

-  Carollyne Maragoni-Santos ¹
 Matheus Mikio Takeyama ¹
 Julia Rabelo Vaz Matheus ¹
 Maria Elena Arcanjo ²
 Danielly Cristiny Ferraz da Costa ³
 Mônica Regina da Costa Marques ²
 Ricardo Felipe Alves Moreira ^{1,4}
 Ana Elizabeth Cavalcante Fai ^{1,3}

¹ Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro  Programa de Pós-Graduação em Alimentação e Nutrição. Rio de Janeiro, RJ, Brasil

² Universidade do Estado do Rio de Janeiro  Departamento de Química, Programa de Pós-Graduação em Química. Rio de Janeiro, RJ, Brasil

³ Universidade do Estado do Rio de Janeiro  Instituto de Nutrição, Departamento de Nutrição Básica e Experimental. Rio de Janeiro, RJ, Brasil

⁴ Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro  Instituto Biomédico, Departamento de Saúde Coletiva. Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Este artigo teve origem na dissertação de mestrado intitulada "Ressignificação da importância de produzir alimentos seguros e prevenir perdas pós-colheita na Covid-19: o caqui como estudo de caso para além da pandemia", de autoria de Carollyne Maragoni-Santos e orientada pela professora doutora Ana Elizabeth Cavalcante Fai, apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição da Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro. Ano de publicação 2022. Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Correspondência

Ana Elizabeth Cavalcante Fai
bethfai@yahoo.com.br

Editor Associado

 Poliana Deyse Gurak

Armazenamento congelado do caqui: estratégia de prevenção de perdas pós-colheita alinhada aos preceitos da economia circular

Freezing storage of persimmon: strategy of post-harvest losses prevention aligned to the circular economy precepts

Resumo

Introdução: O caqui (*Diospyros kaki*) é uma fruta de elevado valor nutricional e rica em compostos bioativos com potencial para o desenvolvimento de novos produtos de alto valor agregado. No entanto, por ser sazonal, apresenta perdas significativas no período pós-colheita. Diante disso, torna-se essencial investir em tecnologias que prolonguem sua vida útil e possibilitem sua disponibilidade na entressafra. **Objetivo:** Avaliar os efeitos do armazenamento do caqui por congelamento a $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ por três meses (P3M) e por um ano (P1Y). **Métodos:** Foram analisadas a composição química, o perfil de compostos voláteis e a potencial atividade biológica do caqui. **Resultados:** Não foram observadas diferenças nos teores de cinzas, lipídios, proteínas e minerais entre os períodos avaliados. Houve redução no teor de umidade em P1Y. As razões entre sólidos solúveis totais ($^{\circ}\text{Brix}$) e acidez titulável total foram de 48,23 (P3M) e 57,84 (P1Y). O armazenamento por um ano afetou a fração volátil. Compostos como tetracosano, 2-etil-1-hexanol, 2,4-dimetil-3-hexanona, o-cimeno, α -terpineol e timol foram detectados apenas em P3M. Verificou-se também redução significativa no teor de fenólicos totais e na capacidade antioxidante (IC50 – ABTS) em P1Y. Os extratos autoclaves de P3M e P1Y apresentaram efeito citotóxico (redução de 30–40% do Alamar Blue®) nas linhagens celulares MCF-7 e MDA-MB-231. **Conclusão:** O congelamento preserva a composição centesimal, o perfil de mineral e as propriedades físico-químicas do caqui, viabilizando seu uso na entressafra. No entanto, o armazenamento por um ano impacta negativamente os compostos voláteis e antioxidantes, o que limita sua aplicação para a obtenção de aditivos naturais. A extração em autoclave mostrou-se eficaz na eluição de compostos com efeito citotóxico, indicando potencial para investigações futuras.

Palavras-chave: Diospyros kaki. Compostos bioativos. Armazenamento congelado. Ingredientes inovadores. Sistemas alimentares sustentáveis.

Abstract

Introduction: Persimmon (*Diospyros kaki*) is an important fruit with high nutritional value and interesting bioactive compounds for the development of new high value-added products; however, this fruit is seasonal and has a

significant post-harvest loss. Therefore, it is important to invest in and explore technologies that extend the shelf life of persimmons and make the fruit available out of season. **Objective:** To evaluate the effects of frozen storage at $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ for three months (P3M) and for one year (P1Y) of persimmon. **Methods:** The chemical constituents, volatile profile and potential biological activity of persimmon were analyzed. **Results:** There were no differences in ash, crude fat, protein and mineral content for both time points. The decrease in moisture content was observed in P1Y. The ratios between total soluble solids ($^{\circ}\text{Brix}$) and total titratable acidity ($\text{g malic acid } 100\text{g}^{-1}$) were 48.23 and 57.84 for P3M and P1Y, respectively. The one-year frozen storage influenced the volatile fraction. Tetracosane, 2-ethyl-1-hexanol, 2,4-dimethyl-3-hexanone, o-cymene, α -terpineol and thymol were only found in P3M. The P1Y achieved a significant reduction in total phenolic content and $\text{IC}_{50}(\text{ABTS})$ compared to the P3M sample. The autoclave extract of P3M and P1Y showed a cytotoxic effect (30-40% reduction of Alamar Blue®) on MCF-7 and MDA-MB-231 cancer cell lines. **Conclusion:** Freezing can preserve the proximate composition, mineral profile and physicochemical properties of persimmon so that it can be used for food production in the off-season.

Keywords: Diospyros kaki. Bioactive compounds. Frozen storage. Innovative ingredients. Sustainable food systems.

INTRODUÇÃO

O caqui (*Diospyros kaki* L.) é uma importante fruta subtropical, cultivada e apreciada em diversas partes do mundo por seu sabor característico e excelente valor nutricional decorrente do seu teor de carboidratos, fibras e micronutrientes. Além disso, é uma fonte de diversos compostos bioativos, como compostos fenólicos, carotenoides e outros antioxidantes, que exercem efeitos positivos sobre a saúde humana e podem ser aplicados em diferentes indústrias.¹ Os compostos fenólicos mais abundantes encontrados no caqui incluem ácido ferúlico, ácido p-cumárico, ácido gálico, catequina, epicatequina, epigallocatequina e proantocianidinas condensadas.²

China, Coreia, Azerbaijão, Japão e Brasil estão entre os principais países produtores de caqui. Nos últimos dez anos, o cultivo do caqui cresceu cerca de 50% em todo o mundo, com uma produção de 5,1 milhões de toneladas em 2023.^{3,4} No entanto, o caqui, fruta altamente perecível, possui uma curta vida útil. Diante disso, não é surpreendente que o aumento da sua produção tenha sido acompanhado por um crescimento significativo nas perdas. No Brasil, estima-se que cerca de 20% do caqui é perdido durante a pós-colheita.^{3,5}

Diversos fatores e processos metabólicos contribuem para o considerável aumento das perdas de caqui na fase pós-colheita.^{4,6} A alta perecibilidade da fruta compromete sua qualidade (amolecimento, perda de peso e doenças fúngicas), causando danos significativos durante armazenamento e manuseio.⁶ Além disso, a colheita do caqui é curta e intensa, gerando uma grande oferta no mercado e, conseqüentemente, um baixo valor econômico no momento da colheita.¹ A perda e o desperdício de caqui implicam na perda de nutrientes e micronutrientes essenciais, além do desperdício de recursos ambientais, como água, solo e energia.⁷

