450	16,2777	4,7374	0,00233
<b>Resíduo</b>	284,7900	7	40,6843			
<b>Falta de ajuste</b>	284,790	6	47,4650		233,9860	
<b>Erro puro</b>	0,000	1	0,0000			
<b>Total SS</b>	1609,270	9				

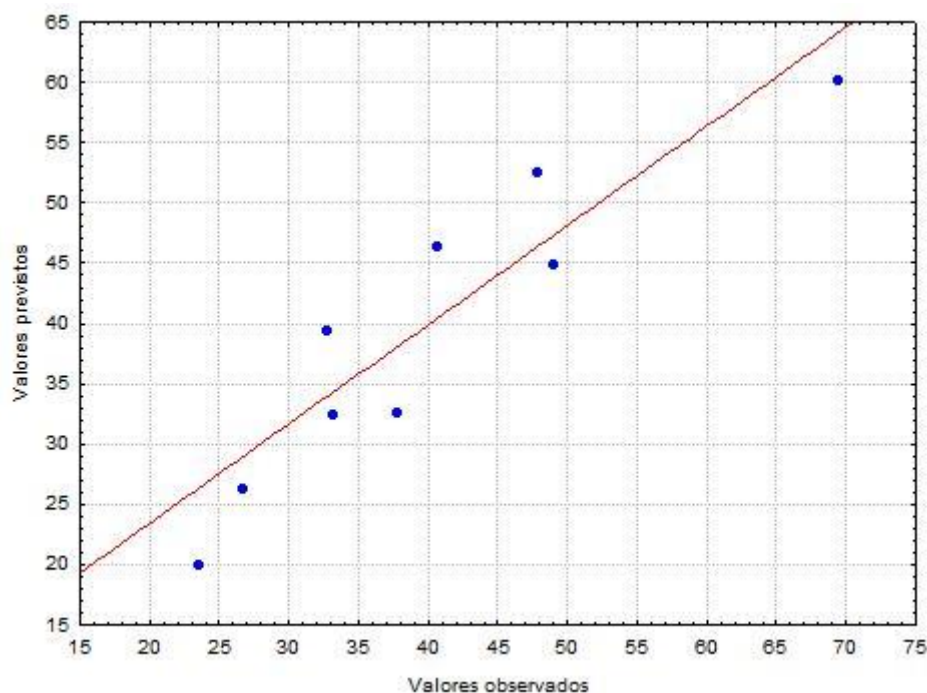
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 25: Coeficientes do modelo de regressão para o Cromo no meio citrato.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	60,1623	0,000002
<b>B</b>	32,5977	0,000125
<b>C</b>	-93,6200	0,100574
<b>R<sup>2</sup></b>	0,823000	
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>	0,772500	

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 18. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do Croma em meio citrato.



$$C^* = 60,16.A + 32,59.B - 93,62 \quad \text{Equação 13.}$$

Analisando a Tabela 23 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do Croma para as misturas aplicadas ao tampão citrato, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 24 pode-se observar que todos os coeficientes apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do Croma no tampão citrato, com exceção do coeficiente linear relativo ao extrato de espirulina ( $p > 0,05$ ). Contudo, este parâmetro foi mantido após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{\text{ajustado}}$ ). Os fatores de interação AB, AC, BC e ABC foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta previsão razoável em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{\text{ajustado}}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do Croma no meio tampão citrato, apresentada na Equação 13, indica um efeito positivo da curcumina

(fator A) e do extrato de hibisco (fator B). Já o fator linear do extrato de espirulina (fator C) apresentou efeito negativo.

