

RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

**PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E
OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES
GELIFICANTES**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientadora: Márcia Cristina T. Ribeiro Vidigal

Coorientadores: Andrea Alves Simiqueli
Luis Antonio Minim

**VIÇOSA - MINAS GERAIS
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

A474p
2021

Alves, Raissa Oliveira Rocha, 1995-

Pectina da casca de jabuticaba (*Plinia cauliflora*) :
modelagem e otimização do processo de extração e das
propriedades gelificantes / Raissa Oliveira Rocha Alves. –
Viçosa, MG, 2021.

1 dissertação eletrônica (69 f.): il. (algumas color.).

Orientador: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa,
Departamento de Tecnologia de Alimentos, 2021.

Inclui bibliografia.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2021.247>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Jabuticaba - Processamento. 2. Pectina. 3. Superfícies de
resposta (Estatística). 4. Reologia . I. Vidigal, Márcia Cristina
Teixeira Ribeiro, 1981-. II. Universidade Federal de Viçosa.
Departamento de Tecnologia de Alimentos. Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos.
III. Título.

CDD 22. ed. 664.80442

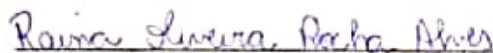
RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES GELIFICANTES

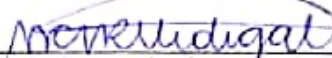
Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 05 de agosto de 2021.

Assentimento:



Raissa Oliveira Rocha Alves
Autora



Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal
Orientadora

Aos meus pais e ao meu irmão, Marta, Marcos e Iago, por serem meus exemplos de amor, perseverança e dedicação.

Dedico

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida. Por iluminar meus pensamentos, me manter firme e me fazer crer que seria possível.

Aos meus pais, Marta e Marcos, por todo amor e incentivo à educação desde a infância. Vocês são a base e a inspiração para eu ser uma pessoa cada vez melhor. Ao meu irmão Iago pelo companheirismo e amizade. Ao meu namorado Klever pelo amor e apoio físico e mental. À toda minha família, por sempre estarem ao meu lado. À minha orientadora, Profa. Dra. Márcia, pela oportunidade de realização deste trabalho e pela orientação feita com excelência. Obrigada pela paciência, ensinamentos diários, disponibilidade e humanidade, que tornaram essa etapa enriquecedora.

À Profa Dra. Andréa Alves Simiqueli (Corienradora), obrigada pela contribuição ao meu trabalho. Aos Profs Drs. Valéria Paula Rodrigues Minim e Luis Antonio Minim pelo acesso ao laboratório e uso de equipamentos. Ao Prof. Dr. Eduardo Basílio Oliveira pelos ensinamentos e incentivo. Às Professoras Dra. Vanelle Maria da Silva e Dra. Manoela Maciel dos Santos Dias pela participação na banca.

Aos amigos e pós-graduandos Érica, Viviane, Daniela, Layla, Sabrine, Kátia, Bárbara, Raquel, Laís, Malu, Jaqueline por todo companheirismo, parceria, conselhos e auxílio durante a pesquisa. Aos técnicos Hugo, Helvécio, Sr. Monteiro e Victor, obrigada pela ajuda e disponibilidade.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de estudo e pelo apoio financeiro ao projeto.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Departamento de Tecnologia de Alimentos pela oportunidade em realizar o mestrado.

À Universidade Federal de Viçosa – Campus Florestal, todos os professores e amigos de graduação, em especial a Profa. Dra. Vanelle, pelo incentivo à minha incursão no universo acadêmico.

A todos que de alguma forma contribuíram para a conclusão deste trabalho.

RESUMO

ALVES, Raissa Oliveira Rocha, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, agosto de 2021. **Pectina de fonte alternativa: modelagem do processo de extração e das propriedades gelificantes da pectina da casca de jabuticaba**. Orientadora: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal. Coorientadores: Andréa Alves Simiqueli e Luis Antonio Minim.

O objetivo deste trabalho foi modelar e otimizar a extração da pectina contida na casca da jabuticaba (*Plinia cauliflora*), avaliando o efeito do pH (1, 2, 3), tempo (20, 30, 40 min) e temperatura de extração (70, 80, 90 °C) no rendimento e teor de ácidos galacturônicos da pectina extraída (TAG). Posteriormente, avaliou-se o seu potencial como agente gelificante modelando e otimizando as propriedades gelificantes do gel obtido em diferentes condições de gelificação: pH (1,2; 1,5; e 1,8), concentração de pectina (1, 2, 3% m/v) e concentração de sacarose (55, 60, 65% m/v) utilizando um delineamento Box-Behnker com 13 tratamentos e 3 repetições do ponto central. A matéria-prima utilizada (casca de jabuticaba *in natura*) foi caracterizada de acordo com os métodos oficiais da *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC), obtendo os seguintes resultados: umidade de 79,90%; cinzas de 0,64%; lipídeos de 0,20%; proteínas de 4,10%; carboidratos de 15,49% e pH igual a 3,25. A extração ácida da pectina proveniente da casca de jabuticaba desidratada pela adição de ácido nítrico resultou em um rendimento do processo que variou entre 3,20-10,60%, e aumentou dentro dos níveis estudados, em condições de baixo pH e maiores níveis de tempo e temperatura; e em um TAG que variou entre 2,25-56,77% e aumentou, dentro dos níveis estudados, em altas condições de pH e tempo e em um pico máximo de temperatura próximo a 80 °C. A condição otimizada para a extração foi pH 1, tempo de 20 min e temperatura de 90 °C, resultando em um rendimento de 10,51% e TAG de 35,66%. A pectina extraída foi classificada como de alto teor de metoxilação por apresentar 53,04% de grau de esterificação. A aplicação da pectina extraída numa matriz de gel alimentar ocorreu pela elevação da temperatura em dispersão de pectina e sacarose em água, e posterior redução do pH do meio com ácido nítrico (1 M). As propriedades gelificantes foram mensuradas por meio dos testes de varredura de tensão (0,01 a 10 Pa), varredura de frequência (0,1-100 Hz), varredura de temperatura (25-85 °C) e teste de fluência e recuperação. Uma análise instrumental da cor classificou os tratamentos em géis escuros e avermelhados. Nos testes reológicos,

todos os tratamentos apresentaram comportamento de gel ($\tan \delta < 1$) na varredura de tensão. As propriedades tensão crítica na região de viscoelasticidade linear (σ_c), a constante z do modelo lei da potência para a varredura de frequência e a porcentagem de recuperação da deformação no teste de fluência (% REC) foram modeladas. Foi verificado que altas concentrações de pectina e concentrações médias de sacarose mantendo o pH 1,2 maximizaram σ_c , z , e % REC e minimizaram $\tan \delta$, resultando assim em géis mais fortes. A função desejabilidade otimizou as propriedades gelificantes que influenciam na força do gel em função das condições de gelificação e géis mais fortes foram obtidos em condições: pH 1,2; concentração de pectina 3 % (m/v) e concentração de sacarose 60 % (m/v). A partir da modelagem e otimização da extração da pectina contida na casca da jabuticaba e das propriedades gelificantes do gel formado, pode-se concluir que a casca da jabuticaba (*Plinia cauliflora*) é uma promissora fonte alternativa de pectina de alto teor de metoxilação, e com rendimento de extração e TAG semelhantes a outras fontes da literatura, nas mesmas condições de extração. Desta forma, a pectina extraída da casca de jabuticaba pode ser aplicada como agente gelificante na indústria de alimentos, farmacêutica e cosmética, auxiliando na obtenção de textura e no carreamento de compostos bioativos.

Palavras-chave: Fonte alternativa de pectina. Superfície de resposta. Reologia. Jabuticaba.

ABSTRACT

ALVES, Raissa Oliveira Rocha, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, August, 2021. **Alternative source pectin: modeling the extraction process and gelling properties of jabuticaba peel pectin.** Adviser: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal. Co-advisers: Andréa Alves Simiqueli and Luis Antonio Minim.

The aim of this work was to model and optimize the extraction of pectin contained in the peel of jabuticaba (*Plinia cauliflora*), evaluating the effect of pH (1, 2, 3), time (20, 30, 40 min) and extraction temperature (70, 80, 90 °C) on the yield of the final product and the content of galacturonic acids of the extracted pectin (TAG). Subsequently, its potential as a gelling agent was evaluated by modeling and optimizing the gelling properties of the gel obtained under different gelling conditions: pH (1.2; 1.5; and 1.8), pectin concentration (1, 2, 3% w/v) and sucrose concentration (55, 60, 65% w/v) using a Box-Behnker design with 13 treatments and 3 centers point repetitions. The raw material used (jabuticaba peel in natura) was characterized according to the official methods of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC), obtaining the following results: moisture 79.90%, ash 0.64%, lipids 0.20%, proteins 4.10%, carbohydrates 15.49% and pH equal to 3.25. The acid extraction of pectin from dehydrated jabuticaba peel by the addition of nitric acid resulted in a process yield that ranged from 3.20-10.60%, and increased within the levels studied, at low pH conditions and higher levels of time and temperature; and in a TAG that ranged from 2.25-56.77% and increased, within the levels studied, at high pH and time conditions and a maximum temperature peak near 80 °C. The optimized condition for extraction was pH 1, time 20 min and temperature 90 °C, resulting in a yield of 10.51% and TAG of 35.66%. The extracted pectin was classified as high methoxylation as it presented 53.04% esterification degree. The application of the extracted pectin in a food gel matrix occurred by raising the temperature in dispersion of pectin and sucrose in water, and subsequent reduction of the pH of the medium with nitric acid (1 M). Gelling properties were measured using stress sweep (0.01 to 10 Pa), frequency sweep (0.1-100 Hz), temperature sweep (25-85 °C), and creep and recovery tests. An instrumental color analysis classified the treatments into dark and reddish gels. In rheological tests, all treatments showed gel behavior ($\tan \delta < 1$) in the stress sweep. The properties critical stress in the linear viscoelastic region (σ_c), the constant z of the power law model for the frequency sweep, and the percent strain recovery in the creep test (%)

REC) were modeled. It was found that high pectin concentrations and medium sucrose concentrations maintaining pH 1.2 maximized σ_c , z , and % REC and minimized $\tan \delta$, thus resulting in stronger gels. The desirability function optimized the gelling properties that influence gel strength as a function of gelling conditions and stronger gels were obtained at conditions: pH 1.2; pectin concentration 3 % (m/v) and sucrose concentration 60 % (m/v). From the modeling and optimization of the extraction of the pectin contained in the jabuticaba peel and the gelling properties of the gel formed, it can be concluded that the jabuticaba (*Plinia cauliflora*) peel is a promising alternative source of pectin with high methoxylation content, and with extraction yield and TAG similar to other sources in the literature, under the same extraction conditions. Thus, the pectin extracted from jabuticaba peel can be applied as a gelling agent in the food, pharmaceutical and cosmetic industries, helping to obtain texture and to carry bioactive compounds.

Keywords: Pectin. Response Surface. Rheology. Jabuticaba.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1.1 – Superfícies de resposta para a influência da interação entre pH e temperatura no rendimento de extração (a); entre pH e tempo no teor de ácidos galacturônicos (TAG) de extração (b); entre pH e temperatura no teor de ácidos galacturônicos (TAG) de extração (c); entre tempo e temperatura no teor de ácidos galacturônicos (TAG) de extração (d).....27
- Figura 1.2 – Função desejabilidade do rendimento e teor de ácido galacturônico da pectina extraída da casca da jabuticaba em função do pH, tempo e temperatura de extração.....30
- Figura 1.3 – Espectro FTIR de pectina contida na casca da jabuticaba e extraída em pH 1, tempo de 20 minutos e temperatura de 90°C.....32
- Figura 2.1 – Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de sacarose em L^* 48
- Figura 2.2 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de pectina em h^o ; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose em h^o49
- Figura 2.3 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de pectina em C^* ; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de sacarose em C^* ; C) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose em C^* 50
- Figura 2.4 - Efeito do da tensão aplicada no módulo elástico (G') e tangente de fases ($Tan \delta$) dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....51
- Figura 2.5 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de sacarose na tensão crítica dos géis; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na tensão crítica dos géis.....53
- Figura 2.6 - Efeito da frequência no módulo elástico (G') e tangente de fases ($Tan \delta$) dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....54
- Figura 2.7 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de pectina na tangente de fase dos géis; B) Superfície de resposta para

a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na tangente de fase dos géis.....	56
Figura 2.8 – Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na constante z.....	57
Figura 2.9 - Efeito da temperatura no módulo elástico (G'), módulo viscoso (G'') e da tangente de fases ($\tan \delta$) dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	58
Figura 2.10 – Curvas de fluência e recuperação dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	59
Figura 2.11 – Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na porcentagem de recuperação da deformação dos géis.....	61
Figura 2.12 – Função desejabilidade de otimização das propriedades gelificantes da pectina da casca da jabuticaba em função do pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 – Variáveis independentes e seus níveis usando o delineamento Box-Behnker na otimização da extração da pectina da casca da jabuticaba.....	22
Tabela 1.2 – Caracterização físico-química da casca da jabuticaba (base úmida).....	24
Tabela 1.3 – Rendimento do processo de extração e do teor de ácidos galacturônicos da pectina contida na casca da jabuticaba.....	22
Tabela 1.4 – Caracterização da pectina contida na casca da jabuticaba extraída nas condições otimizadas.....	30
Tabela 2.1 – Variáveis independentes e seus níveis usando o delineamento Box-Behnker na otimização das propriedades gelificantes do gel de pectina de casca de jabuticaba.....	43
Tabela 2.2 – Parâmetros de cor dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	47
Tabela 2.3 – Tensões críticas (σ_C) obtidas na varredura de tensão dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	52
Tabela 2.4 – Tangente de fases obtida na frequência de 1 Hz e parâmetros do modelo lei da potência, utilizados para descrever as varreduras de frequências dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	55
Tabela 2.5 - %REC e parâmetros do modelo de Jeffreys utilizado para descrever a fluência e recuperação dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.....	60
Tabela 2.6 – Propriedades gelificantes do gel de pectina de jabuticaba gelificado nas condições otimizadas.....	63

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL	14
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	15
ARTIGO I: EXTRAÇÃO DA PECTINA DE CASCA DE JABUTICABA (<i>Plinia cauliflora</i>): OTIMIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.....	17
1. INTRODUÇÃO.....	19
2. MATERIAL E MÉTODOS	21
2.1. Material.....	21
2.2. Caracterização físico-química da matéria-prima	21
2.3. Extração da pectina.....	21
2.4. Delineamento Experimental	22
2.5. Rendimento e teor de ácidos galacturônicos.....	22
2.6. Caracterização estrutural da pectina extraída em condições otimizadas	23
2.7. Análise estatística	23
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	24
3.1. Caracterização físico-química da matéria-prima	24
3.2. Extração da pectina.....	25
3.3. Avaliação dos efeitos pH, tempo e temperatura de extração no rendimento	26
3.4. Avaliação dos efeitos pH, tempo e temperatura de extração no teor de ácidos galacturônicos (TAG)	28
3.5. Otimização da extração da pectina da jabuticaba	29
3.6. Caracterização da pectina extraída em condições otimizadas.....	30
4. CONCLUSÃO	32
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	33
2. ARTIGO 2: MODELAGEM E OTIMIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES GELIFICANTES DA PECTINA EXTRAÍDA DA CASCA DE JABUTICABA (<i>Plinia cauliflora</i>).	38
1. INTRODUÇÃO.....	40
2. MATERIAL E MÉTODOS	42
2.1. Obtenção da pectina.....	42
2.2. Produção dos géis	42
2.3. Delineamento Experimental.....	42
2.4. Avaliação instrumental da cor.....	43
2.5. Testes reológicos.....	44
2.5.1. Varredura de tensão.....	44
2.5.2. Varredura de frequência.....	44

3.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.	CONCLUSÃO	64
5.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64
	CONCLUSÃO GERAL	68

INTRODUÇÃO GERAL

A jabuticaba (*Plinia Cauliflora*) é uma fruta nativa brasileira pertencente à família *Myrtaceae* e apresenta uma composição rica em vitaminas, minerais, fibras e compostos ativos como polifenóis, niacina, ferro e antocianinas (INADA et al., 2015). Embora a casca seja a parte mais nutritiva da jabuticaba, geralmente ela é descartada, juntamente com a semente, representando aproximadamente 50% do volume total da fruta (MORALES et al., 2016).