Urge a necessidade de evitar perdas pós-colheita por meio do desenvolvimento de tecnologias que prolonguem a vida útil da fruta e permitam seu aproveitamento ao longo de todo o ano.^{7,8} Com esse objetivo, alguns estudos propuseram técnicas de conservação como a secagem,⁹ a refrigeração¹⁰ e o congelamento.¹¹ Dentre esses métodos, o congelamento é amplamente utilizado para a preservação de alimentos a longo prazo. Basicamente, o congelamento de frutas visa retardar o processo de deterioração, preservar propriedades como cor e sabor, e garantir maior acessibilidade ao consumidor.¹² Muitas frutas são congeladas com o intuito de prolongar sua vida útil pós-colheita e evitar perdas, como demonstrado em estudos com morangos¹³ e mamão.¹⁴

O uso do caqui para o desenvolvimento de novos produtos com valor agregado está alinhado aos princípios da economia circular, que busca gerar valor a partir de recursos naturais e reduzir a geração de resíduos de forma social, ambiental e economicamente sustentável.^{7,15} Compreender o perfil químico, os compostos bioativos, a potencial atividade biológica e suas alterações durante o armazenamento fora da safra é fundamental para explorar estratégias que aumentem a vida útil, reduzam as perdas pós-colheita e possibilitem novos usos específicos por meio de processos tecnológicos e biotecnológicos.¹⁶⁻¹⁸ Dessa forma, o objetivo deste estudo foi avaliar os efeitos do congelamento por até um ano sobre os compostos químicos, o perfil de compostos voláteis e a potencial atividade biológica do caqui.

MÉTODOS

Material vegetal e preparo das amostras

Os frutos de caqui utilizados neste estudo foram cultivados no município do Rio de Janeiro, na região de Vargem Grande (latitude 22,97; longitude 43,49), estado do Rio de Janeiro, Brasil, e colhidos em abril de

2018. Os frutos comercialmente maduros foram adquiridos de um produtor agroecológico local, também no Rio de Janeiro. Os caquis frescos foram lavados com água corrente e higienizados com solução de hipoclorito (200 ppm). Em seguida, foram congelados inteiros (-18 °C), sem adição de água ou aditivos. Parte dos caquis foi armazenada por três meses (P3M) e analisada, enquanto outra parte foi analisada após um ano de congelamento (P1Y). Antes das análises, as amostras congeladas foram descongeladas à temperatura ambiente (20 ± 1 °C) por uma hora.

Análise físico-química

Umidade, cinzas, lipídeos e proteínas das amostras P3M e P1Y foram analisadas de acordo com as diretrizes do Instituto Adolf Lutz.¹⁹ O teor de carboidrato foi calculado pela diferença. A acidez titulável total (TTA), sólidos solúveis totais (TSS) e pH foram medidos utilizando métodos padrão.¹⁹ Cada amostra foi analisada em triplicata (n = 3).

Análise do teor de minerais

Para determinar o teor de minerais (cálcio, manganês, potássio, sódio, ferro, magnésio, zinco e cobre), as amostras de caqui (P3M e P1Y) foram calcinadas e depois tratadas com ácido nítrico concentrado em meio ácido. A suspensão resultante foi filtrada através de papel de filtro sem cinzas e analisada por espectrometria de absorção atômica de chama (VARIAN, AAS-220).¹⁹ Cada amostra foi analisada em triplicata (n = 3).

Isolamento, identificação e quantificação de compostos voláteis

O método de extração por solvente foi baseado em Radulović, Blagojević & Palić.²⁰ Os caquis inteiros (130 g) foram imersos em recipientes contendo 125 mL de éter dietílico com 1 ppm de BHT como padrão interno em um banho ultrassônico (UNIQUE, UltraCleaner 700) durante 15 minutos a 25°C. As lavagens com éter resultantes foram filtradas através de pequenas colunas cheias com 1g de Celite (Merck, Alemanha) para remover todo o material insolúvel e, em seguida, concentradas a 0,25 mL sob vapor de N₂ à temperatura ambiente antes das análises cromatográficas. As análises (duas réplicas) foram realizadas utilizando um sistema de cromatografia gasosa acoplado a um espectrômetro de massa (Shimadzu, GC-2010Plus/GCMS-QP2010) (GC/MS) contendo uma coluna capilar de sílica fundida SupelcowaxTM-10 (polietilenoglicol reticulado, 20 M, 30 m x 0,25 mm de diâmetro interno, espessura de filme 0,25 µm, Supelco, EUA). A análise foi realizada nas seguintes condições: temperatura inicial do forno de 50 °C, aumentada para 200 °C a 2 °C/min e mantida durante 1 minuto; depois aumentada para 230 °C a 10 °C/min e também mantida durante 1 minuto; modo de injeção *splitless*; temperatura do injetor de 230°C; hélio como gás transportador a 1,0 mL min⁻¹; temperatura da interface de 240°C; tensão de ionização de 70 e V; faixa de massa de aquisição de 35–500 m/z; tempo de varredura de 0,32 s.

Os componentes do extrato foram identificados através da comparação dos espectros de massa das amostras com as bibliotecas de espectros de massa (NIST12.lib e NIST62.lib) e com base nos índices de retenção lineares calculados (em relação a uma mistura de alcanos C7-C26 - 1000 µg mL⁻¹ de cada componente em hexano) de substâncias de referência ou valores da literatura. Apenas os compostos que foram identificados pelo menos por compostos de referência e dados espectrais de massa foram considerados identificados sem ambiguidade.

As concentrações de compostos voláteis foram estimadas utilizando o método de padronização interna. As curvas de calibração foram geradas através da análise de soluções padrão em três concentrações diferentes em condições experimentais idênticas. Para os compostos identificados provisoriamente, foi realizada uma semi-quantificação em relação aos compostos de referência estruturalmente semelhantes disponíveis no nosso laboratório.

Técnicas de extração para a análise de compostos fenólicos totais e antioxidants

Para a extração, 3 gramas de caqui descongelado e 40 mL de uma solução de água:metanol (1:1, v/v) foram homogeneizados com um vortex (Vixar, VM 3000) e deixados em repouso por 60 minutos à temperatura ambiente. Em seguida, a solução foi centrifugada a 3.500 rpm por 15 minutos. Por fim, o sobrenadante foi transferido para um balão volumétrico de 100 mL. Para a segunda extração, utilizou-se o resíduo da extração anterior e realizou-se o mesmo processo com solução aquosa de acetona (70%). O sobrenadante foi transferido para o mesmo balão volumétrico de 100 mL, que foi preenchido com água destilada.²¹

Análise do teor de fenólicos totais

O teor fenólico total (TPC) da solução original descrita em *técnicas de extração para a análise dos compostos fenólicos totais e antioxidantes* foi avaliado pelo método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu, utilizando ácido gálico como composto de referência.²² O teor fenólico total foi calculado utilizando uma curva de calibração de ácido gálico (1, 5, 10, 25, 50, 100 e 300 mg L⁻¹) e os resultados foram expressos em mg equivalentes de ácido gálico (GAE) L⁻¹. A absorbância foi registrada num espectrofotometro digital (EDUTECH, EEQ-9023) a 760 nm. Cada amostra foi medida em triplicata (n = 3).