#### 5.4 Modelos matemáticos obtidos no meio iogurte.

Tabela 26: Anova para o modelo de resposta do coeficiente L\* no meio iogurte.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	94,3000	2	47,1500	74,3356	4,7374	0,000019
<b>Resíduo</b>	4,4400	7	0,6343			
<b>Falta de ajuste</b>	3,720	6	0,6200	0,8611	233,9860	0,677395
<b>Erro puro</b>	0,720	1	0,7200			
<b>Total</b>	98,730	9				

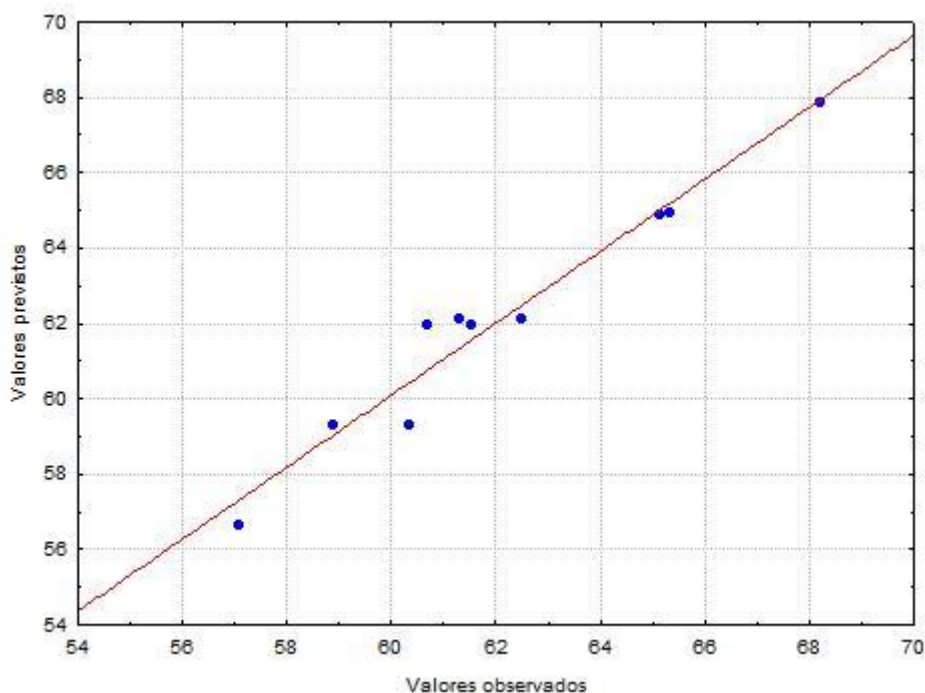
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 27: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente L\* no meio iogurte.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	67,85576	0,000000
<b>B</b>	61,93557	0,000000
<b>C</b>	9,06233	0,186116
<b>R<sup>2</sup></b>	0,955000	
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>	0,942200	

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 19. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente L\* em meio iogurte.



$$L^* = 67,85.A + 61,93.B + 9,06.C \quad \text{Equação 14}$$

Analisando a Tabela 25 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo de luminosidade para as misturas aplicadas ao iogurte, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 26 pode-se observar que todos os coeficientes apresentaram-se significativos para determinar o comportamento da luminosidade no iogurte, com excessão do coeficiente linear relativo ao extrato de espirulina ( $p > 0,05$ ). Contudo, este parâmetro foi mantido após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Os fatores AB, AC, BC e ABC foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão da luminosidade no meio iogurte, apresentada na Equação 14, indica um efeito positivo da curcumina (fator A),



do extrato de hibisco (fator B) e do extrato de espirulina (fator C) logo, todos os fatores contribuem para uma cor mais clara.

Tabela 28: Anova para o modelo de resposta do coeficiente a\* no meio iogurte.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	522,8800	5	104,5760	181,0840	6,2561	0,00008
<b>Resíduo</b>	2,3100	4	0,5775			
<b>Falta de ajuste</b>	2,270	3	0,7567	18,0159	215,7073	0,17108
<b>Erro Puro</b>	0,042	1	0,0420			
<b>Total SS</b>	525,200	9				