Uma alternativa para redução do desperdício desses resíduos alimentares seria a sua incorporação na formulação de novos produtos com maior valor nutricional (SAITO et al., 2019). Além disso, a composição polissacarídica da parede celular da casca da jabuticaba, sobretudo pela presença de pectina, pode contribuir para o aumento da viscosidade, melhorando características tecnológicas e sensoriais dos produtos (MIRANDA et al., 2020).

A pectina é um polímero natural que constitui a parede celular da maioria das plantas e desempenha um papel importante na indústria de alimentos, como agente gelificante, espessante e estabilizante; na indústria farmacêutica, para administração de drogas, engenharia de tecidos e cicatrização de feridas; e na indústria cosmética, no carreamento de compostos bioativos (LUPI et al., 2015; MUNARIN; TANZI; PETRINI, 2012). As propriedades estruturais da pectina, como grau de metoxilação e teor de ácido galacturônico influenciam diretamente as aplicações alimentares e não alimentares deste polissacarídeo e dependem da fonte e do método de extração (YOO et al., 2012). Desse modo, diversos estudos propondo a utilização de novos subprodutos e resíduos agrícolas como fontes alternativas para a extração de pectina têm sido realizados a fim de obter pectinas com diferentes propriedades funcionais (CHRISTIAENS et al., 2015; MÜLLER-MAATSCH et al., 2016).

Os experimentos de otimização têm sido a abordagem mais adequada para estudar a extração de pectinas, pois considera a variação da qualidade da matéria-prima e, conseqüentemente, minimiza os desvios indesejados na qualidade do produto final (MAY, 1990). Ao otimizar um processo, consegue-se conhecer as condições de funcionamento adequadas para atingir o rendimento desejado, bem como as características desejadas da pectina extraída (CAROÇO et al., 2019).

Desse modo, a jabuticaba pode ser uma alternativa potencial para obtenção de pectina com propriedades gelificantes que ainda não foram estudadas pela

literatura. Este estudo foi dividido em 2 artigos, sendo o primeiro um estudo da extração da pectina contida na casca da jaboticaba, modelando e otimizando as condições de extração e avaliando o rendimento e o teor de ácidos galacturônicos da pectina extraída; e o segundo em que géis da pectina extraída foram produzidos e avaliados quanto ao efeito do pH, concentração de pectina e concentração de sacarose no gel nas propriedades gelificantes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAROÇO, R. F. et al. Analysis and model-based optimization of a pectin extraction process. **Journal of Food Engineering**, 2019. v. 244, n. October 2017, p. 159–169. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.09.016>>.

CHRISTIAENS, S. et al. Pectin characterisation in vegetable waste streams: A starting point for waste valorisation in the food industry. **LWT - Food Science and Technology**, 2015. v. 61, n. 2, p. 275–282. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2014.12.054>>.

INADA, K. O. P. et al. Screening of the chemical composition and occurring antioxidants in jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) and jussara (*Euterpe edulis*) fruits and their fractions. **Journal of Functional Foods**, 2015. v. 17, p. 422–433. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jff.2015.06.002>>.

LUPI, F. R. et al. Rheological investigation of pectin-based emulsion gels for pharmaceutical and cosmetic uses. **Rheologica Acta**, 2015. v. 54, n. 1, p. 41–52.

MAY, C. D. Industrial Pectins : Sources , Production and Applications. 1990. v. 12, n. January 1989, p. 79–99.

MIRANDA, B. M. et al. A galactose-rich heteropolysaccharide extracted from “jaboticaba” (*Plinia cauliflora*) peels. **Carbohydrate Polymers**, 2020. v. 249.

MORALES, P. et al. Non-fermented and fermented jaboticaba (*Myrciaria cauliflora* Mart.) pomaces as valuable sources of functional ingredients. **Food Chemistry**, 2016. v. 208, p. 220–227. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.04.011>>.

MÜLLER-MAATSCH, J. et al. Pectin content and composition from different food waste streams in memory of Anna Surribas, scientist and friend. **Food Chemistry**, 2016. v. 201, p. 37–45. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.01.012>>.

MUNARIN, F.; TANZI, M. C.; PETRINI, P. Advances in biomedical applications of pectin gels. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2012. v. 51, n. 4, p. 681–689. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2012.07.002>>.

SAITO, T. et al. Jabuticaba (*Myrciaria cauliflora*) peel extract increases bioactive compounds in petit-suisse cheese. *International Food Research Journal*, 2019. v. 26, n. 1, p. 277–285.

YOO, S. H. et al. Structural Characteristics of Pumpkin Pectin Extracted by Microwave Heating. *Journal of Food Science*, 2012. v. 77, n. 11, p. 1169–1173.

ARTIGO I: EXTRAÇÃO DA PECTINA DE CASCA DE JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): OTIMIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL.

Resumo

A otimização e modelagem do processo de extração da pectina contida na casca da jabuticaba (*Plinia cauliflora*), bem como a caracterização da pectina extraída foram realizadas. O delineamento Box-Behnker foi utilizado para avaliar o efeito do pH (1, 2, 3), tempo (20, 30, 40 min) e temperatura de extração (70, 80, 90 °C) no rendimento e teor de ácido galacturônico (TAG) da pectina extraída com ácido nítrico (1 M). A caracterização da composição centesimal da matéria-prima (casca da jabuticaba *in natura*) foi obtida, resultando em umidade de 79,90%; cinzas de 0,64%; lipídeos de 0,20%; proteínas de 4,10%; carboidratos de 15,49% e pH 3,25. O rendimento da extração da pectina proveniente da casca de jabuticaba desidratada variou entre 3,20 e 10,60% e aumentou, dentro dos níveis estudados, em condições de baixo pH e maiores níveis de tempo e temperatura. O TAG variou entre 2,25 e 56,77% e aumentou, dentro dos níveis estudados, em altas condições de pH e tempo e em um pico máximo de temperatura próximo a 80 °C. As condições otimizadas para a extração foram pH 1, tempo de 20 min e temperatura de 90 °C, resultando em um rendimento de 10,51% e TAG de 35,66%. A pectina extraída é classificada como de alto teor de metoxilação por apresentar o grau de esterificação de 53,04%. A jabuticaba se mostrou uma alternativa promissora para extração de pectina, tendo seu rendimento, teor de ácidos galacturônicos e grau de metoxilação semelhante às outras fontes alternativas propostas pela literatura.

Palavras chaves: polissacarídeos, superfície de resposta, pectina, jabuticaba.

ARTICLE 1. EXTRACTION OF PECTIN FROM JABUTICABA (*Plinia Cauliflora*) PEEL: OPTIMIZATION AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION.

Abstract

The objective of this work was to optimize and model the extraction of pectin contained in the jabuticaba peel, as well as to characterize the extracted pectin regarding yield, galacturonic acid content and degree of esterification. Box-Behnker experimental design was used to evaluate the effect of pH (1, 2, 3), time (20, 30, 40 min) and extraction temperature (70, 80, 90°C) on the yield and galacturonic acid (TAG) content of pectin extracted with nitric acid. The characterization of the composition of the raw material (jabuticaba peel in natura) was performed, resulting in moisture of 79.90%; ash of 0.64%; lipids of 0.20%; proteins of 4.10%; carbohydrates of 15.49% and pH 3.25. The extraction yield ranged from 3.20 to 10.60% and increased, within the levels studied, at low pH and high levels of time and temperature. TAG ranged from 2.25 to 56.77% and increased, within the levels studied, at high pH and time conditions and a maximum peak temperature of 80°C. The optimized conditions for extraction were pH 1, time 20 min and temperature 90°C, resulting in a yield of 10.51% and TAG of 35.66%. The extracted pectin is of high methoxylation content as the degree of esterification found was 53.04%. The jabuticaba fruit proved to be a viable alternative for pectin extraction, having its yield, galacturonic acid content and degree of methoxylation similar to other alternative sources proposed in the literature.

Keywords: polysaccharides, response surface, pectin, jabuticaba.

1. INTRODUÇÃO

As pectinas são um grupo heterogêneo de polissacarídeos que se encontram nas paredes celulares primárias e na lamela média das plantas superiores. Estruturalmente, elas são compostas por um domínio linear denominado homogalacturonano (HG), e dois domínios ramificados denominados ramnogalacturonano I (RG-I) e ramnogalacturonano II (RG-II). O HG é o domínio mais abundante, sendo composto por unidades de ácido D-galacturônico que podem estar esterificados (metoxilados e/ou acetilados) em alguns pontos da cadeia (MORRIS et al., 2010). A alta funcionalidade tecnológica aumenta o potencial de aplicação desse polissacarídeo, sendo que na indústria de alimentos a pectina exerce função de agente gelificante, espessante e estabilizante (NASCIMENTO, G. E. Do et al., 2016).

As fontes mais utilizadas para obtenção da pectina comercial são as cascas de frutas cítricas e o bagaço de maçã. No entanto, outras fontes têm sido consideradas devido à procura e interesse crescente em valorizar vias alternativas para obter pectinas com diferentes propriedades funcionais (DRANCA; OROIAN, 2018), conforme observado nos seguintes estudos que utilizaram fontes alternativas para obtenção de pectina, sendo elas tomate (MORALES-CONTRERAS et al., 2018), polpa de café (REICHEMBACH; OLIVEIRA PETKOWICZ, DE, 2020), mexerica (COLODEL et al., 2018), cenoura (SUCHETA; MISRA; YADAV, 2020), chuchu (KE et al., 2020), jaca (SUNDARRAJ; THOTTIAM VASUDEVAN; SRIRAMULU, 2018), caqui (JIANG, Y. et al., 2020), berinjela (KAZEMI; KHODAIYAN; HOSSEINI, 2019), batata (YANG; MU; MA, 2019), beterraba (GUO et al., 2016), melancia (PETKOWICZ; VRIESMANN, L. C.; WILLIAMS, 2017).

Nesse contexto, a jabuticaba deve ser considerada, por apresentar polissacarídeos em sua parede celular, sobretudo pectina, que contribuem para aumentar a viscosidade do meio. Somado a isso, a jabuticaba é rica em compostos ativos como polifenólicos e antocianinas, sendo este último responsável pelas cores atraentes da fruta (ALBUQUERQUE et al., 2020; DONADO-PESTANA et al., 2018; WU, C. C. et al., 2016). Desta forma, a fruta apresenta características tecnológicas e sensoriais que vêm atraindo sua utilização como ingrediente pela indústria de alimentos.(ALBUQUERQUE et al., 2020; MIRANDA et al., 2020).

No entanto, o elevado teor de água e açúcares contribui para a alta perecibilidade da fruta e prejudica seu potencial de comercialização. Desta forma,o

aproveitamento da casca, um co-produto gerado no consumo e processos, pode agregar valor à fruta e reduzir os índices de perdas. Para a jabuticaba, a casca e semente constituem, em média, 40% do peso total das frutas, com algumas variações conforme a espécie (INADA et al., 2015).

No processo de extração, o rendimento e a qualidade da pectina são influenciados pelo pH, a temperatura e o método de extração (WANG et al., 2007). A otimização da extração de polissacarídeos da casca da jabuticaba foi estudada por MIRANDA et al. (2020) e CAGNIN et al. (2020). Miranda et al. (2020) otimizaram a extração de heteropolissacarídeos de casca de jabuticaba” (*Plinia cauliflora*) em função apenas do rendimento e encontraram as melhores condições de extração utilizando ácido nítrico a 90 °C por 30 min em pH 1,0, resultando em um rendimento de 32,32%, a partir da amostra liofilizada. Cagnin et al. (2020) otimizaram a extração da pectina da jabuticaba (*Myrciaria jaboticaba* Berg.) em função do rendimento, teor de ácido galacturônico, grau de esterificação, teor de pectina e açúcares neutros. O teor de pectina foi quantificado por titulação e as variáveis respostas foram determinadas a partir da modelagem dos dados. O melhor desempenho foi verificado utilizando ácido cítrico 0,75 mol/L a 70 °C em um tempo inferior a 75 min, obtendo um rendimento de 66,12%. No entanto, o trabalho de Cagnin não determinou o teor de ácido galacturônico experimentalmente. O ácido galacturônico é o principal componente da estrutura da pectina e, a variabilidade na estrutura da pectina determinam suas propriedades físicas e tecnológicas contribuindo para o interesse comercial deste polissacarídeo (DRANCA; OROIAN, 2018).

Com base no exposto, existe uma evidência do potencial da jabuticaba como fonte alternativa de obtenção de pectina, o que reduziria o desperdício dessa matriz alimentar e permitiria a obtenção de um aditivo com importante aplicação na indústria de alimentos. No entanto, é necessário expandir as condições de extração, incluindo o teor de ácido galacturônico (TAG), determinado experimentalmente, na variável resposta da modelagem da extração para ampliar o conhecimento da pectina de jabuticaba como ingrediente com função tecnológica. Nesse contexto, o objetivo do trabalho foi otimizar e modelar a extração da pectina contida na casca da jabuticaba avaliando a influência do pH, tempo e temperatura de extração no rendimento e teor de ácido galacturônico dos extratos obtidos, bem como caracterizar a pectina extraída nas condições otimizadas quanto ao teor de ácido galacturônico e grau de esterificação.

2. MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi dividido em três etapas, sendo elas: 1) obtenção e caracterização físico-química da farinha da casca da jabuticaba; 2) otimização da extração da pectina; e 3) caracterização da pectina extraída nas condições otimizadas.

2.1. Material

A matéria-prima, jabuticaba (*Plinia cauliflora*), foi coletada na cidade de Viçosa, em Minas Gerais, Brasil (7.703,630 N 720,570 E). Os frutos que não possuíam injúrias na casca foram sanitizados com água clorada (200ppm/15min) e posteriormente, descascados por meio de despoldadeira (Itametal, modelo Bonina 0,25df). A separação da casca e semente foi realizada manualmente. As cascas foram então armazenadas sob congelamento até utilização.

2.2. Caracterização físico-química da matéria-prima

As análises de umidade, cinzas, proteína e lipídeos foram realizadas conforme Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2010) utilizando a casca da jabuticaba in natura. A determinação do teor de carboidratos foi realizada por diferença como mostra a equação 1.1.

$$CARBOÍDRATOS (\%) = 100 - [UMIDADE(\%) + CINZAS(\%) + PROTEÍNA(\%) + LIPÍDEO(\%)]$$

(Eq. 1.1.)

2.3. Extração da pectina

Os frutos foram liofilizados (modelo) e triturados em liquidificador (Mondial, Turbo Inox L-1000W) para obtenção da farinha que foi utilizada para a extração. A extração da pectina da farinha da casca de jabuticaba ocorreu conforme proposto por Miranda et al. (2020). Primeiramente, 1 g de farinha foi disperso em 30 mL de solução ácida de ácido nítrico (HNO₃) 70%, em um tempo, temperatura e pH estabelecidos pelo delineamento experimental descrito na Tabela 1.1. Em seguida, a amostra foi filtrada à vácuo, o permeado foi refrigerado a 4°C, precipitado com etanol absoluto 1:2 (v/v) e filtrado em um tecido fino de poliéster. O extrato foi então seco a 25 °C por 48 horas e armazenado sob vácuo até sua utilização.