Atividade antioxidante-ABTS

A atividade antioxidante foi avaliada utilizando o ensaio ABTS [2,2'-azinobis-(3-etilbenzotiazolína-6-sulfonato)].²³ A partir da solução original descrita em *técnicas de extração para a análise dos compostos fenólicos totais e antioxidantes*, foram preparadas novas soluções (500 µg mL⁻¹; 1.000 µg mL⁻¹; 2.000 µg mL⁻¹; 3.000 µg mL⁻¹; 10.000 µg mL⁻¹; 20.000 µg mL⁻¹; e 30.000 µg mL⁻¹) para gerar a curva antioxidante utilizada para calcular o IC50 dos frutos. A absorbância foi registrada num espectrofotômetro digital (EDUTECH- EEQ-9023) a 734 nm. Cada amostra (P3M e PY1) foi medida em triplicata (n = 3).

Técnicas de extração para avaliação de efeitos citotóxicos em células de câncer de mama

Os extratos (extrato aquosofrio e extrato aquoso autoclave) das amostras P3M e P1Y foram preparados de acordo com Suh, Kim, Yang, Ko & Hong,²⁴ com modificações. Foram preparados dois extratos: (1) o extrato aquosofrio foi preparado processando P3M ou P1Y com água (1:3) num liquidificador industrial durante 1 minuto a 23.000 rpm. Em seguida, as amostras foram filtradas duas vezes em condições estéreis para remover fibras e partículas sólidas. Primeiro através de um pano de algodão e depois através de uma membrana de PTFE com poros de 0,45 µm. (2) O extrato aquoso autoclave foi submetido ao mesmo procedimento, mas as amostras foram autoclavadas a 121 °C e 100 kPa durante 15 minutos antes da filtração.

Efeito citotóxico em células cancerígenas da mama através da comparação de dois métodos de extração diferentes

As linhagens celulares de carcinoma epitelial da mama humana MCF-7 (p53 selvagem) e MDA-MB-231 (p53 mutante – p.R280K) foram obtidas da American Type Culture Collection (ATCC; Manassas, VA, EUA). As linhagens celulares foram incubadas em 10% de soro fetal bovino inativado adicionado ao DMEM a 37 °C e 5% de CO₂. O tratamento das células com os extratos preparados a partir de P3M e P1Y (1, 2, 5 e 10%) foi realizado nas mesmas condições. Após o tratamento de 24 horas, os meios foram substituídos por uma solução de Alamar Blue® a 10 % e mantidos nas mesmas condições de incubação durante 3 horas. A absorbância foi lida a 570 e 600 nm num leitor de microplacas (EZ Read 2000 Monochromator Based; Montreal Biotech; QC; CA). Os resultados foram expressos como porcentagem de redução de Alamar Blue® em comparação com o controle.²⁵

Análise estatística

Os resultados das propriedades físico-químicas, dos minerais e do efeito citotóxico nas células de câncer de mama foram submetidos a uma ANOVA unidirecional seguida do teste de Tukey ($p < 0,05$). Os dados foram expressos como médias \pm desvio padrão de três réplicas. Os dados de voláteis, capacidade antioxidante e TPC foram primeiro submetidos ao teste de normalidade de D'Agostino & Pearson. Para os parâmetros que passaram no teste de normalidade, a existência de diferenças estatísticas significativas ($p < 0,05$) entre os grupos foi avaliada usando o teste t paramétrico. Para os parâmetros que não passaram no teste de normalidade, o teste não paramétrico de Mann-Whitney foi realizado para verificar diferenças estatísticas significativas entre os grupos. Valores de $p < 0,05$ foram considerados significativos. As correlações entre a capacidade antioxidante e o TPC foram determinadas usando o teste do coeficiente de correlação de Pearson. Todas as análises estatísticas foram realizadas usando o software Graph Pad Prism 6.0.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Características nutricionais e físico-químicas

A Tabela 1 mostra os efeitos do congelamento na composição centesimal, teor de mineral e propriedades físico-químicas do caqui. O congelamento durante um ano não impactou significativamente as cinzas, lipídeos e proteínas do caqui. A alteração no teor de umidade (diminuição) após um ano de congelamento pode ser explicada pela alteração na estrutura celular devido à formação de cristais de gelo.²⁶

Tabela 1. Composição centesimal, teor de mineral e características físico-químicas do caqui (*Diospyros kaki*) armazenado por três meses e um ano a -18 °C¹. Rio de Janeiro, 2018.

		P3M ²	P1Y ²
Composição centesimal (g/100g)	Umidade	82,65 \pm 0,14 ^a	82,17 \pm 0,21 ^b
	Cinzas	0,31 \pm 0,07 ^a	0,45 \pm 0,1 ^a
	Lipídeos	0,37 \pm 0,08 ^a	0,39 \pm 0,15 ^a
	Proteínas	1,99 \pm 0,09 ^a	1,48 \pm 0,74 ^a
	Carboidratos ³	14,68	15,50

Tabela 1. Composição centesimal, teor de mineral e características físico-químicas do caqui (*Diospyros kaki*) armazenado por três meses e um ano a -18 °C¹. Rio de Janeiro, 2018. (Cont.)

	P3M ²	P1Y ²	
Minerais(mg/100g)	Calcio	13,8 ± 1,46 ^a	12,5 ± 0,71 ^a
	Manganes	0,55 ± 0,25 ^a	0,1 ± 0,00 ^a
	Potassio	108,45 ± 16,88 ^a	135,5 ± 3,54 ^a
	Sodio	14,1 ± 7,09 ^a	13,25 ± 1,91 ^a
	Ferro	0,23 ± 0,12 ^a	0,25 ± 0,07 ^a
	Magnésio	5,97 ± 0,33 ^a	6 ± 0,00 ^a
	Zinco	0,1 ± 0,00 ^a	0,1 ± 0,00 ^a
	Cobre	N.D.	N.D. ²
Características físico-químicas	pH	5,21 ± 0,11 ^a	5,53 ± 0,18 ^a
	Sólido Solúvel Total- TSS (°Brix)	18,57 ± 0,71 ^a	16,98 ± 0,35 ^b
	Acidez total titulável- TTA (% malicacid)	0,38 ± 0,16 ^a	0,29 ± 0,11 ^a
	Razão (TSS/TTA)	48,23	57,84

¹ Valores expressos como média ± DP de 100 g de fruta. Os valores marcados com letras diferentes na mesma linha eram estatisticamente diferentes (p < 0,05).

² P3M - Armazenamento de caqui por três meses; P1Y - Armazenamento de caqui por um ano; N.D. - não detectado.

³ O carboidrato foi determinado pela diferença.

Não foram observadas diferenças significativas no teor de minerais do caqui após um ano de armazenamento congelado. Estudos anteriores relatam que alterações no conteúdo mineral resultantes desse método de conservação podem estar associadas aos efeitos de pré-tratamentos (como lavagem e branqueamento) ou a danos causados aos tecidos vegetais pela formação de cristais de gelo.^{27,28} O perfil mineral do caqui merece destaque, especialmente pelo seu elevado teor de potássio. Esse mineral também é o elemento predominante entre os macrominerais da pitaya de polpa vermelha (0,681 g/100 g), o que reforça sua importância nutricional em ambas as frutas.²⁹ O caqui representa, portanto, uma fonte valiosa de potássio, essencial para a nutrição humana.³⁰ Como exemplo, suplementos alimentares destinados a crianças de 0 a 6 meses devem conter, no mínimo, 400 mg desse mineral.³¹ Assim, o caqui pode ser estrategicamente utilizado no enriquecimento nutricional e para agregar valor à produtos alimentares.³⁰

Em frutas, o pH, a acidez titulável (TTA), os sólidos solúveis totais (°Brix) e os ácidos orgânicos estão associados às características de qualidade, sendo também parâmetros importantes para a comercialização e o uso em produtos industriais.³² No presente estudo, a TTA e o pH não foram afetados pelo armazenamento congelado. Resultados semelhantes foram encontrados por Chassagne-Berces, Fonseca, Citeau & Marin,³³ que também não observaram alterações após o congelamento.