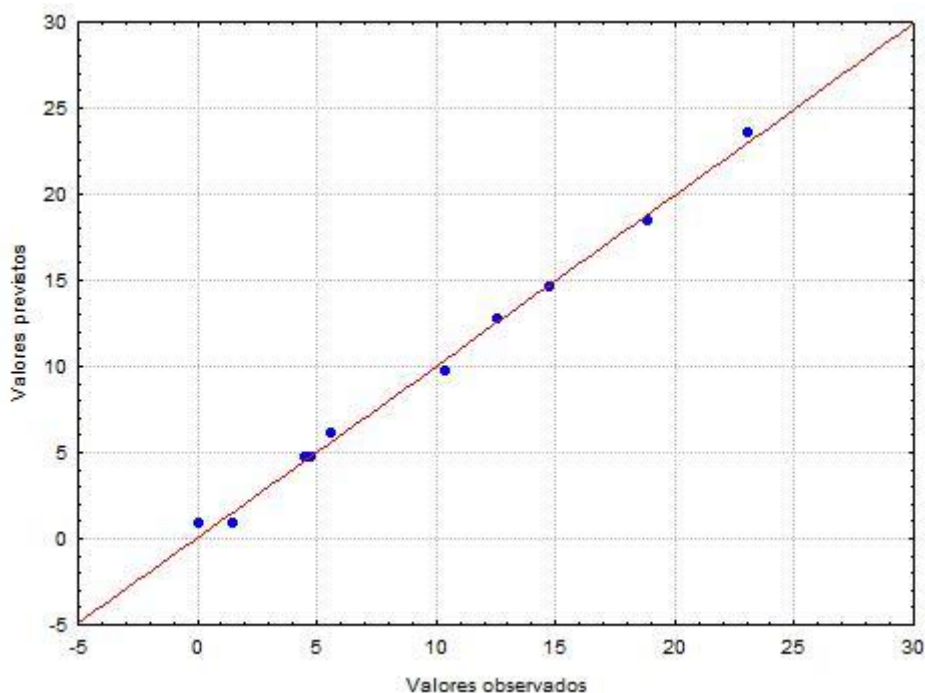
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 29: Coeficientes do modelo de regressão para o coeficiente a\* no meio iogurte.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	12,715	0,000050
<b>B</b>	23,590	0,000004
<b>C</b>	149,534	0,451557
<b>AB</b>	-33,707	0,000105
<b>AC</b>	-283,980	0,227126
<b>BC</b>	-240,285	0,294191
<b>R<sup>2</sup></b>		0,9956
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,990100

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 20. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $a^*$  em meio iogurte.



$$a^* = 12,71.A + 23,59.B + 149,53.C - 33,70.A.B - 283,98.A.C - 240,28.B.C$$

Equação 15.

Analisando a Tabela 27 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do coeficiente  $a^*$  para as misturas aplicadas ao iogurte, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 28 pode-se observar que apenas os coeficientes A, B e AB apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do coeficiente  $b^*$  no iogurte, enquanto os coeficientes C, AC e BC apresentaram-se não significativos ( $p > 0,05$ ). Contudo, estes parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). O fator ABC foi removido do modelo por não apresentar significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do coeficiente  $a^*$  no meio iogurte, apresentada na Equação 15, indica um efeito positivo da curcumina (fator A),

do extrato de hibisco (fator B) e do extrato de espirulina (fator C) e, um efeito negativo dos fatores de interação AB. AC e BC os quais contribuem mais para o valor final do parâmetro. Logo os valores mais altos de  $a^*$  serão em misturas com alta concentração do extrato de hibisco e sem fração de curcumina encapsulada (pontos 2, 4 e 5) e nos demais pontos, os valores serão bem próximos de 0.

Tabela 30: Anova para o modelo resposta do coeficiente  $b^*$  em meio iogurte.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	13102,1600	5	2620,4320	1117,4550	6,2561	0,0002
<b>Resíduo</b>	9,3800	4	2,3450			
<b>Falta de ajuste</b>	7,010	3	2,3367	0,9818	215,7073	0,6197
<b>Erro puro</b>	2,380	1	2,3800			
<b>Total SS</b>	13111,550	9				