2.4. Delineamento Experimental

O delineamento Box-Behnker com três variáveis independentes foi realizado, uma vez que este delineamento possibilita reduzir o número de pontos experimentais a serem testados e, ainda assim, permite o ajustamento de modelos de regressão.

O efeito de três variáveis independentes (pH da solução, tempo de extração e temperatura) foi estudado em função do rendimento e teor de ácido galacturônico. A metodologia de função desejabilidade foi utilizada para a determinação das condições ótimas de extração. O planejamento completo totalizou em 15 unidades experimentais, sendo 13 tratamentos e 3 repetições do ponto central. As variáveis independentes, bem como os níveis de cada uma estão determinadas na Tabela 1.1

Tabela 1.1 – Variáveis independentes e seus níveis usando o delineamento Box-Behnker na otimização da extração da pectina da casca da jabuticaba.

Fatores	Códigos	Níveis		
		-1	0	-1
pH	X ₁	1	2	3
Tempo (min)	X ₂	20	30	40
Temperatura (°C)	X ₃	70	80	90

2.5. Rendimento e teor de ácidos galacturônicos

O rendimento da extração foi calculado por meio da equação 1.2.

$$RENDIMENTO (\%) = \frac{m_s}{m_i} \times 100$$

(Eq. 1.2)

Em que: m_s – massa de pectina seca (g); m_i – massa de farinha de casca de jabuticaba utilizada para a extração (g).

O teor de ácido galacturônico foi determinado por meio de espectrofotometria de acordo com o proposto por BLUMENKRANTZ; ASBOE-HANSEN, 1973. O extrato de pectina foi disperso em água deionizada na concentração de 1mg/mL. Uma alíquota de 400µL foi coletada em um tubo de ensaio e acrescida de 40µL de sulfamato de potássio para hidrólise dos polissacarídeos. O conjunto foi agitado em vórtex por 5 segundos. Posteriormente, 2,4mL de solução de tetraborato de sódio 0,0125M em ácido sulfúrico (98%) foi adicionada na amostra e o conjunto foi

novamente agitado em vórtex por 5 segundos. Em seguida, as amostras foram submetidas ao aquecimento em banho-maria a 90°C por 20 minutos e resfriadas em banho de gelo por 10 minutos. Após atingir a temperatura ambiente, 40µL do reagente colorimétrico meta-hidroxidifenol foi adicionado aos tubos, que foram então agitados em vórtex por 5 segundos. Por fim, a absorvância das amostras a 520nm foi determinada 10 minutos depois da adição do reagente por meio da coloração rosada provocada pelo reagente. A curva padrão foi obtida a partir de soluções padrão de ácido galacturônico em diferentes concentrações (0,2–1 mg/mL).

2.6. Caracterização estrutural da pectina extraída em condições otimizadas

As pectinas extraídas nas condições otimizadas pelo estudo foram caracterizadas quanto ao teor de ácido galacturônico e grau de esterificação. A determinação do teor de ácido galacturônico foi feita utilizando a metodologia descrita no item 2.5.

O grau de esterificação foi analisado conforme relatado por MUÑOZ-ALMAGRO et al. (2017) por meio da metodologia de espectroscopia de infravermelho com transformação de Fourier (FTIR) em uma ampla faixa de frequências de 400 a 4000 cm⁻¹ e com resolução de 4 cm⁻¹. O grau de esterificação foi calculado como a área do pico em 1747 cm⁻¹ (COO-R) sobre a soma das áreas dos picos de 1632 cm⁻¹ (COO-) e 1747 cm⁻¹ (COO-R).

2.7. Análise estatística

As análises estatísticas foram realizadas no software *statistica*, versão 10, utilizando análise de regressão a 10% de significância para avaliar o efeito dos fatores (pH, tempo de extração e temperatura) no rendimento e teor de ácido galacturônico das pectinas da casca da jabuticaba. A metodologia de superfície de resposta e função desejabilidade foi utilizada para determinar as condições ótimas de extração. O modelo de regressão quadrático com interação (Eq. 1.3) foi o utilizado e o teste t student testou a significância dos coeficientes do modelo.

$$Y_{ijk} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_1^2 + \beta_5 X_2^2 + \beta_6 X_3^2 + \beta_7 X_1 X_2 + \beta_8 X_1 X_3 + \beta_9 X_2 X_3 + \varepsilon_{ijk}$$

(Eq. 1.3)

Em que, Y_{ijk} se refere a variável resposta, X_1 representa o pH, X_2 se refere ao tempo (min), X_3 representa a temperatura ($^{\circ}\text{C}$), β_0 é o coeficiente constante da regressão, β_1 representa o coeficiente do termo linear do pH, β_2 representa o coeficiente do termo linear do tempo, β_3 se refere ao coeficiente do termo linear da temperatura, β_4 representa o coeficiente do termo quadrático do pH, β_5 representa o coeficiente do termo quadrático do tempo, β_6 se refere ao coeficiente do termo quadrático da temperatura, β_7 é o coeficiente da interação entre os termos lineares do pH e tempo, β_8 representa o coeficiente da interação entre os termos lineares pH e temperatura, β_9 se refere ao coeficiente da interação entre os termos lineares tempo e temperatura e ε_{ijk} é o erro da regressão associado ao valor observado de Y.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização físico-química da matéria-prima

A caracterização físico-química da casca da jabuticaba *in natura* (Tabela 1.2) foi realizada para avaliar a qualidade da matéria-prima utilizada na extração, e investigar o potencial deste co-produto como fonte de nutrientes e possíveis aplicações tecnológicas. Além disso, a determinação da composição físico-química da matéria-prima assegura a reprodutibilidade do rendimento de extração e do teor de ácido galacturônico.

Tabela 1.2 – Caracterização físico-química da casca da jabuticaba (base úmida).

Parâmetro	Média (Desvio Padrão)
Umidade (%)	79,90 \pm 0,48
Cinzas (%)	0,64 \pm 0,05
Lipídeos (%)	0,20 \pm 0,03
Proteínas (%)	4,10 \pm 0,02
Carboidratos (%)	15,49 \pm 0,43
pH	3,25 \pm 0,01

Como pode ser observado na Tabela 1.2, os valores de umidade, lipídeos, proteínas e carboidratos encontrados nesse estudo corroboram com àqueles determinados por SILVA et al. (2017), que encontraram 77,13%, 0,45%, 4,05% e 15,46% para os mesmos parâmetros, respectivamente. Em relação ao teor de cinzas e ao pH, o estudo de DESSIMONI-PINTO et al. (2011) obteve resultados semelhantes de 0,54% e 3,25, respectivamente. MIRANDA et al. (2020) encontraram valores próximos aos deste estudo, para os parâmetros de umidade (74,8%) e proteínas

(4,5%). Pode-se observar que a casca de jabuticaba avaliada possui composição centesimal semelhante à de outros estudos já realizados citados acima.

3.2. Extração da pectina

O rendimento (%) da extração da pectina contida na casca da jabuticaba e o teor de ácidos galacturônicos em função do pH, do tempo e da temperatura de extração são mostradas na Tabela 1.3.

Tabela 1.3 – Rendimento do processo de extração e do teor de ácidos galacturônicos da pectina contida na casca da jabuticaba.

Tratamento	pH	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Rendimento (%)	Teor de ácidos galacturônicos (%)
1	2	40	90	7,65	2,25
2	3	20	80	3,20	56,77
3	1	40	80	7,80	24,75
4	1	30	70	3,05	14,09
5	2	40	70	4,72	36,74
6	2	20	70	3,47	4,14
7	1	30	90	10,60	29,74
8	2	20	90	4,95	43,95
9	3	30	90	6,74	25,55
10	3	30	70	3,85	23,32
11	3	40	80	4,72	51,57
12	1	20	80	6,53	9,05
13	2	30	80	5,13	21,96

Para os parâmetros avaliados, o rendimento variou entre 3,20% e 10,60%, enquanto que o teor de ácido galacturônico variou entre 2,25 e 56,77% (Tabela 1.3). Os valores encontrados são inferiores aos das cascas de frutas cítricas e do bagaço de maçã. Para esses coprodutos, considerados fontes comerciais de pectina, os valores de rendimento variam entre 19,8% e 29,1% e o teor de ácido galacturônico entre 67,14% e 68,88% (DRANCA; OROIAN, 2018).

No entanto, quando comparados a fontes alternativas potenciais como manga e banana, por exemplo, que apresentam teor de ácido galacturônico iguais a 29,35% e 40,2%, respectivamente, a casca de jabuticaba pode ser considerada como fonte alternativa para a extração de pectina (DRANCA; OROIAN, 2018).

Para a extração da pectina de jabuticaba, Cagnin et al., (2020) obteve rendimento e teor de ácido galacturônico que variaram entre 25,50-66,12% e 22,82-65,35%, respectivamente, para pectinas extraídas com ácido cítrico; Enquanto MORENO, L. et al., (2016) obteve rendimento e teor de ácido galacturônico iguais a 4,5% e 69%, respectivamente, utilizando extração ácida com ácido nítrico com concentração 0,1 M. Ambos os estudos utilizaram casca de jabuticaba desidratada, demonstrando que as condições de extração influenciam nas características da pectina obtida (DRANCA; OROIAN, 2018).

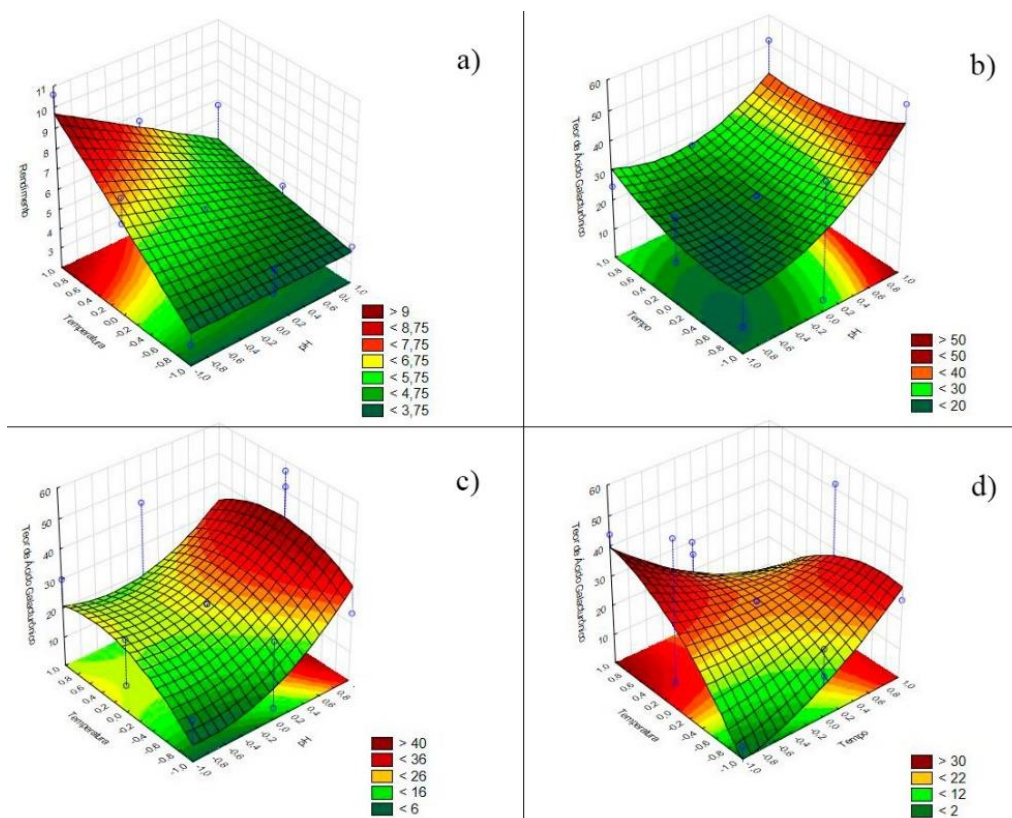
3.3. Avaliação dos efeitos pH, tempo e temperatura de extração no rendimento

Na avaliação do rendimento obtido a partir da otimização da extração, a análise de variância mostrou que os termos lineares de pH, tempo e temperatura e a interação entre pH e temperatura afetaram ($p < 0,10$) a variável resposta ($R^2=0,836$). A partir da análise de regressão foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os parâmetros de extração e o rendimento (Eq. 1.4). A influência da interação entre os fatores pH e temperatura pode ser observada por meio da superfície de resposta representada na Figura 1.1a).

$$Y_1 = 5,4748 - 1,1837X_1 + 0,8428X_2 + 1,8560X_3 - 1,1666X_1X_3 \quad (\text{Eq. 1.1})$$

Em que, Y_1 se refere ao rendimento (%), X_1 representa o pH, X_2 se refere ao tempo (min) e X_3 representa a temperatura ($^{\circ}\text{C}$).

Figura 1.1 – Superfícies de resposta para a influência da interação entre pH e temperatura no rendimento de extração (a); entre pH e tempo no teor de ácidos galacturônicos (TAG) de extração (b); entre pH e temperatura no teor de ácidos galacturônicos (TAG) de extração (c); entre tempo e temperatura no teor de ácidos galacturônicos (TAG) de extração (d).



A figura a.1(a) e os termos do modelo obtido demonstram que o pH exerce uma influência negativa no rendimento, de modo que o rendimento é maior em valores de pH mais baixos. Em condições ácidas, a pectina tende a se liberar com o rompimento da parede celular e se tornar solúvel, resultando em maior quantidade de pectina extraída (HOSSEINI; KHODAIYAN; YARMAND, 2016). Outros autores observaram maiores rendimentos de extração de pectina de diferentes fontes em pH mais baixos (COLODEL et al., 2018; OLIVEIRA et al., 2016). Os fatores tempo e temperatura influenciaram positivamente a variável do rendimento. Altas temperaturas também favorecem a hidrólise de componentes insolúveis da pectina, e um maior tempo de contato entre o ácido e o material vegetal contribui para a migração dos componentes da pectina da parede celular para a solução extratora (HOSSEINI; KHODAIYAN; YARMAND, 2016).

3.4. Avaliação dos efeitos pH, tempo e temperatura de extração no teor de ácidos galacturônicos (TAG)

Já na avaliação do teor de ácidos galacturônicos em função do pH, tempo e temperatura de extração, a análise de variância mostrou que apenas o termo linear do tempo não afetou ($p > 0,10$) a variável resposta ($R^2=0,776$). A partir da análise de regressão foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os parâmetros de extração e o teor de ácidos galacturônicos (Eq. 1.5). A influência das interações entre os fatores pode ser observada por meio da superfície de resposta representada na Figura 1.1.b); 1.1c). 1.1d).

$$Y_2 = 23,2879 + 9,9471X_1 + 8,0745X_1^2 + 4,1711X_2^2 + 4,1509X_3 - 8,1891X_3^2 - 5,2252X_1X_2 - 3,3559X_1X_3 - 16,0745X_2X_3 \quad (\text{Eq. 1.1})$$

Em que, Y_2 se refere ao teor de ácidos galacturônicos (%), X_1 representa o pH, X_2 o tempo (min) e X_3 a temperatura ($^{\circ}\text{C}$).