O valor de sólidos solúveis totais (TSS) diminuiu significativamente após o método de conservação aplicado (p < 0,05). O TSS é geralmente considerado uma medida indireta do teor de açúcares solúveis; no entanto, também pode estar relacionado à concentração de compostos como ácidos orgânicos e taninos.¹⁶ A redução nos TSS sugere que as condições de congelamento por um ano não impediram a ocorrência de processos bioquímicos que metabolizam e/ou degradam os sólidos solúveis.^{2,34} No presente estudo, embora o teor de TSS dos caquis tenha diminuído estatisticamente (p < 0,05) de 18,5 para 16,9 °Brix após um ano de congelamento, esse valor ainda se mantém adequado para uso na indústria alimentícia (mínimo de 13 °Brix).³² As razões TSS/ATT nos tratamentos P3M (48,23) e P1Y (57,84) foram elevadas, o que indica um bom equilíbrio entre o teor de açúcares totais e ácidos orgânicos, caracterizando uma fruta de alta qualidade.³⁵

Compostos voláteis e antioxidantes

Análise da fração volátil

A análise da amostra P3M permitiu a identificação de 10 compostos voláteis, incluindo 1 hidrocarboneto, 2 ésteres, 1 álcool, 1 cetona, 3 compostos terpênicos e 2 compostos diversos (Tabela 2). O congelamento por um ano afetou o perfil e a concentração dos compostos voláteis no caqui. Após esse período, seis compostos (tetracosano, 2-etil-1-hexanol, 2,4-dimetil-3-hexanona, o-cimeno, α -terpineol e timol) não foram mais detectados na fruta, enquanto os compostos 4-hidroxi-4-metil-2-pentanona e benzofenona foram encontrados em concentrações mais baixas ($p < 0,05$). Resultados semelhantes foram observados no armazenamento congelado da polpa de durião por 12 meses, que resultou em alterações em alguns compostos voláteis, especialmente na redução de compostos sulfurosos e ésteres, além de um aumento seguido de redução na concentração de álcoois.³⁶

Tabela 2. Compostos voláteis do caqui (*Diospyros kaki*) após armazenamento congelado por três meses e um ano a -18 °C. Rio de Janeiro, 2018.

Compostos voláteis	LRI (calculado)	LRI (literatura)	P3M (Avg \pm SD) ppb	P1Y (Avg \pm SD) ppb
Hidrocarboneto				
*Tetracosano ^{▲,●,■}	2400	2400 ²	23,37 \pm 13,45	nd
Ésteres				
*Hexadecanoato de metila ^{▲,●,■}	2163	2170 ¹	28,45 \pm 3,61 ^a	27,53 \pm 3,63 ^a
*Metil oleato ^{▲,●,■}	2383	2400 ¹	56,51 \pm 13,85 ^a	53,03 \pm 9,89 ^a
Álcool				
2-Etil-1-hexanol ^{●,■}	1436	1441 ¹	^(A) 13,42 \pm 1,07	nd
Cetona				
2,4-Dimetil-3-hexanona ^{●,■}	1213	1178 ¹	^(B) 5,61 \pm 3,78	nd
Compostos terpenicos				
<i>Monoterpeno</i>				
o-Cimeno ^{●,■}	1211	1232 ²	^(C) 27,09 \pm 4,94	nd
<i>Monoterpenos oxigenados</i>				
α -Terpineol ^{●,■}	1631	1650 ¹	^(D) 7,85 \pm 1,00	nd
Timol ^{●,■}	2166	2166 ¹	^(D) 18,97 \pm 1,43	nd
Diversos				
4-hidroxi-4-metil-2-pentanona ^{●,■}	1339	1366 ¹	^(B) 14,44 \pm 3,62 ^a	^(B) 4,07 \pm 0,55 ^b
Benzofenona ^{●,■}	2403	2410 ¹	^(E) 10,28 \pm 0,42 ^a	^(E) 8,06 \pm 0,57 ^b

▲Identificado por coelusão com compostos voláteis padrão; ●Identificado pelos dados do espectro de massa; ■Identificado através da comparação do KI calculado com o KI teórico (literatura); *composto considerado definitivamente identificado (identificado pelo menos por coelusão com compostos voláteis padrão e dados de espectros de massa); LRI - índice de Kovats modificado calculado utilizando alcanos C7-C26 (Van den Dool e Kratz, 1963); Média - valor médio; SD - desvio padrão; nd - composto não detectado; P3M - caqui congelado durante três meses; P1Y - caqui congelado durante um ano; Referências: 1- NIST; 2 - Pherobase; (A) - concentração dada em ppb equivalente a octanol; (B) - concentração dada em ppb equivalente a ciclohexen-1-ona; (C) - concentração expressa em ppb equivalente a limoneno; (D) - concentração expressa em ppb equivalente a linalol; (E) - concentração expressa em ppb equivalente a fenol. Numa linha em que os teores dos compostos foram comparados, os valores marcados com letras minúsculas diferentes foram considerados estatisticamente diferentes ($p < 0,05$).

Há poucos estudos publicados sobre compostos orgânicos voláteis em frutos de caqui, e não há um composto comum identificado em todas as variedades.³⁷ No estudo realizado com a variedade de caqui 'Rama Forte', foram identificados 31 compostos voláteis, incluindo 10 terpenos, 10 ésteres, 5 aldeídos, 3 cetonas, 2 ácidos carboxílicos e 1 fenólico.³⁷ Um desses compostos (metil-hexadecanoato) também foi encontrado no presente estudo. Na variedade 'Fuyu', os compostos metil-hexadecanoato, 2-etil-1-hexanol e 4-hidroxi-4-metil-2-pentanona foram identificados como parte da fração volátil.³⁸ Já na variedade Mikado, foram detectados metil oleato e o-cimeno.³⁸

Os compostos terpênicos identificados exclusivamente na amostra P3M apresentaram notas aromáticas características, como frutadas, folhosas, cítricas, herbáceas (α -terpineol), solvente, gasolina, cítrico (o-cimeno) e tomilho (timol).³⁹⁻⁴¹ Os ésteres (ver Tabela 2) foram os principais compostos voláteis encontrados em ambas as amostras (P3M e P1Y). Esse achado pode ser explicado pelo procedimento de extração adotado no presente estudo, no qual o fruto inteiro foi colocado em contato com o solvente extrator, o que provavelmente favoreceu a extração de compostos presentes principalmente na superfície do caqui.

TPC e capacidade antioxidante

A média do teor de compostos fenólicos totais (TPC) dos caquis foi aproximadamente seis vezes menor após o congelamento por um ano, em comparação ao período de três meses (Tabela 3). Esses resultados indicam que as condições de congelamento utilizadas neste estudo não foram suficientes para inibir o processo de degradação dos compostos fenólicos.⁴²

Tabela 3. Teor fenólico total e capacidade antioxidante do caqui (*Diospyros kaki*) após armazenamento congelado por três meses e um ano a -18 °C. Rio de Janeiro, 2018.