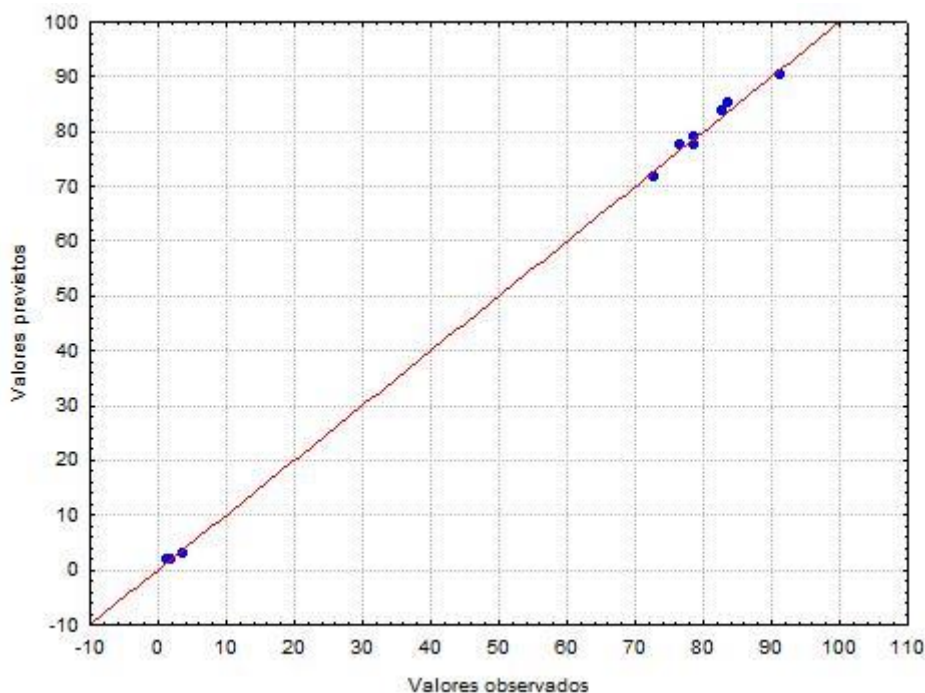
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 31: coeficientes para o modelo de regressão do coeficiente  $b^*$  em meio iogurte.

<b>Fatores</b>	<b>Coefficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	90,249	0,000000
<b>B</b>	3,146	0,085374
<b>C</b>	307,937	0,442318
<b>AB</b>	153,870	0,000004
<b>AC</b>	-368,638	0,410273
<b>BC</b>	-350,644	0,431559
<b>R<sup>2</sup></b>		0,999300
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>		0,998400

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 21. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do coeficiente  $b^*$  em meio iogurte.



$$b^* = 90,249.A + 3,146.B + 307,937.C + 153,87.A.B - 368,638.A.C - 350,644.B.C \quad \text{Equação 16.}$$

Analisando a Tabela 29 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do coeficiente  $b^*$  para as misturas aplicadas ao iogurte, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 30 pode-se observar que apenas os coeficientes dos fatores A e AB apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do coeficiente  $b^*$  no iogurte ( $p < 0,05$ ). Contudo, os demais parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que retirando-os acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). O fator ABC foi removido do modelo por não apresentar significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão do coeficiente  $b^*$  no meio iogurte, apresentada na Equação 16, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B) e do extrato de espirulina (fator C) e do fator de

interação entre curcumina e extrato de hibisco resultando em tons amarelados, enquanto os demais fatores, AC e BC contribuem negativamente para os valores de b\*.

Tabela 32: Anova para o modelo resposta do Croma em meio iogurte.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	8294,1700	3	2764,7233	1025,8714	4,7571	0,00000
<b>Resíduo</b>	16,1700	6	2,6950			
<b>Falta de ajuste</b>	13,840	5	2,7680	1,1880	230,1619	0,59017
<b>Erro puro</b>	2,330	1	2,3300			
<b>Total SS</b>	8310,350	9				