Os coeficientes representados no modelo da equação 1.5 mostram que os três fatores exerceram uma influência positiva no teor de ácidos galacturônicos, enquanto as interações representam uma influência negativa. A partir da figura 1.1b) e 1.1c) pode-se observar que os maiores valores de pH e do tempo aumentam o TAG, enquanto a temperatura apresenta um ponto máximo para o TAG. A existência deste ponto de inflexão está relacionada aos termos quadráticos significativos do modelo obtido e descrito na equação 1.5. Na Figura 1.1d) há a existência de um ponto de sela na interação entre tempo e temperatura, indicando que há a existência de um ponto de máximo e de mínimo simultaneamente. Este comportamento pode ser explicado por uma combinação de dois fenômenos que ocorrem durante a extração da pectina em condições ácidas e de alta temperatura: a liberação dos resíduos de açúcares como um produto da hidrólise da pectina (que contribui para o TAG) e sua consequente degradação pela continuidade do ambiente ácido e do calor (GARNA et al., 2004).

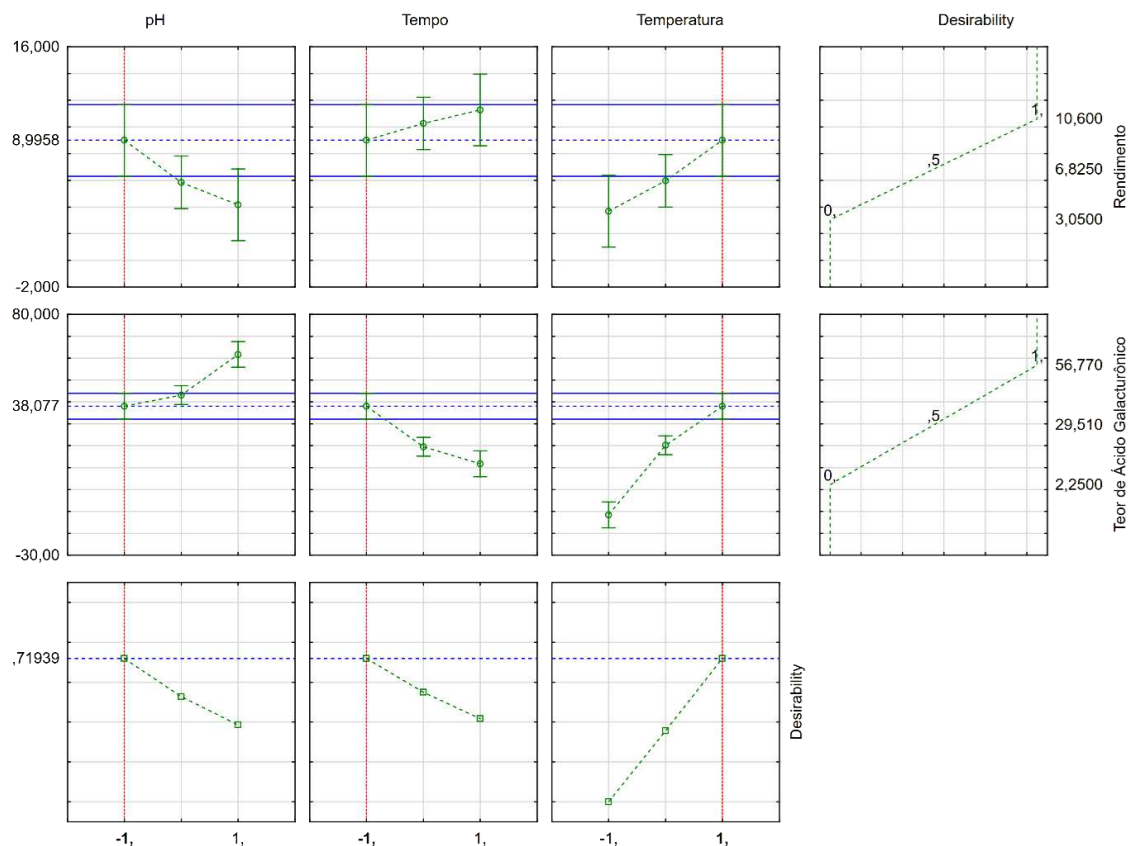
De fato, diferentes conclusões foram apresentadas para o conteúdo de ácido galacturônico em função das condições de extração de pectina de diversas matérias-primas, provavelmente devido à predominância de um ou outro desses dois fenômenos (OLIVEIRA, 2016). COLODEL et al. (2018), ao otimizar a extração ácida

de pectina de mexerica observaram que o aumento do tempo reduziu o teor de ácido galacturônico. OLIVEIRA et al. (2016) também obtiveram pontos de inflexão na influência da temperatura, tempo e pH no teor de ácido galacturônico da pectina de casca de banana, de modo que o aumento da temperatura e tempo e a diminuição do pH proporcionou um aumento no teor de AG. No estudo de CHAN; CHOO (2013), o tempo de extração crescente resultou em maior teor de ácido galacturônico, enquanto que o aumento da temperatura teve efeito negativo no teor de ácido galacturônico.

3.5. Otimização da extração da pectina da jabuticaba

A função desejabilidade foi utilizada para encontrar as melhores condições de extração para o rendimento e o teor de ácido galacturônico, simultaneamente (Figura 1.2). Na figura é possível observar a influência do pH (coluna 1), tempo (coluna 2) e temperatura (coluna 3) no rendimento (linha 1) e teor de ácido galacturônico (linha 2). Os resultados apontados pela função desejabilidade, demonstrados na linha 3 ($\alpha=10\%$), sugerem que o processo de extração da pectina da casca da jabuticaba deve acontecer na seguinte condição experimental: menor nível do fator pH (pH 1), maior nível do fator temperatura de (temperatura 90°C) e menor nível do fator tempo (tempo de 20 minutos). As condições ótimas implicam em um rendimento que varia entre 6,83% e 10,84% e o teor de ácido galacturônico entre 30,68% e 40,83%. Os resultados encontrados nesse estudo são similares a outros estudos com fontes alternativas de proteína, como manga (rendimento de 17,16% e TAG de 29,35%) e banana (rendimento de 9% e TAG de 40,2%) (DRANCA; OROIAN, 2018).

Figura 1.2 – Função desejabilidade do rendimento e teor de ácido galacturônico da pectina extraída da casca da jabuticaba em função do pH, tempo e temperatura de extração.



3.6. Caracterização da pectina extraída em condições otimizadas.

Os resultados referentes à pectina contida na casca da jabuticaba extraída nas condições otimizadas (pH 1, 90°C, 20 min) em termos de rendimento, teor de ácidos galacturônicos e grau de esterificação estão descritos na Tabela 1.4.

Tabela 1.4 – Caracterização da pectina contida na casca da jabuticaba extraída nas condições otimizadas.

Parâmetro	Resultados experimentais	Resultados preditos*
Rendimento (%)	10,51%	8,83 ± 1,28
Teor de ácido galacturônico (%)	35,66%	35,75 ± 3,79
Grau de esterificação (%)	53,04%	-

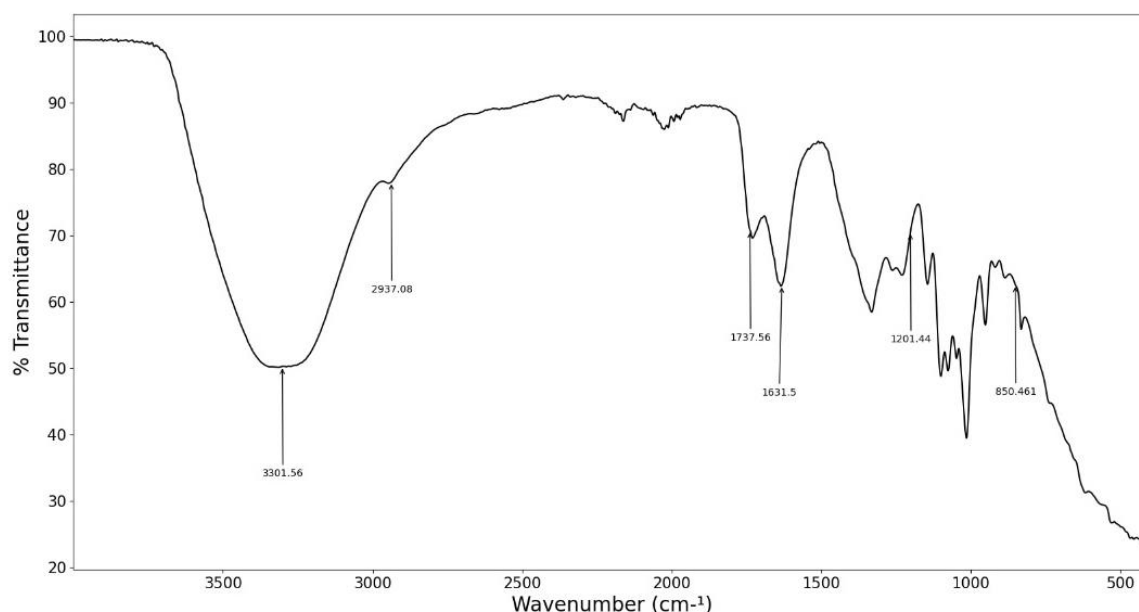
*Resultados representados por seus valores médios e ± desvio padrão.

Os valores de rendimento e teor de ácido galacturônico da condição otimizada estão em conformidade com os modelos propostos no item 3.5 que predizem valores de 8,83% e 35,75%, respectivamente. O grau de esterificação encontrado pela análise de FTIR está acima de 50% e, portanto, a pectina extraída se enquadra como pectina com alto teor de metoxilação (ATM). O grau de esterificação da pectina da casca de jabuticaba superior a 50% também foi relatado por MORENO, L. et al. (2016) em 67%.

O grau de esterificação da pectina implica em suas propriedades tecnológicas e físicas, como a tensão superficial, capacidade emulsificante e gelificante. Isso porque pectinas com um grau de esterificação > 50% forma géis em baixo pH e altas concentrações de açúcar, enquanto que a pectina com grau de esterificação abaixo desse nível necessita da reação entre os ácidos carboxílicos não esterificados e o cálcio para formarem estruturas conhecidas como egg box e gelificar (DRANCA; OROIAN, 2018).

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) mede a absorção das ligações intramoleculares e intermoleculares das moléculas na faixa de frequência do infravermelho médio, correlacionando-a com a composição química (estrutural) da amostra que está sendo analisada. Portanto, FTIR, é um método analítico rápido e não destrutivo que pode ser empregado para uma série de aplicações analíticas complexas (KULIGOWSKI et al., 2012). O espectro de FTIR para a pectina está representado na Figura 1.3.

Figura 1.3 – Espectro FTIR de pectina contida na casca da jabuticaba e extraída em pH 1, tempo de 20 minutos e temperatura de 90°C.



A partir do espectro da Figura 1.3 pode-se observar a primeira faixa de absorção na região 3300 - 3500 cm^{-1} , que segundo SILVERSTEIN; BASSLER; MORRILL, 1992, corresponde ao grupamento O-H. Na estrutura da pectina, as hidroxilas estão relacionadas às ligações de hidrogênio inter e intramoleculares localizadas na cadeia principal de ácido galacturônico. O pico entre 2850 e 3000 cm^{-1} foi atribuído aos modos vibracionais de estiramento e flexão de grupos CH, CH₂ e CH₃ (CHEN et al., 2014). A faixa em torno de 1740 cm^{-1} está atrelada a vibração dos grupos carboxílicos esterificados, enquanto a intensidade próxima a 1630 cm^{-1} é devido à vibração dos grupos carboxílicos não esterificados (MANRIQUE; LAJOLO, 2002). Os picos existentes entre 1200-850 cm^{-1} são provenientes de vibrações C-O, C-C, estruturas de anéis, que são característicos de polissacarídeos. A proximidade entre estes picos dificultam a identificação (SZYMANSKA-CHARGOT; ZDUNEK, 2013). No entanto, faixas intensas entre 1000-1150 cm^{-1} representam um alto conteúdo da região homogalacturonano na pectina (SANTOS et al., 2020).

4. CONCLUSÃO

A casca de jabuticaba mostrou um conteúdo de pectina, a qual foi obtida a partir da extração ácida utilizando ácido nítrico de modo que, dentro dos níveis estudados, o maior rendimento encontrado foi em condições de baixo pH e maiores valores de

tempo e temperatura, enquanto que o maior teor de ácido galacturônico foi obtido em elevadas condições de tempo e pH e em um pico de temperatura máxima em torno de 80°C.

As condições otimizadas de extração foram pH 1, tempo de 20 min e temperatura de 90°C, obtendo um rendimento de 10,51% e teor de ácido galacturônico de 35,66%. A pectina extraída se classifica como pectina de alto teor de metoxilação por apresentar grau de esterificação de 53.04%. A partir dos resultados obtidos, têm-se uma pectina com potencial de gelificação em condições ácidas e na presença de açúcar, podendo ser aplicada em estruturas alimentares, cosméticas e farmacêuticas, uma vez que o rendimento e o teor de ácido galacturônico encontrado se assemelham a diferentes matérias-primas utilizadas como fontes alternativas de pectina e com potencial de utilização na indústria.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

(AOAC), Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis**. 18. ed. Washington: [s.n.], 2010. V. 18.

ALBUQUERQUE, B. R. et al. Jaboticaba residues (*Myrciaria jaboticaba* (Vell.) Berg) are rich sources of valuable compounds with bioactive properties. **Food Chemistry**, 2020. v. 309, n. October 2019, p. 125735. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125735>>.

BLUMENKRANTZ, N.; ASBOE-HANSEN, G. New method for quantitative determination of uronic acids. *Analytical Biochemistry*, 1973. v. 54, n. 2, p. 454–489.

CAGNIN, C. et al. Utilization of the co-product of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba* Berg.) for pectin extraction. **Research, Society and Development**, 2020. v. 9, n. 6, p. e25963453.

CHAN, S. Y.; CHOO, W. S. Effect of extraction conditions on the yield and chemical properties of pectin from cocoa husks. **Food Chemistry**, 2013. v. 141, n. 4, p. 3752–3758. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.06.097>>.

CHEN, Y. et al. Pectin from *Abelmoschus esculentus*: Optimization of extraction and rheological properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, 2014. v. 70, p. 498–505. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.07.024>>.

COLODEL, C. et al. Extraction of pectin from ponkan (*Citrus reticulata* Blanco cv. Ponkan) peel: Optimization and structural characterization. **International Journal of Biological Macromolecules**, 2018. v. 117, p. 385–391.

DESSIMONI-PINTO, N. A. V. et al. Jaboticaba peel for jelly preparation: an alternative technology. **Food Science and Technology (Campinas)**, 2011. v. 31, n. 4, p. 864–869.

DONADO-PESTANA, C. M. et al. Polyphenols from Brazilian native Myrtaceae fruits and their potential health benefits against obesity and its associated complications. **Current Opinion in Food Science**, 2018. v. 19, p. 42–49. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cofs.2018.01.001>>.

DRANCA, F.; OROIAN, M. Extraction, purification and characterization of pectin from alternative sources with potential technological applications. **Food Research International**, 2018. v. 113, n. June, p. 327–350. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.06.065>>.

GARNA, H. et al. New Method for a Two-Step Hydrolysis and Chromatographic Analysis of Pectin Neutral Sugar Chains. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2004. v. 52, p. 4652–4659.

GUO, X. et al. Stepwise ethanolic precipitation of sugar beet pectins from the acidic extract. **Carbohydrate Polymers**, 2016. v. 136, p. 316–321. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.09.003>>.

HOSSEINI, S. S.; KHODAIYAN, F.; YARMAND, M. S. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sour orange peel and its physicochemical properties. **Carbohydrate Polymers**, 2016. v. 140, p. 59–65. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.12.051>>.

INADA, K. O. P. et al. Screening of the chemical composition and occurring antioxidants in jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) and jussara (*Euterpe edulis*) fruits and their fractions. **Journal of Functional Foods**, 2015. v. 17, p. 422–433. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jff.2015.06.002>>.

JAFARI, F. et al. Pectin from carrot pomace: Optimization of extraction and physicochemical properties. **Carbohydrate Polymers**, 2017. v. 157, p. 1315–1322. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.11.013>>.