Análises	P3M (Avg \pm SD)	P1Y (Avg \pm SD)
TPC (mg GAE L ⁻¹)	80,51 \pm 7,51 ^A	13,19 \pm 2,20 ^B
Capacidade antioxidante (IC ₅₀) (mg mL ⁻¹)	1,39 \pm 0,68 ^A	19,01 \pm 10,5 ^B

P3M - caqui congelado durante três meses; P1Y - caqui congelado durante um ano; TPC - teor fenólico total; GAE - equivalentes de ácido gálico; IC₅₀ - concentração de um antioxidante que reduz o radical livre ABTS em cerca de 50%; Média - valor médio; DP - desvio padrão. Numa linha específica desta tabela, quando os extratos do P3M foram comparados com os extratos do P1Y em relação a um parâmetro que foi medido para ambos, os valores marcados com letras diferentes eram estatisticamente diferentes ($p < 0,05$).

O valor médio de IC₅₀ encontrado para os extratos de P1Y [(19,01 \pm 10,53) mg mL⁻¹] foi 13,6 vezes maior ($p < 0,05$) do que o observado para P3M [IC₅₀ = (1,3 \pm 0,68) mg mL⁻¹]. Esse resultado corrobora com a redução no teor de compostos fenólicos totais (TPC) durante o armazenamento congelado e pela forte correlação negativa entre o TPC do caqui e o IC₅₀ estimado pelo ensaio ABTS ($r = -0,8318$, $p < 0,05$). Os extratos de P3M apresentaram atividade antioxidante mais potente do que os de P1Y.

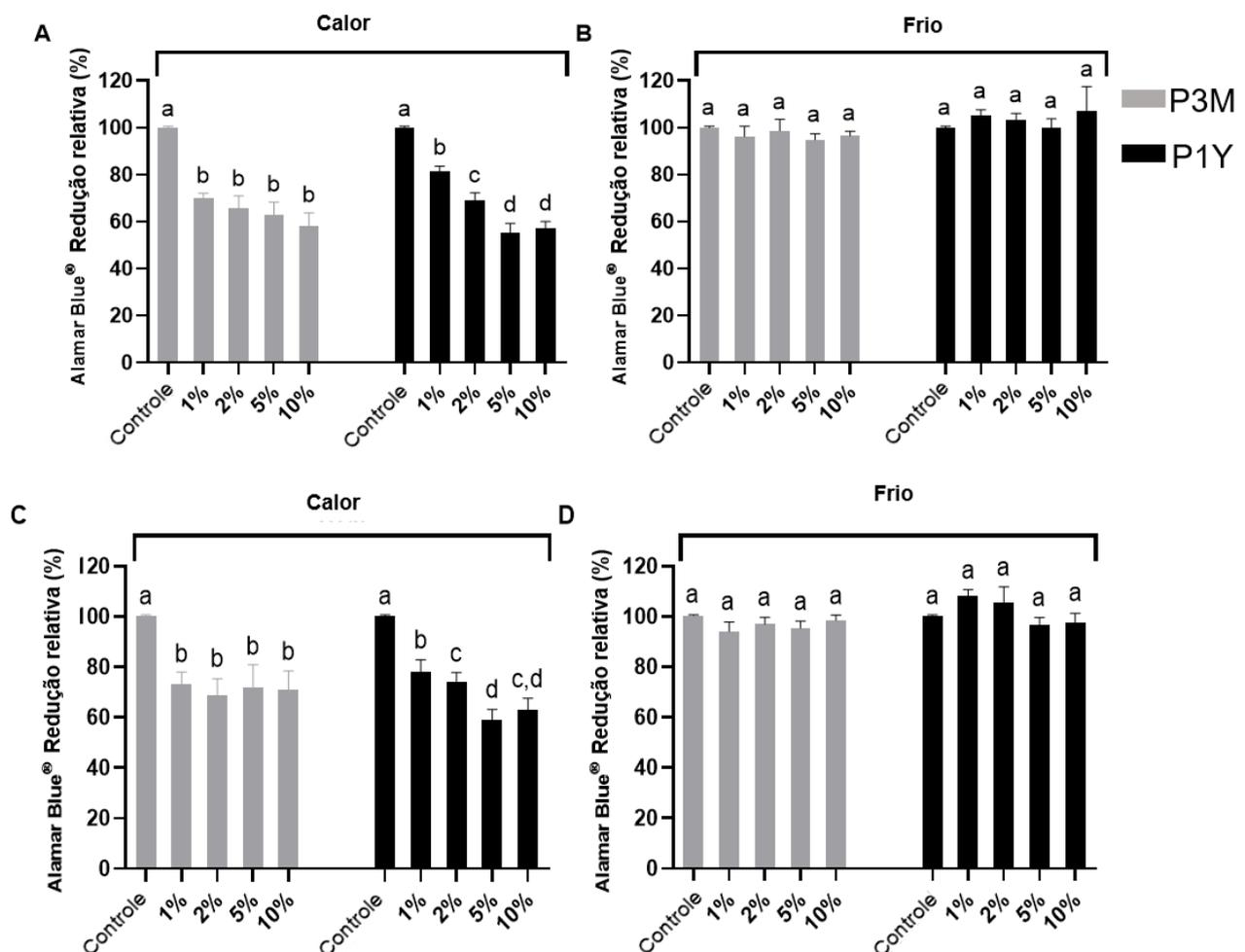
A atividade antioxidante observada em P3M foi compatível com a atividade relatada em quatro cultivares de caqui, especialmente na cultivar Dogeunjosaeng [(IC₅₀(ABTS) = 1.130,23 \pm 64,30) μ g mL⁻¹].⁴³ O congelamento dos caquis por um ano influenciou negativamente o teor de compostos fenólicos totais (TPC) e a capacidade antioxidante. Durante o congelamento e o armazenamento prolongado, a formação de cristais de gelo pode danificar a estrutura celular e favorecer reações oxidativas e enzimáticas que degradam

compostos solúveis, incluindo taninos solúveis. Essa perda de compostos bioativos pode reduzir o potencial antioxidante do caqui.⁵

Efeito citotóxico nas células de câncer de mama

O extrato aquosoautoclave P3M e P1Y apresentou efeito citotóxico em ambas as linhagens celulares cancerígenas ($p < 0,05$). Em contraste, o extrato aquosofrio não demonstrou efeito significativo ($p < 0,05$) (Figura 1). O extrato aquoso autoclave P3M, na concentração de 1%, foi suficiente para reduzir a viabilidade celular em 30 a 40%, sem apresentar efeito dose-dependente ($p < 0,05$). Por outro lado, os extratos autoclave PYM mostraram um efeito citotóxico dose-dependente, sendo observada uma redução celular de aproximadamente 50% a partir da concentração de 5%. Esse comportamento citotóxico foi verificado tanto nas células MCF-7 quanto nas MDA-MB-231. Foram observadas diferenças entre as duas linhagens. Vale notar que MCF-7 expressa receptores hormonais e é sensível a fármacos terapêuticos, enquanto MDA-MB-231 não expressa esses receptores e, por isso, apresenta maior resistência aos tratamentos.^{44,45}

Figura 1. P3M - caqui congelado durante três meses; P1Y - caqui congelado durante um ano; viabilidade celular MCF-7 (A, B) e MDA-MB-231 (C, D) após um tratamento de 24 horas com concentração de extrato de caqui de 1% a 10% ($n = 3$). As células não tratadas representam o controle em cada gráfico. As células em (A, C) foram tratadas com extrato autoclavado de caqui (calor), enquanto em (B, D) foram tratadas com extrato aquoso simples (frio). Os dados são representados como média \pm desvio padrão. Diferentes concentrações na mesma linha celular foram analisadas com análise de variância bidirecional (ANOVA) com pós-teste de Tukey, e letras minúsculas diferentes representam uma diferença significativa ($p < 0,05$).