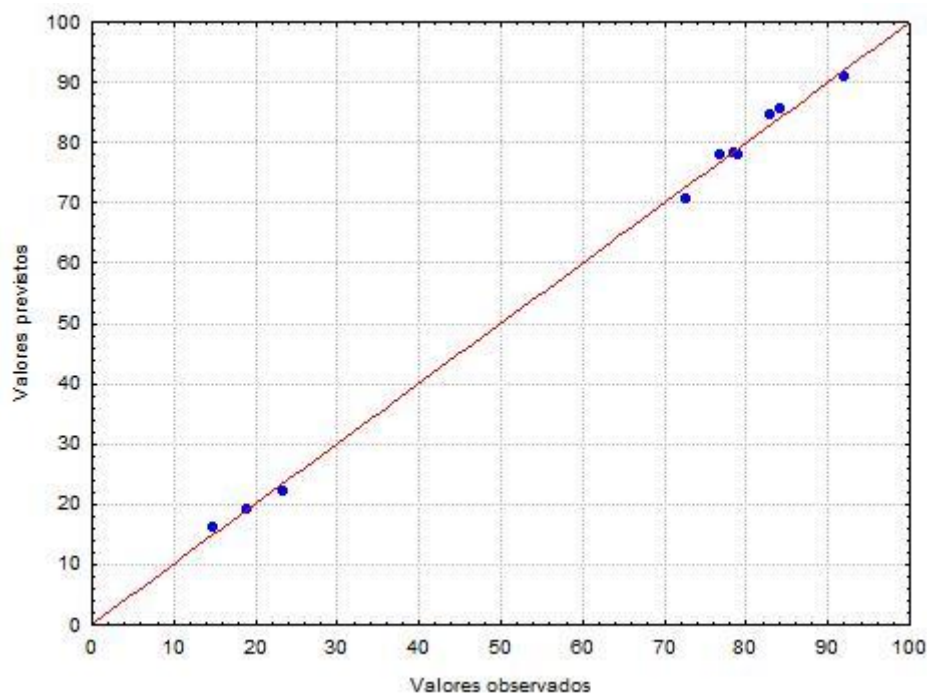
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 33: Coeficientes para o modelo de regressão do Croma em meio iogurte.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	90,9975	0,000000
<b>B</b>	22,0810	0,000002
<b>C</b>	-37,1636	0,026807
<b>AB</b>	116,1924	0,000000
<b>R<sup>2</sup></b>	0,9981	
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>	0,9971	

A: curcumina encapsulada; B: extrato de hibisco; C: extrato de espirulina.  
Fonte: autor (2019).

Figura 22. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do Croma em meio iogurte.



$$C^* = 90,9975.A + 22,0810.B - 37,1636.C + 116,1924.A.B \quad \text{Equação 17}$$

Analisando a Tabela 31 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo de Croma para as misturas aplicadas ao iogurte, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 32 pode-se observar que todos os coeficientes apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do Croma no iogurte, com excessão do coeficiente linear relativo ao extrato de espirulina ( $p > 0,05$ ). Contudo, este parâmetro foi mantido após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que sua retirada acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Os fatores AC, BC e ABC foram removidos do modelo por não apresentarem significância ( $p > 0,05$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados.

Sendo assim, a equação para previsão da luminosidade no meio iogurte, apresentada na Equação 17, indica um efeito positivo da curcumina (fator A), do extrato de hibisco (fator B) e da interação entre curcumina e extrato de

hibisco, e um efeito negativo do extrato de espirulina (fator C) contribuindo para valores menores de Cromo, tendendo a tons mais escuros.

Tabela 34: : Anova para o modelo de regressão do ângulo de Hue em meio iogurte.

<b>FV</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcalc</b>	<b>Ftab (5%)</b>	<b>P</b>
<b>Regressão</b>	13376,6100	6	2229,4350	16312,9390	8,9406	0,00001
<b>Resíduo</b>	0,4100	3	0,1367			
<b>Falta de ajuste</b>	0,360	2	0,1800	3,6000	199,5000	0,34915
<b>Erro puro</b>	0,050	1	0,0500			
<b>Total SS</b>	13377,020	9				