JIANG, Y. et al. Pectin extracted from persimmon peel: A physicochemical characterization and emulsifying properties evaluation. **Food Hydrocolloids**, 2020. v. 101.

KAZEMI, M.; KHODAIYAN, F.; HOSSEINI, S. S. Eggplant peel as a high potential source of high methylated pectin: Ultrasonic extraction optimization and

characterization. **Lwt**, 2019. v. 105, p. 182–189. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.01.060>>.

KE, J. et al. Optimization, characterization and rheological behavior study of pectin extracted from chayote (*Sechium edule*) using ultrasound assisted method. **International Journal of Biological Macromolecules**, 2020. v. 147, p. 688–698. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.01.055>>.

KULIGOWSKI, J. et al. An infrared spectroscopic tool for process monitoring: Sugar contents during the production of a depilatory formulation. **Talanta**, 2012. v. 99, p. 660–667. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2012.06.072>>.

MANRIQUE, G. D.; LAJOLO, F. M. FT-IR spectroscopy as a tool for measuring degree of methyl esterification in pectins isolated from ripening papaya fruit. **Postharvest Biology and Technology**, 2002. v. 25, n. 1, p. 99–107.

MIRANDA, B. M. et al. A galactose-rich heteropolysaccharide extracted from “jaboticaba” (*Plinia cauliflora*) peels. **Carbohydrate Polymers**, 2020. v. 249.

MORALES-CONTRERAS, B. E. et al. Pectin from Husk Tomato (*Physalis ixocarpa* Brot.): Rheological behavior at different extraction conditions. **Carbohydrate Polymers**, 2018. v. 179, n. July 2017, p. 282–289. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.097>>.

MORENO, L. et al. Extraction and characterization of pectic substances in *Myrciaria cauliflora* (Jaboticaba sabará) fruit. **Revista Stricto Sensu**, 2016. v. 1, n. 1, p. 1–11.

MORRIS, G. A. et al. Physical characterisation of the rhamnogalacturonan and homogalacturonan fractions of sugar beet (*Beta vulgaris*) pectin. **Carbohydrate Polymers**, 2010. v. 82, n. 4, p. 1161–1167.

MUÑOZ-ALMAGRO, N. et al. Modification of citrus and apple pectin by power ultrasound: Effects of acid and enzymatic treatment. **Ultrasonics Sonochemistry**, 2017. v. 38, p. 807–819.

NASCIMENTO, G. E. Do et al. Rheological behavior of high methoxyl pectin from the pulp of tamarillo fruit (*Solanum betaceum*). **Carbohydrate Polymers**, 2016. v. 139, p. 125–130. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.11.067>>.

OLIVEIRA, T. Í. S. et al. Optimization of pectin extraction from banana peels with citric acid by using response surface methodology. **Food Chemistry**, 2016. v. 198, p. 113–118. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.08.080>>.

PETKOWICZ, C. L. O.; VRIESMANN, L. C.; WILLIAMS, P. A. Pectins from food waste: Extraction, characterization and properties of watermelon rind pectin. **Food Hydrocolloids**, 2017. v. 65, p. 57–67.

REICHEMBACH, L. H.; OLIVEIRA PETKOWICZ, C. L. DE. Extraction and characterization of a pectin from coffee (*Coffea arabica* L.) pulp with gelling properties. **Carbohydrate Polymers**, 2020. v. 245, n. June, p. 116473. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116473>>.

SANTOS, E. E. et al. Extraction of pectin from agroindustrial residue with an ecofriendly solvent: use of FTIR and chemometrics to differentiate pectins according to degree of methyl esterification. **Food Hydrocolloids**, 2020. v. 107, n. December 2019.

SILVA, L. A. et al. Pulp and peel jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba* (Vell.) Berg) composition and preparation of jelly added fiber. **Brazilian Journal of Surgery and Clinical Research**, 2017. v. 17, p. 32–37.

SILVERSTEIN, R. M.; BASSLER, G. C.; MORRILL, T. C. Spectrometric Identification of Organic Compounds. **Magnetic Resonance In Chemistry**, 1992. v. 30, p. 364.

SUCHETA; MISRA, N. N.; YADAV, S. K. Extraction of pectin from black carrot pomace using intermittent microwave, ultrasound and conventional heating: Kinetics, characterization and process economics. **Food Hydrocolloids**, 2020. v. 102, p. 105592. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105592>>.

SUNDARRAJ, A. A.; THOTTIAM VASUDEVAN, R.; SRIRAMULU, G. Optimized extraction and characterization of pectin from jackfruit (*Artocarpus integer*) wastes using response surface methodology. **International Journal of Biological Macromolecules**, 2018. v. 106, p. 698–703. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.08.065>>.

SZYMANSKA-CHARGOT, M.; ZDUNEK, A. Use of FT-IR Spectra and PCA to the Bulk Characterization of Cell Wall Residues of Fruits and Vegetables Along a Fraction Process. **Food Biophysics**, 2013. v. 8, n. 1, p. 29–42.

WU, C. C. et al. *Myrciaria cauliflora* extracts attenuate diabetic nephropathy involving the Ras signaling pathway in streptozotocin/nicotinamide mice on a high fat diet. **Journal of Food and Drug Analysis**, 2016. v. 24, n. 1, p. 136–146. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jfda.2015.10.001>>.

YANG, J. S.; MU, T. H.; MA, M. M. Optimization of ultrasound-microwave assisted acid extraction of pectin from potato pulp by response surface methodology and its

characterization. **Food Chemistry**, 2019. v. 289, n. July 2018, p. 351–359. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.027>>.

2. ARTIGO 2: MODELAGEM E OTIMIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES GELIFICANTES DA PECTINA EXTRAÍDA DA CASCA DE JABUTICABA (*Plinia cauliflora*).

Resumo

A modelagem e otimização das propriedades gelificantes da pectina de alta metoxilação (54%) extraída da casca da jabuticaba (ácido nítrico 70%, pH 1, 20 min, 90 °C) foi realizada. O delineamento Box-Behnker foi utilizado para avaliar o efeito do pH (1,2; 1,5 e 1,8), concentração de pectina (1, 2 e 3% m/v) e concentração de sacarose (55, 60, 65% m/v) nas propriedades gelificantes: tensão crítica (σ_c), tangente de fase ($\tan \delta$), constante de coordenação z e porcentagem de recuperação da deformação (% REC). Testes de varredura de tensão (0,01 a 10 Pa), varredura de frequência (0,1-100 Hz), varredura de temperatura (25-85 °C) e teste de fluência e recuperação foram realizados a fim de determinar o comportamento reológico. Análise instrumental da cor classificou os tratamentos em géis escuros e avermelhados. Todos os tratamentos apresentaram comportamento de gel ($\tan \delta < 1$) nas análises reológicas realizadas. O modelo lei da potência explicou os dados da varredura de frequência, enquanto o modelo Jeffreys foi o escolhido para se ajustar aos dados de fluência. Altas concentrações de pectina e concentrações médias de sacarose, mantendo o pH 1,2 maximizaram σ_c , z , e % REC e minimizaram $\tan \delta$, resultando assim em géis mais fortes. A condição ótima para a gelificação da pectina foi obtida pela função desejabilidade e corresponde a pH 1,2, concentração de pectina 3% (m/v) e concentração de sacarose 60% (m/v). A pectina da jabuticaba demonstrou ter função gelificante, sendo capaz de formar géis em todas as condições estudadas, apresentando, portanto, potencial para aplicação nas indústrias de alimentos, farmacêutica e de cosméticos.

Palavras chaves: gel alimentar, superfície de resposta, jabuticaba.

Article 2: MODELING AND OPTIMIZATION OF THE GELLING PROPERTIES OF PECTIN EXTRACTED FROM JABUTICABA PEEL (*Plinia cauliflora*).

Abstract

Modeling and optimization of the gelling properties of high methoxylation pectin (54%) extracted from jabuticaba peel (70% nitric acid, pH 1, 20 min, 90°C) was performed. Box-Behnker design was used to evaluate the effect of pH (1; 1.2 and 1.8), pectin concentration (1, 2 and 3% m/V) and sucrose concentration (55, 60, 65% m/V) on gelling properties: critical stress (σ_c), phase tangent ($\tan \delta$), coordination constant z and percent strain recovery (%REC). Stress sweep (0.01 to 10Pa), frequency sweep (0.1-100Hz), temperature sweep (25-85°C) and creep and recovery tests were performed in order to determine the rheological behavior. Instrumental color analysis classified the treatments into dark and reddish gels. All treatments showed gel behavior ($\tan \delta < 1$). The power law model explained the frequency sweep data well, while the Jeffreys model was chosen to fit the creep data. High pectin concentrations and medium sucrose concentrations maintaining pH 1 maximized σ_c , z , and %REC and minimized $\tan \delta$, thus resulting in stronger gels. The optimal condition for pectin gelation was obtained by the desirability function and corresponds to pH 1, pectin concentration 3% m/V, and sucrose concentration 60% m/V. The jabuticaba pectin proved to have a gelling agent function, being able to form gels in all conditions studied, thus presenting potential for application in food, pharmaceutical and cosmetic industries.

Keywords: food gel, response surface, pectin, jabuticaba fruit.

1. INTRODUÇÃO

Um gel é um estado intermediário entre um sólido e um líquido, e que possui características elásticas e viscosas. Vários alimentos comercializados apresentam a estrutura de gel, tais como: geleias, produtos de confeitaria, sobremesas e produtos à base de frutas e legumes (BANERJEE; BHATTACHARYA, 2012). Além do âmbito alimentar, os géis são comumente empregados como biomateriais em aplicações médicas, farmacêuticas e cosméticas (NAYAK; DAS, 2018).

O uso de polissacarídeos na preparação de géis conferem textura e liberação controlada de compostos bioativos e de drogas farmacêuticas, além de características físicas e sensoriais específicas (ADRIAN; MIHAI; VODNAR, 2019). No entanto, o conhecimento reológico do efeito do tipo de polissacarídeo na formação dos géis é essencial para definir suas aplicações potenciais e fornecer informações para a adequação de processos industriais. Dentre os principais polissacarídeos com propriedades gelificantes tem-se: carragena, mistura de goma xantana e galactomanana, ágar, metilcelulose e pectina (CHEN et al., 2019; OF et al., 2005).

As pectinas são um grupo de polissacarídeos amplamente utilizados ingrediente nas indústrias farmacêutica, cosmética e de alimentos, cumprindo a função tecnológica de agente gelificante, estabilizante, espessante e agente de textura (NASCIMENTO et al., 2016). Além da sua função tecnológica associada a capacidade de gelificação, outros benefícios a saúde foram associados as pectinas, como o controle do nível de colesterol, melhoria das funções gastrointestinais e propriedades preventivas de doenças como diabetes, obesidade, etc (GRONDE et al., 2015).

A capacidade de gelificação das pectinas se dá em função do seu grau de esterificação por grupamentos metil. Pectinas com uma proporção de ácidos carboxílicos esterificados inferior a 50% são classificadas como pectinas de baixo teor de metoxilação (BTM) e tem seu mecanismo de gelificação mediado pela formação de pontes de cálcio entre dois grupos carboxílicos não esterificados, em uma interação descrita por o modelo "caixa de ovos" (AXELOS; THIBAUT, 1991). Já as pectinas com uma proporção de carbonos esterificados superior a 50% são classificadas como pectinas de alto teor de metoxilação (ATM) e tem seu mecanismo de gelificação mediado por uma combinação de interações do tipo ligações de hidrogênio e interações hidrofóbicas entre as moléculas de pectina (OAKENFULL; SCOTT, 1984).

As fontes comerciais de pectina ainda são predominantemente limitadas ao bagaço de maçã e a casca de citros. No entanto, outras fontes vêm sendo consideradas devido à demanda ascendente e ao aumento do interesse em utilizar fontes alternativas para obter pectinas com diferentes propriedades funcionais e físico-químicas (CHRISTIAENS et al., 2015; MÜLLER-MAATSCH et al., 2016).

Nesse contexto, a jabuticaba pode ser uma boa alternativa, uma vez que alguns estudos relatam que a casca da jabuticaba, além de apresentar alta atividade antioxidante e altos teores de compostos fenólicos, também desempenha um papel importante como modificador de textura na fabricação de produtos industrializados. Isto se deve à composição da parede celular por polissacarídeos, como a pectina, que contribuem para aumentar a viscosidade do meio, bem como melhorar características tecnológicas e sensoriais desejadas. Esses aspectos vêm promovendo o interesse da indústria para que a fruta seja utilizada como um aditivo (ALBUQUERQUE et al., 2020; MIRANDA et al., 2020).

Muitos autores estudaram as propriedades gelificantes de pectinas provenientes de diferentes fontes, como COLODEL; VRIESMANN; LUCIA DE OLIVEIRA PETKOWICZ, 2019 que avaliaram as propriedades reológicas da pectina obtida a partir da casca de mexerica e observaram que a gelificação ocorreu a $\text{pH} < 3,5$ e que o gel mais forte foi obtido com 2,5% (p/p) de pectina e 60% (p/p) de sacarose a $\text{pH} 2,5$. MORALES-CONTRERAS et al., 2018 realizaram um estudo reológico para avaliar géis de pectina extraída de resíduos de casca de tomate. As varreduras de frequência revelaram alta dependência de frequência para módulo elástico (G') e módulo viscoso (G''), enquanto as varreduras de temperatura (25- 95 °C) mostraram que os géis de pectina de tomate eram termoestáveis. A caracterização reológica dessas matérias-primas contribuiu para identificar as possíveis aplicações eles como ingredientes em formulações.

A partir da literatura pode-se observar que o método de extração e a fonte de obtenção resultam em pectinas com diferentes características estruturais que interferem nas suas diferentes propriedades tecnológicas. Além disso, o potencial da pectina de jabuticaba como agente gelificante ainda não é esclarecido. Dessa forma, o objetivo do presente estudo foi promover o desenvolvimento e a caracterização reológica dinâmica e de fluência de géis a partir da pectina da casca da jabuticaba, além de modelar e otimizar as propriedades gelificantes do gel formado.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Obtenção da pectina

A obtenção da pectina ocorreu por meio de extração ácida proposta por Miranda et al. (2020). Primeiramente, 1 g de farinha de casca de jabuticaba foi dispersa em 30 mL água e o pH foi ajustado para 1 com a utilização de ácido nítrico (HNO₃) 70%. Em seguida, a solução ácida foi mantida a 90 °C por 20 minutos e filtrada à vácuo. O permeado foi refrigerado a 4 °C, precipitado com etanol absoluto 1:2 (v/v) e filtrado em um tecido fino de poliéster. O extrato péctico foi então seco a 25 °C por 48 horas e armazenado sob vácuo até sua utilização.

Essa condição foi definida por meio da otimização prévia da extração da pectina contida na casca da jabuticaba, avaliando pH, tempo e temperatura de extração em função do rendimento e teor de ácido galacturônico. A pectina extraída e utilizada nesse estudo apresentou 35,66% de ácido galacturônico e um grau de metoxilação 53,04% (Artigo 1). Por se classificar como alto teor de metoxilação (grau de metoxilação > 50%), a gelificação da pectina requer condições ácidas e adição de soluto (sacarose) (CHAN et al., 2017).

2.2. Produção dos géis

Para preparar os géis, as pectinas foram solubilizadas em 20 mL de água destilada e acrescidas de sacarose, de acordo com o delineamento experimental (Item 2.3). Após homogeneização por 30 min, o sistema foi aquecido em banho-maria em ebulição (temperatura aproximada de 100°C) por 15 min. Em seguida, o pH foi ajustado com HNO₃ (1 M), as amostras foram mantidas sob refrigeração a 4°C durante a noite e deixadas em repouso a 25 °C por pelo menos 1 hora antes das análises (COLODEL; VRIESMANN, PETKOWICZ, 2019).