Este estudo não investigou quais compostos específicos foram responsáveis pelo potencial citotóxico contra as linhagens celulares MCF-7 e MDA-MB-231. De todo modo, a extração com água associada à autoclave foi mais eficiente ($p < 0,05$) do que a extração com água fria na eluição desse(s) composto(s) a partir do caqui (Figura 1). Estudos anteriores demonstraram que a extração em autoclave pode ser uma estratégia eficaz para a obtenção de compostos bioativos. Isso pode ser explicado pelo ambiente extremo da autoclave, caracterizado por alta temperatura e pressão, que promove o colapso das membranas celulares, facilitando a liberação mais eficiente dos compostos bioativos.⁴⁶⁻⁴⁹ Além disso, alguns estudos relatam que temperaturas elevadas aumentam a eficiência da água na extração de compostos, ao melhorar sua solubilidade por meio da redução da tensão superficial.^{48,50} Novas investigações são necessárias para identificar quais compostos presentes no extrato autoclave de caqui possuem atividade anticarcinogênica, bem como para elucidar seus mecanismos de ação.

Há evidências de que o consumo de compostos bioativos naturalmente presentes em frutas e vegetais reduz o risco de doenças crônicas.⁵¹⁻⁵³ Ramadan et al.,⁵⁴ ao avaliarem a atividade anticancerígena (para câncer de cólon e de mama) do extrato etanólico do fruto do camapu (*Physalis peruviana* L.), observaram que o potencial anticancerígeno foi mais eficaz na inibição de linhagens celulares de cólon. Jo, Lee, Lee & Park⁵⁵ demonstraram que extratos metanólicos do cálice do caqui inibiram o crescimento de células de câncer de cólon (HT-29) de forma dose-dependente, sendo que $500 \mu\text{g mL}^{-1}$ de extrato causaram 31,1% de inibição das linhagens. Gloria et al.⁵⁶ verificaram que os carotenoides (abundantes em frutas e vegetais) são compostos com potencial anticancerígeno, além de relatarem seu efeito sobre o ciclo celular e a viabilidade de células humanas de câncer de mama.

CONCLUSÕES

Após um ano de armazenamento do caqui por congelamento, não foram observadas diferenças significativas na composição centesimal, no perfil mineral e nas propriedades físico-químicas. Com base nesses resultados, o congelamento como método de conservação pode ser considerado uma estratégia viável, dependendo da aplicação desejada. Nesse contexto, o armazenamento de caquis por congelamento configura-se como uma estratégia promissora para o desenvolvimento de produtos inovadores de alto valor agregado, com aplicações em tecnologia de alimentos (como molhos picantes e ketchup), embalagens de base biológica (incluindo filmes finos e flexíveis) e biotecnologia (como suplementos minerais). Essa abordagem também amplia as possibilidades de utilização do fruto durante a entressafra, favorecendo sua inserção em cadeias produtivas mais sustentáveis e diversificadas. Por outro lado, o congelamento por um ano exerceu impacto direto sobre os compostos orgânicos voláteis e as propriedades antioxidantes das amostras. Assim, esse método de preservação não é recomendado quando o objetivo é a extração de compostos voláteis e antioxidantes para a produção de aditivos antioxidantes naturais a partir do caqui.

Os resultados deste estudo também indicam que a extração aquosa do caqui associada à autoclavagem representa uma estratégia eficaz para eluir compostos bioativos com efeitos citotóxicos sobre as linhagens celulares cancerígenas MCF-7 e MDA-MB-231. No entanto, são necessários estudos adicionais para otimizar as condições de extração, identificar os compostos responsáveis pelos potenciais efeitos citotóxicos e elucidar seus mecanismos de ação. Além disso, mais investigações devem ser conduzidas para avaliar o impacto de diferentes sistemas de conservação no perfil químico, nos compostos bioativos e na potencial atividade biológica do caqui.

AGRADECIMENTOS E FINANCIAMENTO

Agradecemos à UERJ; UNIRIO; Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) (código 001); Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Fundação Carlos Chagas Filho de Apoio à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) (código E-26/010/002738/2019; código E-26/211.985/2021; código E-26/201.428/2022) pelo financiamento deste trabalho. Agradecemos também aos agricultores familiares Da feira agroecológica (FAU) da UERJ pelo fornecimento dos caquis utilizados neste estudo.

REFERÊNCIAS

1. Jia Y, Wang Z, Liang X, Tu C, Khalifa I, Wang C, et al. Unlocking the potential of persimmons: A comprehensive review on emerging technologies for post-harvest challenges, processing innovations, and prospective applications. *Food Chem* 2024;459:140344. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.140344>.
2. Murali P, Hamid, Shams R, Dar AH. Insights on nutritional profile, nutraceutical components, pharmacological potential, and trending utilization of persimmon cultivars: A review. *Food Chemistry Advances* 2023;3:100431. <https://doi.org/10.1016/j.focha.2023.100431>.
3. FAO. Food and Agriculture Organization Corporate Statistical Database (FAOSTAT) 2025. [Acesso 16 fev 2025]. Disponível em: <https://www.fao.org/faostat/en/#home>
4. Saleem MS, Ejaz S, Anjum MA, Nawaz A, Naz S, Hussain S, et al. Postharvest application of gum arabic edible coating delays ripening and maintains quality of persimmon fruits during storage. *J Food Process Preserv* 2020;44:1–13. <https://doi.org/10.1111/jfpp.14583>.
5. González CM, Llorca E, Quiles A, Hernando I, Moraga G. Water sorption and glass transition in freeze-dried persimmon slices. Effect on physical properties and bioactive compounds. *Lwt* 2020;130:109633. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109633>.
6. Saleem MS, Ejaz S, Anjum MA, Ali S, Hussain S, Nawaz A, et al. Aloe vera gel coating delays softening and maintains quality of stored persimmon (*Diospyros kaki* Thunb.) Fruits. *J Food Sci Technol* 2022;59:3296–306. <https://doi.org/10.1007/s13197-022-05412-5>.
7. Santos CM, Abbade EB, Fai AEC. Assessing land, nutrients and monetary value associated with postharvest loss of persimmon in Brazil: pathways toward sustainability in agri-food systems. *British Food Journal* 2023. <https://doi.org/10.1108/BFJ-10-2022-0895>.
8. Khan MJ, Ayub Q, Hussain I, Mehmood A, Arif N, Mehmood S, et al. Responses of persimmon (*Diospyros kaki*) fruits to different fruit coatings during postharvest storage at ambient temperature. *Journal of Pure and Applied Agriculture* 2020;5:26–32.