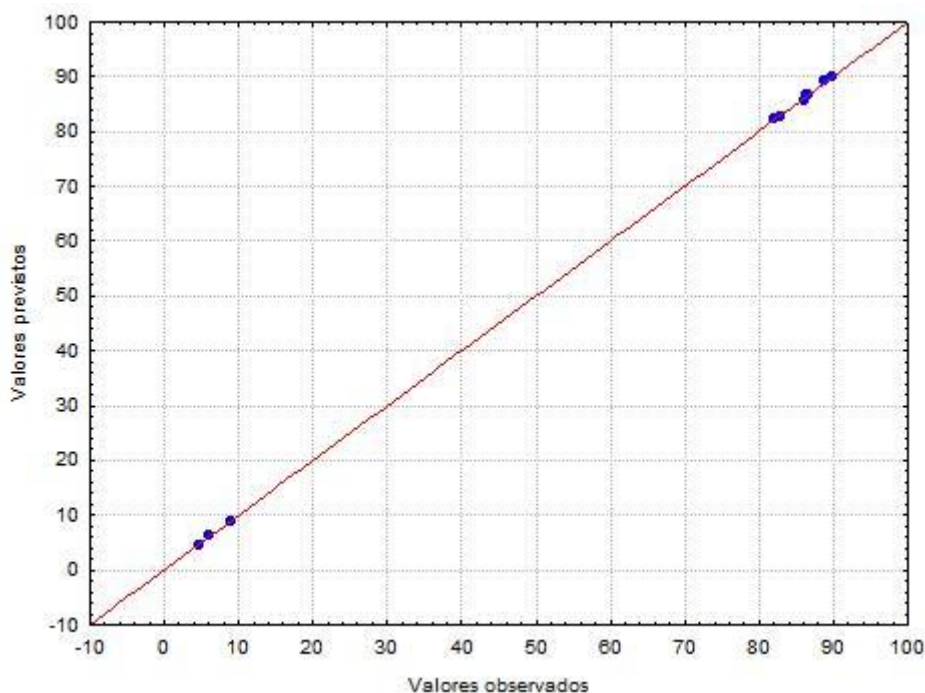
SQ- Soma dos quadrados; GL- Graus de liberdade; QM: Média dos quadrados.  
Fonte: autor (2019).

Tabela 35: Coeficientes para o modelo de regressão do ângulo de Hue em meio iogurte.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficientes</b>	<b>p-valor</b>
<b>A</b>	82,333	0,000000
<b>B</b>	8,910	0,000133
<b>C</b>	169,507	0,147531
<b>AB</b>	148,739	0,000003
<b>AC</b>	-21,335	0,840133
<b>BC</b>	-227,277	0,101083
<b>ABC</b>	637,147	0,000196
<b>R<sup>2</sup></b>	0,999900	
<b>R<sup>2</sup> ajustado</b>	0,999900	

Fonte: autor (2019).

Figura 23. Gráfico de valores observados versus previstos para o modelo de resposta do ângulo de Hue em meio iogurte.



$$hue^{\circ} = 82,33.A + 8,910.B + 169,507.C + 148,739.A.B - 21,335.A.C - 227,227.B.C + 637,147.A.B.C \quad \text{Equação 18}$$

Analisando a Tabela 33 pode-se concluir que não há falta de ajuste para o modelo do ângulo de Hue para as misturas aplicadas ao iogurte, uma vez que o p-valor da falta de ajuste é maior que 5%. Além disso a regressão é significativa, pois  $p < 0,05$ .

Já na Tabela 34 pode-se observar que apenas os coeficientes dos fatores A, B, AB e ABC apresentaram-se significativos para determinar o comportamento do ângulo de Hue no iogurte ( $p < 0,05$ ). Contudo, os demais parâmetros foram mantidos após uma análise do comportamento do ajuste do modelo, sendo que os retirado acarretava uma piora na previsão do mesmo (diminuição de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$ ). Ainda, pode-se concluir que o modelo apresenta boa previsão em função dos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  e pela avaliação dos valores previstos *versus* observados. Os valores menores para ângulo de Hue foram obtidos em misturas que não possuíam curcumina encapsulada (pontos 2,4 e 5) obtendo uma cor mais avermelhada

Sendo assim, a equação para previsão do ângulo de Hue no meio iogurte, apresentada na Equação 18, indica um efeito positivo da curcumina



(fator A), do extrato de hibisco (fator B), do extrato de espirulina (fator C) da interação entre curcumina e extrato de hibisco (fator AB) e a interação entre os três componentes (fator ABC), enquanto as interações entre curcumina e extrato de espirulina; e extrato de hibisco e extrato de espirulina apresentaram um efeito negativo.