2.3. Delineamento Experimental

A avaliação das propriedades gelificantes dos géis de pectina foi realizada por delineamento Box-Behnker com três variáveis independentes (pH do gel, concentração de pectina e teor de sacarose), gerando 13 tratamentos e 3 repetições do ponto central. Este delineamento possibilita reduzir o número de pontos experimentais a serem testados e, ainda assim, permite o ajuste de modelos de regressão.

As variáveis independentes, bem como os níveis de cada uma estão determinadas na Tabela 2.1. Os níveis de cada fator foram escolhidos a partir de testes experimentais.

Tabela 2.1 – Variáveis independentes e seus níveis usando o delineamento Box-Behnker na otimização das propriedades gelificantes do gel de pectina de casca de jabuticaba.

Fatores	Códigos	Níveis		
		-1	0	-1
pH do gel	X ₁	1,2	1,5	1,8
Concentração de pectina (%)	X ₂	1	2	3
Teor de sacarose (%)	X ₃	55	60	65

Para avaliar o comportamento reológico das amostras de gel de pectina da casca da jabuticaba foram realizadas análises reológicas em reômetro rotacional (Discovery Hybrid Rheometer 1, T.A Instruments, EUA), equipado com um sensor de placa paralela em aço inoxidável (diâmetro = 25 mm; gap = 1 mm), a 25,0 ± 0,1 °C.

2.4. Avaliação instrumental da cor

A avaliação da cor foi conduzida usando um leitor Colorímetro ColorQuest XE s/n: CQX2860, com leitura direta das amostras. O sistema de leitura utilizado foi o CIELAB (Commission Internationale de l'Eclairage). Os parâmetros L, a* e b* foram quantificados em cada amostra. O ângulo de Matiz (H°) e o Cromo (C*) foram determinados por meio das equações 2.1; 2.2 e 2.3. O ângulo H° foi medido a partir do eixo a* positivo.

$$H^{\circ} = \tan^{-1}(b^*/a^*) \text{ se } a^* > 0 \quad (\text{Eq. 2.1})$$

$$H^{\circ} = \tan^{-1}(b^*/a^*) + 180^{\circ} \text{ se } a^* < 0 \quad (\text{Eq. 2.2.})$$

$$C^* = \sqrt{a^{*2} + b^{*2}} \quad (\text{Eq. 2.3})$$

2.5. Testes reológicos

2.5.1. Varredura de tensão

A varredura de tensão foi realizada entre 0,01 e 10 Pa na frequência de 1,0 Hz e 25°C para determinar a região viscoelástica linear (LVR), que é definida como a faixa de tensão onde a tensão e deformação são diretamente proporcionais e, portanto, os módulos elástico e viscoso são constantes; e a tensão crítica (σ_c), que define a tensão correspondente ao limite da região de viscoelasticidade linear do qual a partir dele os valores do módulo elástico (G') começam a diminuir.

2.5.2. Varredura de frequência

A varredura de frequência foi realizada a 25°C em uma faixa de 0,1 a 100 Hz sob tensão de cisalhamento na região viscoelástica linear, que para os tratamentos foi de 1 Pa.

A relação entre os parâmetros viscoelásticos e a frequência foi explicada pelo modelo da lei da potência, proposto por GABRIELE; CINDIO, DE; D'ANTONA, 2001 e representado pela Equação 2.4. A partir do ajuste do modelo aos dados foi possível determinar os parâmetros complementares A e z, que descrevem, respectivamente: a força do gel, por meio da intensidade das interações entre as unidades de escoamento, e a extensão da rede por meio da quantidade de unidades reológicas (agente gelificante) interagindo entre si (MATTIA, DI et al., 2018).

$$G^*(\omega) = \sqrt{G'(\omega)^2 + G''(\omega)^2} = A\omega^{1/z}$$

(Eq.2.4)

Sendo que $G^*(\omega)$ é o módulo complexo em função da frequência, $G'(\omega)$ é o módulo elástico em função da frequência, $G''(\omega)$ representa o módulo viscoso em função da frequência, A representa a constante de proporcionalidade e z representa o coeficiente exponencial.

2.5.3. Varredura de temperatura

A varredura de temperatura foi realizada entre 25°C e 85°C, com taxa de aquecimento de 1°C/min, frequência de 1 Hz e tensão na LVR igual a 1,0 Pa. A temperatura da placa foi controlada por um dispositivo de efeito Peltier.

2.5.4. Creep recovery

Os géis de pectina foram posicionados no espaço entre as placas paralelas do reômetro e foram submetidos a uma tensão constante (1 Pa) e dentro da região de viscoelasticidade linear a 25 °C durante 180 s (fase de *creep*). Em seguida, a tensão foi removida e a recuperação da deformação sofrida foi observada durante 180 s (fase de *recovery*) (MORALES-CONTRERAS et al., 2018).

A partir da análise de fluência e recuperação é possível determinar a porcentagem da recuperação dos géis quando a tensão é removida e foi calculada por meio da equação 2.5.

$$\%REC = 1 - \frac{\gamma_{\infty}}{\gamma_{MÁX}} * 100$$

(Eq.2.5)

Sendo que $\%REC$ representa a porcentagem da deformação sofrida que foi recuperada, γ_{∞} é a deformação residual no maior tempo analisado (180s da fase de recuperação), $\gamma_{MÁX}$ é a deformação máxima sofrida pela amostra.

O modelo de Jeffreys foi o utilizado para explicar o comportamento dos géis a partir da equação 2.6. O modelo de Jeffreys foi proposto com a representação de um amortecedor (componente viscoso) associado em série a um elemento Kevin-Voigt (NAVARRO, 2017).

$$J(t) = \frac{t}{\mu_1} + \frac{1}{G'} (1 - e^{-\frac{G'}{\mu_2}t})$$

(Eq.2.6)

Sendo que $J(t)$ é a compliança em função do tempo, t é o tempo, μ_1 representa a componente viscoso relacionado ao amortecedor, G' é o componente elástico relacionado ao elemento Kevin-Voigt e μ_2 representa o componente viscoso relacionado ao elemento Kevin-Voigt.

2.6. Análise estatística

As análises estatísticas foram realizadas no software *statística*, versão 10, utilizando análise de regressão a 5% de nível de significância para avaliar o efeito dos fatores: pH do gel, concentração da pectina e teor de sacarose) nas propriedades reológicas e de cor do gel de pectina de casca de jabuticaba. A metodologia de superfície de resposta e função desejabilidade foi utilizada para determinar as

condições ótimas de gelificação. O modelo de regressão quadrática com interação (Equação 2.7) foi o utilizado e o teste t de student testou a significância dos coeficientes do modelo (linear, quadrático e interação).

$$Y_{ijk} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_1^2 + \beta_5 X_2^2 + \beta_6 X_3^2 + \beta_7 X_1 X_2 + \beta_8 X_1 X_3 + \beta_9 X_2 X_3 + \varepsilon_{ijk}$$

(Eq.2.7)

Em que, Y_{ijk} se refere a variável resposta, X_1 representa o pH, X_2 se refere ao tempo (min), X_3 representa a temperatura (°C), β_0 é o coeficiente constante da regressão, β_1 representa o coeficiente do termo linear do pH, β_2 representa o coeficiente do termo linear do tempo, β_3 se refere ao coeficiente do termo linear da temperatura, β_4 representa o coeficiente do termo quadrático do pH, β_5 representa o coeficiente do termo quadrático do tempo, β_6 se refere ao coeficiente do termo quadrático da temperatura, β_7 é o coeficiente da interação entre os termos lineares do pH e tempo, β_8 representa o coeficiente da interação entre os termos lineares pH e temperatura, β_9 se refere ao coeficiente da interação entre os termos lineares tempo e temperatura e ε_{ijk} é o erro da regressão associado ao valor observado de Y.

A análise de regressão não linear foi realizada para o ajuste dos modelos das análises de varredura de frequência e *creep recovery*.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Análise instrumental da cor

Os parâmetros relacionados a cor dos géis estão descritos na Tabela 2.2. Como não há padrões de cores estabelecidos para os géis de pectina, as medições L^* , h° e C^* podem ser utilizadas apenas para classificação. O parâmetro h° descreve de forma analítica a cor por meio da qual é percebida (azul, vermelho, amarelo, verde) e o parâmetro C^* corresponde a intensidade da cor. Os géis de pectina de casca de jabuticaba mostraram baixa luminosidade ($L^* < 50$) e o h° entre 0 e 90° e mais próximo de 0° implica em uma tonalidade entre vermelho e amarelo, tendendo ao vermelho; o valor $C^* = 32,84$ remete a cor menos intensa ou menos saturada dos géis.

Resultados de baixa luminosidade e tendência a cor amarelo-avermelhada foram relatados em outros estudos com a fruta jabuticaba (GADIOLI TARONE et al., 2021; GERALDI et al., 2021; PIMENTA INADA et al., 2020) e está associado a presença de antocianinas e taninos, compostos fenólicos que fazem parte da

composição da casca de jabuticaba e que se mantiveram presentes no extrato pécico (GADIOLI TARONE et al., 2021). A presença da cor vermelha implica em uma vantagem competitiva dos géis em estudo, pois possibilitam a aplicação em formulações coloridas alimentícias, farmacêuticas e cosméticas, reduzindo a necessidade de adicionar corantes artificiais em produtos infantis, por exemplo.

Tabela 2.2 – Parâmetros de cor dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.

Tratamento	pH	Pectina (m/V)	Sacarose (m/V)	L*	h°	C*
1	1,5	3	65	24,24	13,15	4,40
2	1,8	1	60	28,78	6,20	2,31
3	1,2	3	60	24,81	12,49	4,76
4	1,2	2	55	26,87	19,93	7,01
5	1,5	3	55	25,19	16,37	5,18
6	1,5	1	55	25,98	14,85	4,76
7	1,2	2	65	25,82	18,54	5,06
8	1,5	1	65	26,54	17,75	6,39
9	1,8	2	65	27,16	22,79	7,00
10	1,8	2	55	27,88	22,47	7,14
11	1,8	3	60	24,08	11,86	4,28
12	1,2	1	60	26,27	19,64	6,46
13*	1,5	2	60	26,47	19,69	6,77

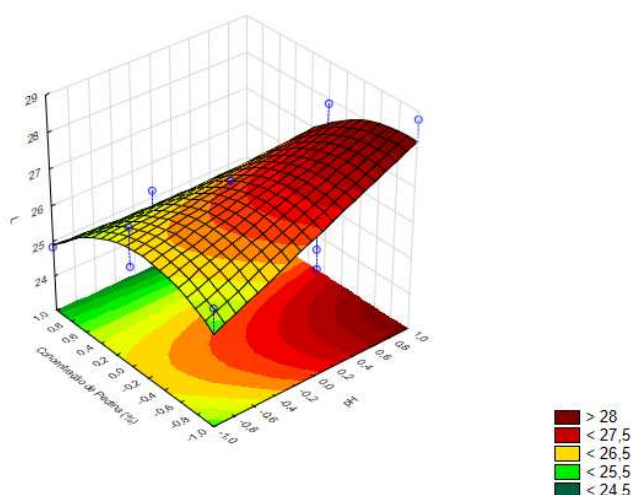
*Valores médios das 3 repetições do tratamento central.

A análise de variância para o parâmetro L* mostrou que o termo linear do pH, linear e quadrático da concentração de pectina e interação entre pH e concentração de pectina afetaram a variável resposta ($p < 0,05$) ($R^2=0,856$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os fatores de gelificação e L*, e está representado pela equação 2.8. A influência da interação entre os fatores pH e concentração de pectina pode ser observada por meio da superfície de resposta representadas na Figura 2.1.

$$Y_1 = 26,8243 + 0,5163X_1 - 1,1563X_2 - 1,088X_2^2 - 0,81X_1X_2 \quad (\text{Eq. 2.8})$$

Em que, Y_1 se refere a L*, X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina.

Figura 2.1 – Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de sacarose em L*.



A Figura 2.1 demonstrou que altos valores de pH em baixas concentrações de pectina maximizam o parâmetro L*. Menores concentrações de pectina de jabuticaba também minimizam a concentração de pigmentos presentes na casca da jabuticaba e que por ventura se mantiveram na pectina extraída. Dessa maneira, a claridade do gel aumenta, e L* é maximizado. Com o aumento dos valores de pH a cor da antocianina se torna mais pálida, porém, se o produto sendo colorido contém componentes capazes de atuar como co-pigmentos, a cor pode ser retida e também estabilizada à luz até certo ponto (FLORINDA; BOBBIO; STRINGHETA, 1992).

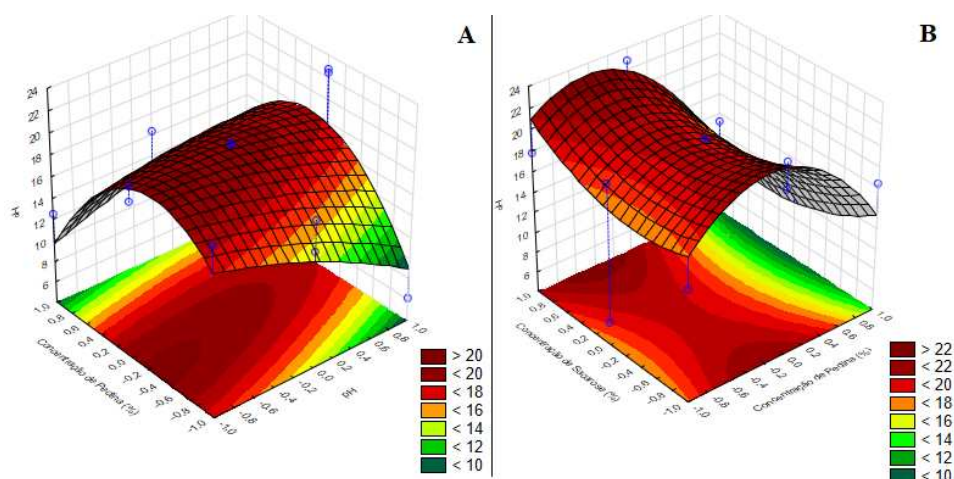
A análise de variância para o parâmetro H^o mostrou que os termos linear e quadrático do pH, concentração de pectina, termo quadrático da concentração de sacarose, interação entre pH e concentração de pectina e interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose afetaram a variável resposta ($p < 0,05$) ($R^2=0,8045$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os fatores de gelificação e H^o, e está representado pela equação 2.9. A influência da interação entre os fatores pH e concentração de pectina e interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose podem ser observadas por meio das superfícies de resposta representadas na Figura 2.2.

$$Y_1 = 19,6068 - 0,9102X_1 - 0,5727X_2 - 0,8279X_1^2 - 6,2299X_2^2 + 2,1557X_3^2 + 3,2025X_1X_2 + 1,5302X_2X_3$$

(Eq.2.9)

Em que, Y_1 se refere a H° , X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina e X_3 se refere a concentração de sacarose.

Figura 2.2 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de pectina em h° ; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose em h° .



A Figura 2.2 demonstrou que concentrações intermediárias de pectina maximizam H° em qualquer valor de pH e em qualquer concentração de sacarose. Além disso, baixas concentrações de pectina estão relacionadas a maiores valores de H° quando em níveis baixos de pH. A cor total da antocianina é desenvolvida apenas em fortes soluções ácidas (ANDRÉS-BELLO et al., 2013).