9. de Jesus MS, Araujo HCS, Denadai M, Sandes RDD, Nogueira JP, Leite Neta MTS, et al. Effect of different drying methods on the phenolic and volatile compounds of persimmon (*Diospyros kaki* L.). *Journal of Food Measurement and Characterization* 2023;17:2576–94. <https://doi.org/10.1007/s11694-022-01803-6>.
10. Rockett F, Schmidt H, Rodrigues E, Flôres S, Rios A. Application of refrigeration and packing can extend Butiá fruit shelf life. *Food Biosci* 2021;42:101162. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.101162>.
11. Das PR, Eun J-B. Removal of astringency in persimmon fruits (*Diospyros kaki*) subjected to different freezing temperature treatments. *J Food Sci Technol* 2021;58:3154–63. <https://doi.org/10.1007/s13197-020-04818-3>.
12. Zhan X, Zhu Z, Sun DW. Effects of pretreatments on quality attributes of long-term deep frozen storage of vegetables: a review. *Crit Rev Food Sci Nutr* 2018;59:743–57. <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1496900>.
13. Stevanović SM, Petrović TS, Marković DD, Milovančević UM, Stevanović S V., Urošević TM, et al. Changes of quality and free radical scavenging activity of strawberry and raspberry frozen under different conditions. *J Food Process Preserv* 2022;46. <https://doi.org/10.1111/jfpp.15981>.
14. Adainoo B, Crowell B, Thomas AL, Lin C-H, Cai Z, Byers P, et al. Physical characterization of frozen fruits from eight cultivars of the North American pawpaw (*Asimina triloba*). *Front Nutr* 2022;9. <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.936192>.
15. Hosseinijad S, González CM, Hernando I, Moraga G. Valorization of Persimmon Fruit Through the Development of New Food Products. *Food Science and Technology* 2022;2:1-10. <https://doi.org/10.3389/frfst.2022.914952>.
16. Conesa C, Laguarda-Miró N, Fito P, Seguí L. Evaluation of Persimmon (*Diospyros kaki* Thunb. cv. Rojo Brillante) Industrial Residue as a Source for Value Added Products. *Waste Biomass Valorization* 2019;11:3749–60. <https://doi.org/10.1007/s12649-019-00621-0>.
17. Banerjee J, Singh R, Vijayaraghavan R, MacFarlane D, Patti AF, Arora A. Bioactives from fruit processing wastes: Green approaches to valuable chemicals. *Food Chem* 2017;225:10–22. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.12.093>.
18. Chen J, Du J, Ge Z zhen, Zhu W, Nie R, Li C mei. Comparison of sensory and compositions of five selected persimmon cultivars (*Diospyros kaki* L.) and correlations between chemical components and processing characteristics. *J Food Sci Technol* 2016;53:1597-607. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-2102-y>.
19. Instituto Adolfo Lutz. Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos -4a Edição 1a Edição Digital. Instituto Adolfo Lutz 2008;IV:1018.
20. Radulović N, Blagojević P, Palić R. Volatiles of the grape hybrid cultivar othello (*Vitis vinifera* x (*Vitis labrusca* x *Vitis riparia*)) cultivated in Serbia. *Journal of Essential Oil Research* 2010;22:616–9. <https://doi.org/10.1080/10412905.2010.9700415>.

21. Rufino M do SM, Alves RE, Brito ES, Morais SM, Sampaio C de G, Pérez-Jiménez J, et al. Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre DPPH. Comunicado Técnico Embrapa 2007;127:1–4.
22. Hamazu Y, Iijima E. Polyphenolic composition and antioxidative activity of apple flesh extracts. *Journal of the Japanese Society for Food Science and Technology- Nippon Shokuhin Kagaku Kogaku Kaishi* 1999;46:645–651.
23. Brito TBN, R.S. Lima L, B. Santos MC, A. Moreira RF, Cameron LC, C. Fai AE, et al. Antimicrobial, antioxidant, volatile and phenolic profiles of cabbage-stalk and pineapple-crown flour revealed by GC-MS and UPLC-MSE. *Food Chem* 2021;339:127882. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127882>.
24. Suh S, Kim YE, Yang HJ, Ko S, Hong GP. Influence of autoclave treatment and enzymatic hydrolysis on the antioxidant activity of *Opuntia ficus-indica* fruit extract. *Food Sci Biotechnol* 2017;26:581–90. <https://doi.org/10.1007/s10068-017-0085-3>.
25. Ahmed SA, Gogal RM, Walsh JE. A new rapid and simple non-radioactive assay to monitor and determine the proliferation of lymphocytes: an alternative to [³H]thymidine incorporation assay. *J Immunol Methods* 1994;170:211–24. [https://doi.org/10.1016/0022-1759\(94\)90396-4](https://doi.org/10.1016/0022-1759(94)90396-4).
26. Grover Y, Negi PS. Recent developments in freezing of fruits and vegetables: Striving for controlled ice nucleation and crystallization with enhanced freezing rates. *J Food Sci* 2023;88:4799–826. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.16810>.
27. Kmiecik W, Lisiewska Z, Korus A. Retention of mineral constituents in frozen brassicas depending on the method of preliminary processing of the raw material and preparation of frozen products for consumption. *European Food Research and Technology* 2007;224:573–9. <https://doi.org/10.1007/s00217-006-0337-6>.
28. López MAA, Rojas RM, Cosano GZ. Mineral composition of frozen green asparagus. *European Food Research and Technology* 2004;219:260–4. <https://doi.org/10.1007/s00217-004-0928-z>.
29. Singh A, Swami S, Panwar NR, Kumar M, Shukla AK, Roupael Y, et al. Development Changes in the Physicochemical Composition and Mineral Profile of Red-Fleshed Dragon Fruit Grown under Semi-Arid Conditions. *Agronomy* 2022;12:355. <https://doi.org/10.3390/agronomy12020355>.
30. Tardugno R, Gervasi T, Nava V, Cammilleri G, Ferrantelli V, Cicero N. Nutritional and mineral composition of persimmon fruits (*Diospyros kaki* L.) from Central and Southern Italy. *Nat Prod Res* 2022;36:5168–73. <https://doi.org/10.1080/14786419.2021.1921768>.
31. Brasil. Ministério da saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), Instrução Normativa-IN No 75, de 8 de outubro de 2020- 2020; [Acesso 16 fev 2025]. Disponível em: <https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/instrucao-normativa-in-n-75-de-8-de-outubro-de-2020-282071143> 32