Egea et al. (2019) realizou uma análise colorimétrica em iogurtes integrais de morango de diferentes marcas, os valores de ângulo de hue obtidos variam de 15 a 22 indicando colorações róseas.

## 6 CONCLUSÃO

Para o presente estudo, após a análise dos resultados obtidos pode-se concluir que todos os modelos de regressão dos parâmetros obtidos nos meios estudados são significativos e, a maioria apresenta uma boa previsão devido aos valores de  $R^2$  e  $R^2_{ajustado}$  obtidos. As misturas apresentaram diferentes tonalidades quando aplicadas em diferentes condições de pH. Misturas aplicadas em tampão citrato apresentaram colorações fiéis as suas respectivas dosagens, podendo concluir que os componentes possuem melhor desempenho visual quando aplicados em pH ácido, próximo de 3.

O extrato de espirulina obtido não apresentou o desempenho esperado devido a sua composição complexa que pode ter gerado uma interação com os demais componentes das misturas, resultando em precipitado e visivelmente baixa influencia nos tons resultantes que, é ressaltada ao analisar p-valor dos fatores de cada regressão, para o meio fosfato o fator do componente espirulina C não apresentou significância em 3 dos 5 modelos obtidos; para o meio citrato não apresentou significância em nenhum dos modelos obtidos e para o meio iogurte não apresentou significância em 4 das 5 equações obtidas.

A curcumina encapsulada sobressai quando aplicada em iogurte, pH próximo a 4,5, todos os pontos em que foi aplicada independente da dosagem apresentaram a coloração amarela.

## 7 REFERÊNCIAS

AFONSO, T. et al. UV-Vis and CIELAB Based Chemometric Characterization of Manihot esculenta Carotenoid Contents. **Journal Of Integrative Bioinformatics**, v. 14, n. 4, p.1-13, 13 dez. 2017.

NETO, B. B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2. ed. Campinas: Unicamp, 2001.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Vigilância Sanitária. Portaria nº 540 de 27 de outubro de 1997. Aprova o Regulamento Técnico: Aditivos Alimentares - definições, classificação e emprego. **Diário Oficial da União, Brasília, DF**, 28 de outubro de 1997.

BRIONES-LABARCA, V. et al. Oenological and Quality Characteristic on Young White Wines (Sauvignon Blanc): Effects of High Hydrostatic Pressure Processing. **Journal Of Food Quality**. v. 2017, p.1-12, 2017.

CORNELL, J. A. Experiments with mixture: Designs, models, and the analysis of mixture data. 3<sup>ed</sup> ed. Nova York: Editora John Wiley & Sons, 2002.

CORNELL, J. A. A Primer on Experiments with Mixtures. Hoboken: John Wiley & Sons., 2011.

CORNELL, J. A.; DENG, J. C. Combining Process Variables and Ingredient Components in Mixing Experiments. **Journal of Food Science**, v. 47, n. 3, p. 836–843, 1982.

DUTCOSKY, S. D. et al. Combined sensory optimization of a prebiotic cereal product using multicomponent mixture experiments. **Food Chemistry**, v. 98, n. 4, p. 630–638, 2006.

DIAS, M. I.; FERREIRA, I. C. F. R.; BARREIRO, M. F. Microencapsulation of bioactives for food applications. **Food & Function**, v. 5, n. 4, p. 1035–1052, 2015.

EGEA, M. B. et al. Relação entre as características físico-químicas e reológica e o valor comercial de iogurte integral com sabor morango. **Segurança Alimentar e Nutricional**, v. 26, p.1-11, 18 fev. 2019. Universidade Estadual de Campinas.