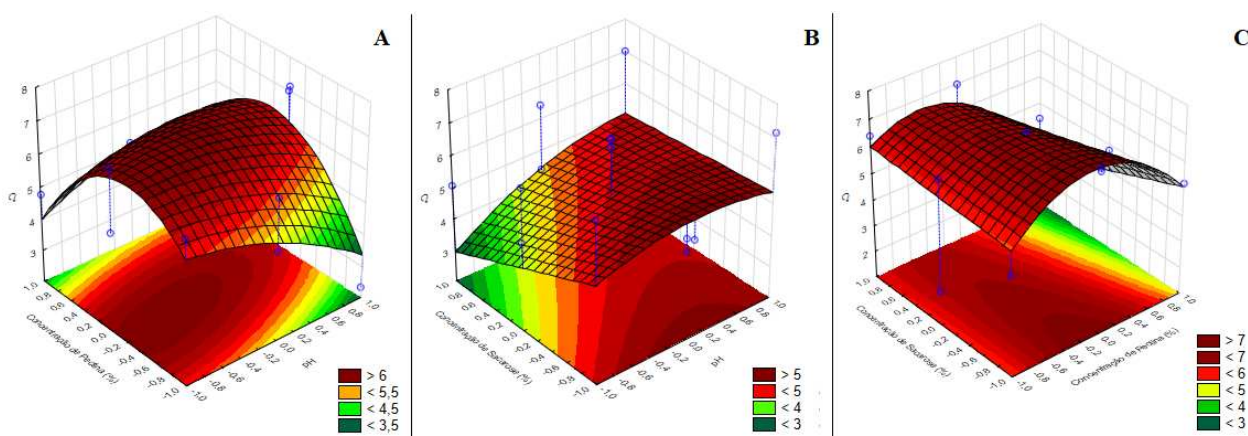
A análise de variância para o parâmetro C^* mostrou que os termos linear e quadrático do pH, quadrático da concentração de pectina e as interações entre os 3 fatores afetaram a variável resposta ($p < 0,05$) ($R^2=0,8045$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os fatores de gelificação e C^* , e está representado pela equação 2.10. A influência das interações entre os fatores podem ser observadas por meio das superfícies de resposta representadas na Figura II.5.

$$Y_1 = 6,8520 - 0,3197X_1 - 0,4424X_1^2 - 1,8130X_2^2 + 0,9152X_1X_2 + 0,4503X_1X_3 - 0,6051X_2X_3$$

(Eq.2.10)

Em que, Y_1 se refere a C^* , X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina e X_3 se refere a concentração de sacarose.

Figura 2.3 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de pectina em C^* ; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de sacarose em C^* ; C) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose em C^* .



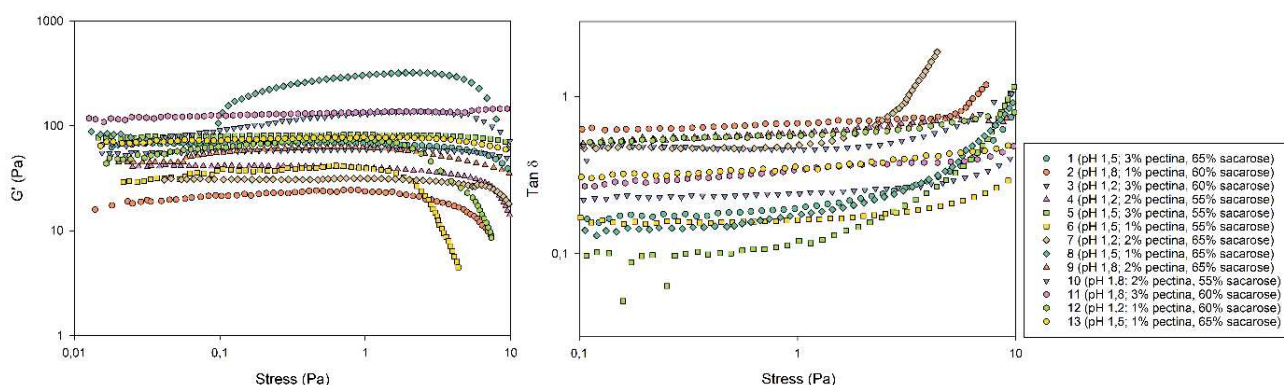
A Figura 2.3 demonstrou que o comportamento da interação entre pH e concentração de pectina era uma parábola, aonde C^* era máximo em concentrações intermediárias. A interação entre pH e concentração de sacarose demonstrou que em todas as faixas de pH, C^* aumentou a partir de concentrações intermediárias de sacarose; e por fim, a interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose também apresentou um comportamento de parábola, sendo que C^* era minimizado em altas concentrações de pectina.

3.2. Testes reológicos

3.2.1. Varredura de tensão

A partir da varredura de tensão (Figura 2.4) foi possível determinar as propriedades viscoelásticas: módulo elástico (G') e a tangente de fases ($\tan \delta = G''/G'$) em função da tensão de cisalhamento.

Figura 2.4 - Efeito do da tensão aplicada no módulo elástico (G') e tangente de fases ($\text{Tan } \delta$) dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.



A análise da varredura de tensão possibilita a determinação da faixa de tensão conhecida como região de viscoelasticidade linear (LVR). Para os tratamentos em estudo, essa região corresponde a valores de tensão de aproximadamente < 2 Pa. Todas os tratamentos apresentaram $G' > G''$ na região LVR, uma vez que $\text{tan } \delta < 1$, indicando uma predominância das propriedades elásticas sobre as propriedades viscosas. SATO e CUNHA (2007) identificaram o intervalo de viscoelasticidade linear em tensões inferiores a 0,4 Pa para polpa de jabuticaba. O valor é inferior ao encontrado no presente estudo e se deve as zonas de junção formadas no processo de gelificação da pectina que conferem maior resistência e rigidez aos géis de pectina (ZHANG; DAUBERT; FOEGEDING, 2007).

Um outro parâmetro importante para análise é a tensão crítica (σ_C), que define o limite de tensão correspondente a região de viscoelasticidade linear, do qual antes dele G' é constante com a variação da tensão e a partir dele os valores de G' começam a diminuir. A tensão crítica para os tratamentos está descrita na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 – Tensões críticas (σ_c) obtidas na varredura de tensão dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.

Tratamento	pH	Pectina (m/V)	Sacarose (m/V)	σ_c (Pa)
1	1,5	3	65	6,31
2	1,8	1	60	6,73
3	1,2	3	60	12,72
4	1,2	2	55	6,22
5	1,5	3	55	10,45
6	1,5	1	55	2,73
7	1,2	2	65	8,93
8	1,5	1	65	9,56
9	1,8	2	65	9,77
10	1,8	2	55	14,06
11	1,8	3	60	11,90
12	1,2	1	60	3,3
13	1,5	2	60	11,84

*Valores médios das 3 repetições do tratamento central.

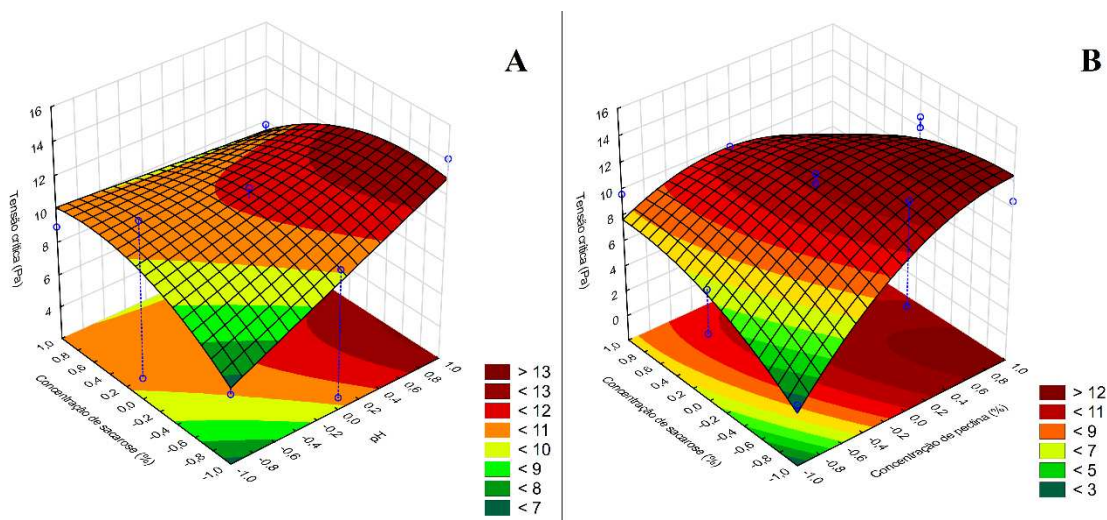
A análise de variância mostrou que o termo linear do pH, linear e quadrático da concentração de pectina, quadrático da concentração de sacarose, interação entre pH e concentração de sacarose e a interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose afetaram a tensão crítica dos géis ($p < 0,05$) ($R^2=0,842$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os fatores de gelificação e a tensão crítica, e está representado pela equação 2.11. A influência da interação entre os fatores pH e concentração de sacarose, e interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose podem ser observadas por meio das superfícies de resposta representadas na Figura 2.5.

$$Y_1 = 11,2019 + 1,4113X_1 + 2,3825X_2 - 2,5205X_2^2 - 1,4380X_3^2 - 1,75X_1X_3 - 2,7425X_2X_3$$

(Eq.2.11)

Em que, Y_1 se refere a tensão crítica, X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina e X_3 representa a concentração de sacarose.

Figura 2.5 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de sacarose na tensão crítica dos géis; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na tensão crítica dos géis.

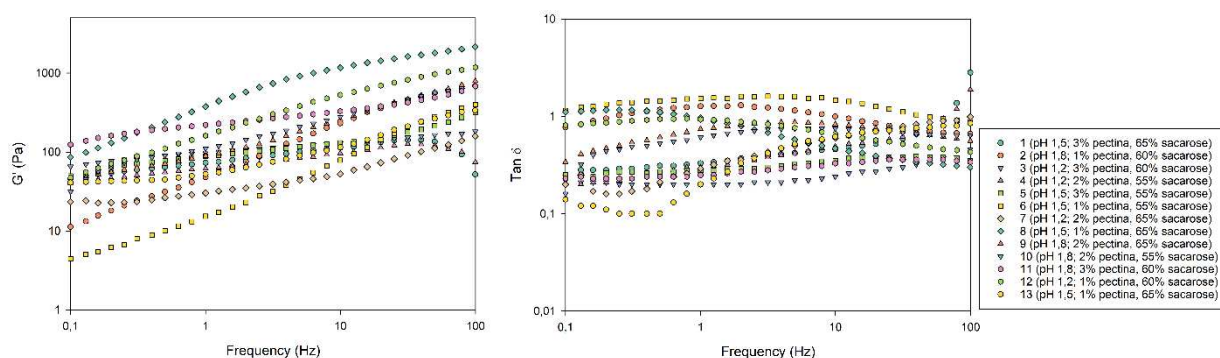


A Figura 2.5 demonstrou que altos valores de pH maximizam a tensão crítica a partir de um valor intermediário de sacarose. O mesmo acontece para a interação entre pectina e sacarose, em que altos valores de pectina provocam um aumento na tensão crítica, porém em concentrações baixas e médias, o valor de tensão crítica aumenta a partir de concentrações intermediárias de sacarose. Autores relatam este comportamento quando concluíram que um mínimo de 55% (p/p) de co-soluto é necessário para induzir a gelificação da pectina, porém concentrações de 60-65% (p/p) são geralmente consideradas ideais (BEMILLER, 2018).

3.2.2. Varredura de frequência

A partir da varredura de frequência (Figura 2.6) foi possível determinar as propriedades viscoelásticas: módulo elástico (G') e tangente de fases ($\text{Tan } \delta = G''/G'$) em função da frequência.

Figura 2.6 - Efeito da frequência no módulo elástico (G') e tangente de fases ($\text{Tan } \delta$) dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.



O aumento dos módulos elástico e viscoso evidencia uma dependência destes com a frequência em toda a faixa estudada. A dependência dos módulos elástico e viscoso com a frequência em géis de pectina pode estar relacionado a um processo de relaxamento ocasionado por movimentos de unidades de ácido galacturônico dentro das zonas de junção (NGOUÉMAZONG et al., 2012).

Comportamentos semelhantes relacionados à pectina de fontes alternativas foram encontrados por JAMSAZZADEH KERMANI et al. (2015) e ASSOI et al. (2014) para pectina de casca de manga e fruta da palmeira-de-palmira, respectivamente. Já em relação a fruta jabuticaba, um estudo reológico da polpa de jabuticaba reconstituída realizado por Sato e Cunha, 2009 permitiu, a partir da varredura de frequência (0,01-100 Hz), caracteriza-la como predominantemente elástica, uma vez que $G' > G''$ em todos os casos, reafirmando o potencial da fruta como agente gelificante.

A relação entre os parâmetros viscoelásticos e a frequência pode ser explicada pelo modelo da lei da potência, representado pela Equação 2.4. A partir do ajuste do modelo aos dados foi possível determinar os parâmetros complementares A e z que estão descritos na Tabela 2.4 e demonstram que o modelo da lei da potência se ajustou bem aos dados, obtendo coeficiente de determinação próximos de 1 (0,779 a 0,993).

Tabela 2.4 – Tangente de fases obtida na frequência de 1 Hz e parâmetros do modelo lei da potência, utilizados para descrever as varreduras de frequências dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.

Tratamento	pH	Pectina (m/V)	Sacarose (m/V)	Tan δ	A	Z	R ²
1	1,5	3	65	0,3314	76,02	2,70	0,829
2	1,8	1	60	1,2747	69,90	1,76	0,946
3	1,2	3	60	0,1980	96,06	3,95	0,962
4	1,2	2	55	0,2991	64,98	2,50	0,779
5	1,5	3	55	0,2752	88,50	2,46	0,97
6	1,5	1	55	1,5319	29,08	1,45	0,805
7	1,2	2	65	0,2893	36,05	2,09	0,872
8	1,5	1	65	0,9664	428,80	2,39	0,985
9	1,8	2	65	0,7357	115,35	2,07	0,857
10	1,8	2	55	0,6094	122,73	2,30	0,973
11	1,8	3	60	0,2454	218,77	3,01	0,982
12	1,2	1	60	0,9264	196,37	2,19	0,993
13	1,5	2	60	0,6972	67,76	2,34	0,972

*Valores médios das 3 repetições do tratamento central.