32. Militão A de O, da Silva TI, do Nascimento AM, da Costa FB, de Castro AKG, Macêdo LF, et al. Storage increases soluble sugars and decreases bioactive compounds in wild passion fruit (*Passiflora cincinnata*). *Hortic Environ Biotechnol* 2025. <https://doi.org/10.1007/s13580-025-00676-0>.
33. Chassagne-Berces S, Fonseca F, Citeau M, Marin M. Freezing protocol effect on quality properties of fruit tissue according to the fruit, the variety and the stage of maturity. *LWT - Food Science and Technology* 2010;43:1441–9. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.04.004>.
34. Wang M, Jin S, Ding Z, Xie J. Effects of Different Freezing Methods on Physicochemical Properties of Sweet Corn during Storage. *Int J Mol Sci* 2022;24:389. <https://doi.org/10.3390/ijms24010389>.
35. Pereira APA, Angolini CFF, Paulino BN, Lauretti LBC, Orlando EA, Silva JGS, et al. A comprehensive characterization of *Solanum lycocarpum* St. Hill and *Solanum oocarpum* Sendtn: Chemical composition and antioxidant properties. *Food Research International* 2018:1–9. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.09.054>.
36. Tan XY, Misran A, Daim LDJ, Ding P, Pak-Dek MS. Changes in the volatile profiles, organic acid contents, and sugar compositions of durian pulps during long-term frozen storage. *J Food Process Preserv* 2021;45. <https://doi.org/10.1111/jfpp.15285>.
37. Amorim C, Filho EGA, Rodrigues HTS, Bender RJ, Canuto KM, Garruti DS, et al. Volatile compounds associated to the loss of astringency in ‘RamaForte’ persimmon fruit. *Food Research International* 2020;136:109570. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109570>.
38. Martineli M, Alves AAR, Figueiredo GM de, Rezende CM de, Fonseca MJ de O. Caqui cv. “Mikado”: análise de compostos voláteis em frutos adstringentes e destanizados. *Ciência Rural* 2013;43:1516–21. <https://doi.org/10.1590/s0103-84782013000800028>.
39. Sonmezdag AS, Kelebek H, Selli S. Characterization of aroma-active and phenolic profiles of wild thyme (*Thymus serpyllum*) by GC-MS-Olfactometry and LC-ESI-MS/MS. *J Food Sci Technol* 2016;53:1957–65. <https://doi.org/10.1007/s13197-015-2144-1>.
40. Souza WFM, Mariano XM, Isnard JL, Souza GS, Gomes AL de S, Carvalho RJT, et al. Evaluation of the volatile composition, toxicological and antioxidant potentials of the essential oils and teas of commercial Chilean boldo samples. *Food Research International* 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.12.059>.
41. Veverka L, Jelinkova M, Hron K, Balik J, Stávek J, Barták P. Chemical markers in the aroma profiles of south Moravian red wine distillates. *Czech Journal of Food Sciences* 2012;30:36-76.
42. Santos NC, Almeida RLJ, da Silva GM, de Alcântara Silva VM, de Alcântara Ribeiro VH, de Oliveira Brito AC, et al. Impact of pretreatments with ethanol and freezing on drying slice papaya: drying performance and kinetic of ultrasound-assisted extraction of phenolics compounds. *J Sci Food Agric* 2023;103:125-34. <https://doi.org/10.1002/jsfa.12119>.

43. Jang IC, Oh WG, Lee SC, Ahn GH, Lee JH. Antioxidant activity of 4 cultivars of persimmon fruit. *Food Sci Biotechnol* 2011;20:71-7. <https://doi.org/10.1007/s10068-011-0010-0>.
44. Divakaran D, Lakkakula JR, Thakur M, Kumawat MK, Srivastava R. Dragon fruit extract capped gold nanoparticles: Synthesis and their differential cytotoxicity effect on breast cancer cells. *Mater Lett* 2019;236:498-502. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.10.156>.
45. Guimarães D de AB, De Castro D dos SB, Oliveira FL de, Nogueira EM, Silva MAM da, Teodoro AJ. Pitaya Extracts Induce Growth Inhibition and Proapoptotic Effects on Human Cell Lines of Breast Cancer via Downregulation of Estrogen Receptor Gene Expression. *Oxid Med Cell Longev* 2017;2017:1–13. <https://doi.org/10.1155/2017/7865073>.
46. Sanusi I, Aruwajoye G, Revaprasadu N, Sewsynker-Sukai Y, Meyer EL, Kana EBG. A novel autoclave-assisted nanoparticle pre-treatment for improved sugar recovery from potato peel waste: process optimisation, nanoparticle recyclability and bioethanol production. *Biomass Convers Biorefin* 2024;14:13941–53. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-03574-y>.
47. Zheng H, Sun Y, Zheng T, Zeng Y, Fu L, Zhou T, et al. Effects of shear emulsifying/ball milling/autoclave modification on structure, physicochemical properties, phenolic compounds, and antioxidant capacity of lotus (*Nelumbo*) leaves dietary fiber. *Front Nutr* 2023;10. <https://doi.org/10.3389/fnut.2023.1064662>.
48. Oliveira AMB, Viganó J, Sanches VL, Rostagno MA, Martínez J. Extraction of potential bioactive compounds from industrial Tahiti lime (*Citrus latifolia* Tan.) by-product using pressurized liquids and ultrasound-assisted extraction. *Food Research International* 2022;157:111381. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111381>.
49. Feng Q, Zhang S, Lin J, Yang J, Zhang Y, Shen Q, et al. Valorization of barley (*Hordeum vulgare* L.) brans from the sustainable perspective: A comprehensive review of bioactive compounds and health benefits with emphasis on their potential applications. *Food Chem* 2024;460:140772. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.140772>.
50. Pagano I, Campone L, Celano R, Piccinelli AL, Rastrelli L. Green non-conventional techniques for the extraction of polyphenols from agricultural food by-products: A review. *J Chromatogr A* 2021;1651:462295. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2021.462295>.
51. Panda J, Amrit R, Mishra AK, Chakraborty A, Rustagi S, Nath PC, et al. Sustainable Valorization of Fruit and Vegetable Waste for Bioactive Compounds: Advancing Functional Food and Wellness. *Waste Biomass Valorization* 2025. <https://doi.org/10.1007/s12649-025-02937-6>.
52. Alu'datt MH, Rababah T, Tranchant CC, Al-u'datt D, Gammoh S, Alrosan M, et al. Date palm (*Phoenixdactylifera*) bioactive constituents and their applications as natural multifunctional ingredients in health-promoting foods and nutraceuticals: A comprehensive review. *Compr Rev Food Sci Food Saf* 2025;24. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.70084>.

53. Akermi S, Chaari M, Elhadeif K, Sharma A, Dey A, Choudhary A, et al. Bioactive compounds and cancer prevention: a nutritional approach. *Unleashing the Power of Functional Foods and Novel Bioactives*, Elsevier; 2025, p. 25-70. <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-28862-3.00013-3>.
54. Ramadan M, El-Ghorab A, Ghanem K. Volatile compounds, antioxidants, and anticancer activities of Cape gooseberry fruit (*Physalis peruviana* L.): An in-vitro study. *Journal of The Arab Society for Medical Research* 2016;10:56–64. <https://doi.org/10.4103/1687-4293.175556>.
55. Jo K, Lee J, Lee S, Park H. Anticancer activity of persimmon (*Diospyros kaki* L.) calyx extracts on human cancer cells. *Journal Of Medicinal Plants* 2011;5:2546-50.
56. Gloria NF, Soares N, Brand C, Oliveira FL, Borojevic R, Teodoro AJ. Lycopene and Beta-carotene Induce Cell-Cycle Arrest and Apoptosis in Human Breast Cancer Cell Lines. *Anticancer Res* 2014;34:1377-86.

Colaboradoras

Maragoni-Santos C recolheu os dados, realizou a análise, redigiu o artigo, contribuiu com dados e ferramentas de análise; Takeyama MM realizou a análise, contribuiu com dados e ferramentas de análise; Matheus JRV contribuiu com ferramentas de análise; Arcanjo ME coletou os dados e realizou a análise; da Costa DCF e Marques MRC contribuíram com ferramentas de análise; Moreira RFA realizou a análise, redigiu o artigo, contribuiu com ferramentas de análise; Fai AEC concebeu e projetou a análise, redigiu o artigo, revisão e aprovação da versão final.

Conflito de interesses: Os autores declaram não haver conflito de interesses.

Recebido: 04 de dezembro de 2023

Aceito: 16 de junho de 2025