EL-BAKYA, H. H. A.; EL-BAROTY, G. S.. Characterization and bioactivity of phycocyanin isolated from *Spirulina maxima* grown under salt stress. **Food & Function**, v. 3, n. 4, p.381-388, 2012.

HANDA, C. L. et al. Multi-response optimisation of the extraction solvent system for phenolics and antioxidant activities from fermented soy flour using a simplex-centroid design. **Food Chemistry**, v. 197, p. 175–184, 2016.

HU, K. et al. Core–shell biopolymer nanoparticle delivery systems: Synthesis and characterization of curcumin fortified zein–pectin nanoparticles. **Food Chemistry**, v. 182, p.275-281, set. 2015.

İLTER, Işıl et al. Optimization of phycocyanin extraction from *Spirulina platensis* using different techniques. **Journal Of Food Composition And Analysis**. Esmirna, p. 78-88. 20 abr. 2018.

KONICA-MINOLTA. Disponível em: <https://sensing.konicaminolta.us/blog/understanding-the-cie-lch-color-space/>. Acesso em: 04 de junho de 2019.

MA, C et al. Content and Color Stability of Anthocyanins Isolated from *Schisandra chinensis* Fruit. **International Journal Of Molecular Sciences**, v. 13, n. 12, p.14294-14310, 5 nov. 2012

MARCOLINO, V. A. **INCLUSÃO DE BIXINA, CURCUMINA E BETANINA EM CICLODEXTRINA PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DE ALIMENTOS**. 2008. 140 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciências de Alimentos, Unicamp, Campinas, 2008.

MCGUIRE, R. G.. Reporting of Objective Color Measurements. **Hortscience**, Miami, v. 27, p.1254-1255, 1992.

OPLATOWSKA-STACHOWIAK, M; ELLIOTT, C. T. Food colors: Existing and emerging food safety concerns. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, v. 57, n. 3, p.524-548, 7 abr. 2015.

PIOVESANA, A. **EXTRAÇÃO, IDENTIFICAÇÃO, QUANTIFICAÇÃO E MICROENCAPSULAMENTO POR ATOMIZAÇÃO E LIOFILIZAÇÃO DE COMPOSTOS BIOATIVOS DOS CÁLCICES DE HIBISCO (*Hibiscus sabdariffa* L.)**. 2016. 60 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós-graduação

em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.

RAO, P. V.; BARAL, S. S. Experimental design of mixture for the anaerobic codigestion of sewage sludge. *Chemical Engineering Journal*, v. 172, n. 2–3, p. 977–986, 2011.

RASHEED, D. M. et al. Comparative analysis of Hibiscus sabdariffa (roselle) hot and cold extracts in respect to their potential for  $\alpha$ -glucosidase inhibition. *Food Chemistry*, v. 250, p.236-244, jun. 2018

SEIFERT, M. et al. Early harvest of tomato cv. Absoluto combined with different postharvest conditions increases shelf life without compromising sensorial attributes. *Fruits*, v. 73, n. 3, p.174-183, 2018.

SIGURDSON, G. T.; TANG, P.; GIUSTI, M. M. Natural Colorants: Food Colorants from Natural Sources. *Annual Review Of Food Science And Technology*, v. 8, n. 1, p.261-280, 28 fev. 2017.

SILVA, A. C. **AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIMICROBIANA DE NANOPARTÍCULAS DE CURCUMINA E APLICAÇÃO DE MICROCRISTAIS DE CURCUMINA EM CENOURA MINIMAMENTE PROCESSADA**. 2016. 46 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2016.

SMITH, W. Experimental design for formulation. Philadelphia, 2005.

TANG, B. et al. Simultaneous determination of 16 synthetic colorants in hotpot condiment by high performance liquid chromatography. *Journal of Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences*, v. 960, p. 87–91, 2014.

VIANA, K. W. C et al. Study of adsorption isotherms and physicochemical characterization of natural food colourants. *Food Science And Technology*, p.20-25, 31 jan. 2019.