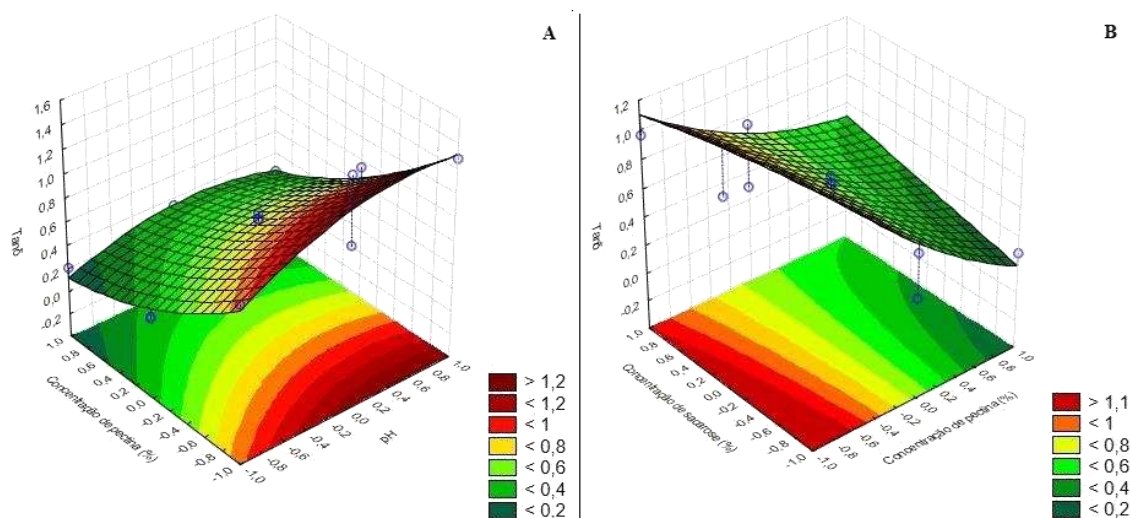
Na avaliação da tangente de fases, a análise de variância mostrou que os termos linear e quadrático de pH e de concentração de pectina, interação entre pH e concentração de pectina e interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose afetaram a variável resposta ($p < 0,05$) ($R^2=0,947$). Os termos linear e quadrático de concentração de sacarose não obtiveram efeito significativo na Tan δ ($p>0,05$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os fatores de gelificação e a tangente de fases, e está representado pela equação 2.12. A influência da interação entre os fatores pH e concentração de pectina, e interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose podem ser observadas por meio das superfícies de resposta representadas na Figura 2.7.

$$Y_1 = 0,6761 + 0,144X_1 - 0,4562X_2 - 0,1669X_1^2 - 0,1260X_2^2 - 0,0752X_1X_2 + 0,1554X_2X_3$$

(Eq.2.12)

Em que, Y_1 se refere a tangente de fases, X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina e X_3 representa a concentração de sacarose.

Figura 2.7 – A) Superfície de resposta para a influência da interação entre pH e concentração de pectina na tangente de fase dos géis; B) Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na tangente de fase dos géis.



A Figura 2.7 demonstrou que em todos os valores de pH e de concentração de sacarose, menores valores de concentração de pectina maximizam a tangente de fases. A concentração da pectina está diretamente relacionada com o sucesso da gelificação, pois o aumento do teor do agente gelificante, facilita a formação de zonas de junção (GUO et al., 2012). O aumento da tangente de fases indica o aumento da componente viscosa ou diminuição da componente elástica do material, prejudicando o comportamento de gel ($G' > G''$). O aumento das propriedades elásticas com o aumento da concentração de pectina também foi observado para géis preparados com pectinas de casca de laranja (GUO et al., 2012), casca do cacau (VRIESMANN, PETKOWICZ, 2013), pomelo (GAMONPILAS et al., 2015) e casca de mexerica (COLODEL et al., 2019).

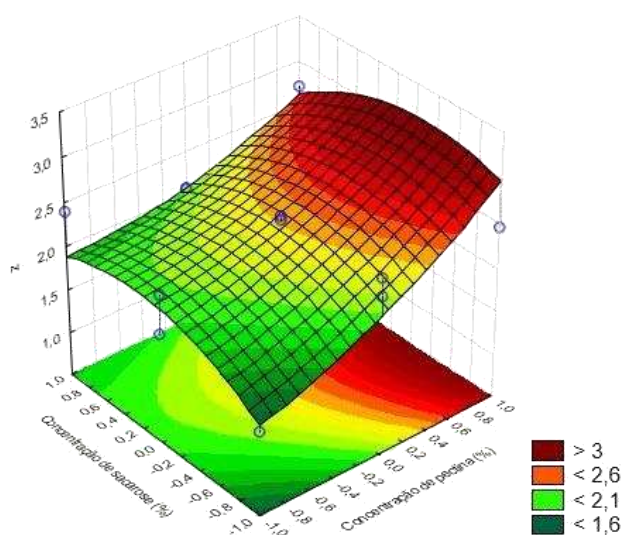
Na avaliação da constante z, a análise de variância indicou que os termos linear e quadrático de pH e de concentração de pectina, quadrático de concentração de sacarose e a interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose afetaram a variável resposta ($R^2=0.763$). O termo linear de concentração de sacarose não afetou significativamente o valor de z ($p>0,05$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os parâmetros de gelificação e a constante z, e está representado pela equação 2.13. A influência da interação entre os fatores concentração de pectina e

concentração de sacarose pode ser observada por meio da superfície de resposta representada na Figura 2.8.

$$Y_3 = 2,4108 - 0,1992X_1 + 0,5415X_2 + 0,1519X_1^2 + 0,1648X_2^2 - 0,3246X_3^2 - 0,1766X_2X_3 \quad (\text{Eq.2.12})$$

Em que, Y_3 se refere a constante z , X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina e X_3 representa a concentração de sacarose.

Figura 2.8 – Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na constante z .



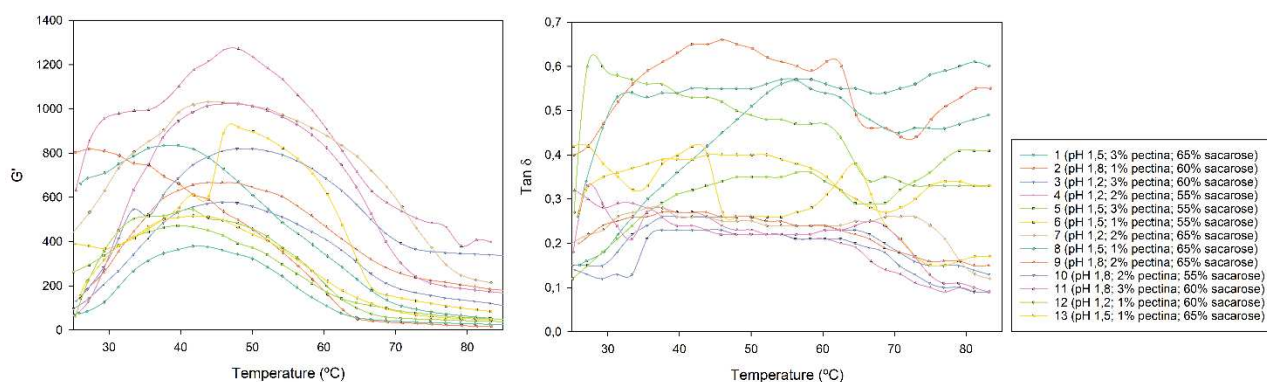
A figura 2.8 demonstrou que em concentrações máximas de pectina, todas as concentrações de sacarose maximizam a constante z . Enquanto a sacarose apresenta um comportamento de parábola onde um máximo no valor de z é observado nos valores intermediários de sacarose. O comportamento observado implica que, dentro dos níveis estudados, altas quantidades de pectina e concentrações médias de sacarose aumentam o número de unidades reológicas (agente gelificante) interagindo entre si, aumentando assim a extensão da rede dos géis. Um estudo a partir de géis formados por proteína isolada do amendoim observou que o aumento da concentração de proteína (função de agente gelificante) diminuiu as constantes exponenciais do modelo lei da potência. Considerando que a função exponencial do

modelo lei da potência utilizado no estudo (Equação II.2) é $1/z$, sugere-se que o aumento do agente gelificante elevou o valor de z (ZHU e WANG, 2019). COLODEL et al. (2019) encontraram valores muito próximos de z para todas as concentrações de pectina extraída da casca de mexerica, e o valor intermediário de sacarose testado (60%) maximizou a força do gel, corroborando com os resultados encontrados por este estudo. BeMiller, 1986 afirma que é necessário um mínimo de 55% (p/p) de co-soluto para induzir a gelificação da pectina, porém 60-65% (p/p) é considerado a faixa de concentração ideal.

3.2.3. Varredura de temperatura

A partir da varredura de temperatura (Figura 2.9) foi possível determinar as propriedades viscoelásticas: módulo elástico (G'), módulo viscoso (G'') e, conseqüentemente, a tangente de fases ($\tan \delta = G''/G'$) em função da temperatura.

Figura 2.9 - Efeito da temperatura no módulo elástico (G'), módulo viscoso (G'') e da tangente de fases ($\tan \delta$) dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.



Uma dependência da temperatura nas propriedades G' e G'' foi observada ao longo do aquecimento dos géis de pectina de casca de jabuticaba. As varreduras de temperatura demonstraram que a elevação da temperatura aumentava os módulos elástico e viscoso até uma temperatura crítica (entre 35°C e 45°C aproximadamente). A partir do valor crítico de temperatura de cada tratamento G' e G'' diminuíram com a contínua elevação da temperatura. O aquecimento produz efeitos opostos nas forças de interação que estabilizam a rede de gel de pectina ATM (COLODEL et al., 2019). Ao mesmo tempo que as ligações de hidrogênio se tornam mais fracas com o aumento

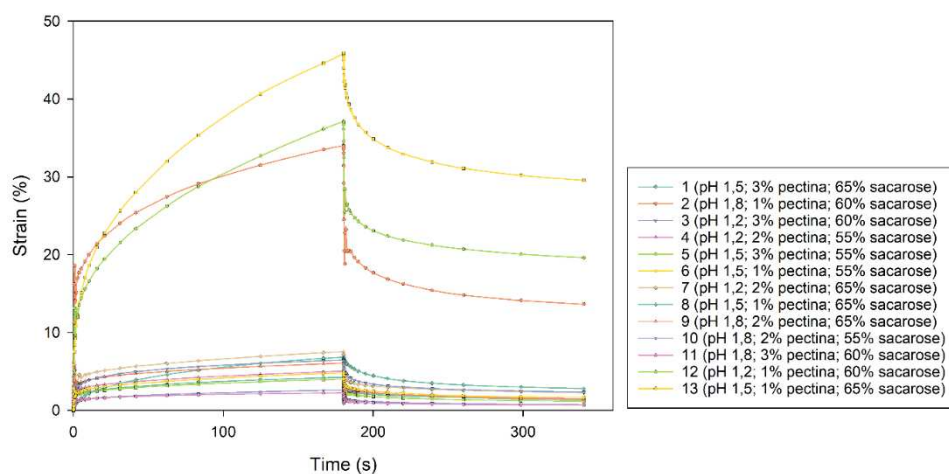
da temperatura, sabe-se que as interações hidrofóbicas são fortalecidas quando a temperatura aumenta até 85°C (BEN-NAIM, 1980; OAKENFULL; SCOTT, 1984). Esses efeitos opostos resultaram na diminuição dos módulos de aquecimento do gel após aproximadamente 35 e 45 °C.

Em toda a faixa estudada (25 °C – 85 °C) $G' > G''$, com valor de $\tan \delta < 1$, demonstrando que todos os tratamentos permaneceram em estado de gel. Embora os géis de pectinas ATM sejam considerados termo-irreversíveis, por ter as interações hidrofóbicas que formam as zonas de junção fortalecidas com o aumento da temperatura (LOPES DA SILVA e RAO, 2006), o aquecimento afeta as interações intermoleculares, o que pode ser observado principalmente nos tratamentos 1, 2, 6 em que a $\tan \delta$ variou consideravelmente (aproximadamente 0,35). No entanto, essa alteração estrutural não causa ruptura do ponto de transição gel-sol como ocorre nas pectinas BTM termo-reversíveis, resultado da diminuição da força das interações moleculares dentro das zonas de junção (AXELOS; THIBAUT, 1991).

3.2.4. Creep Recovery

O comportamento transiente dos tratamentos submetidos ao teste de fluência e recuperação está apresentado na Figura 2.10.

Figura 2.10 – Curvas de fluência e recuperação dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.



A fase de fluência pode ser caracterizada por uma deformação elástica inicial (mola do elemento Maxwell) seguida por uma segunda deformação do tipo exponencial mais lenta (elemento Kelvin-Voigt) tendendo a deformação máxima (MEZA et al., 2021). A fase de recuperação é caracterizada por uma recuperação parcial da deformação sofrida na fase de fluência. A resposta não linear à deformação e a capacidade de recuperar alguma estrutura sugerem que todos os tratamentos se comportaram como materiais viscoelásticos (STEFFE, 1996). Os dados obtidos nas curvas de fluência e recuperação foram ajustados ao modelo de Jeffreys (Equação 2.6) e os parâmetros do modelo, bem como a porcentagem de recuperação (%REC) estão descritos na Tabela 2.5.

Tabela 2.5 - %REC e parâmetros do modelo de Jeffreys utilizado para descrever a fluência e recuperação dos géis de pectina de jabuticaba preparados em diferentes condições de pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.

Tratamento	G' (Pa)	μ_1 (Pa.s)	μ_2 (Pa.s)	R ²	%REC
1	4,43E-05	9215,3	3,4981	0,8036	68,2962
2	4,42E-05	5436,4	3,4964	0,8804	60,3226
3	5,86E-06	781,34	1,2749	0,9076	73,1929
4	8,47E-05	9124,28	4,8385	0,8468	71,9383
5	2,32E-05	23206,8	2,5294	0,7149	71,1285
6	3,47E-05	10469	3,0944	0,7938	35,9027
7	4,32E-05	29534,1	3,4544	0,6854	70,3128
8	3,26E-05	18682,4	3,0034	0,7563	59,7585
9	2,90E-05	215,9	2,8752	0,6810	77,3266
10	1,64E-05	30323	2,1261	0,7042	64,1301
11	8,90E-05	2351,2	4,9705	0,8825	70,2352
12	2,60E-05	22732,1	2,6791	0,7457	47,5440
13	3,30E-05	3686,7	3,0193	0,8544	65,8703

Os coeficientes de determinação (R²) demonstraram que o modelo se ajustou bem aos dados da maioria dos tratamentos, dando uma boa descrição do comportamento de fluência e recuperação, se avaliadas na tensão da região de viscoelasticidade linear.

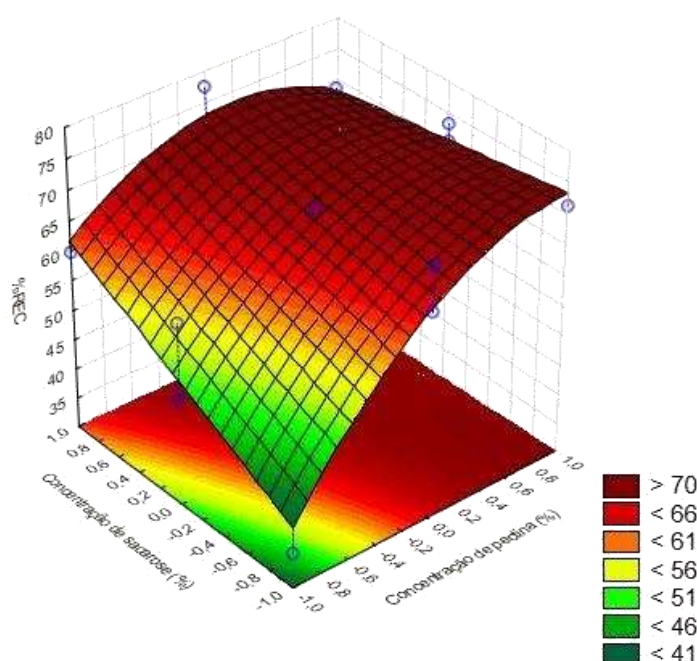
Em relação a porcentagem de recuperação da deformação (%REC), a análise de variância mostrou que os termos linear e quadrático da concentração da pectina, linear da concentração de sacarose e a interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose afetaram a variável resposta (R²=0,846). Os termos linear

e quadrático de pH não influenciaram significativamente a %REC ($p > 0,05$). A partir da análise de regressão quadrática com interação foi possível determinar o modelo matemático que descreve a relação entre os parâmetros de gelificação e a porcentagem de recuperação da deformação, e está representado pela equação 2.13. A influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose pode ser observada por meio da superfície de resposta representadas na Figura 2.11.

$$Y_4 = 68,8946 + 9,9156X_2 - 4,0743X_3 - 8,0970X_2^2 - 6,6721X_2X_3 \quad (\text{Eq.2.13})$$

Em que, Y_4 se refere a %REC, X_1 representa o pH, X_2 se refere a concentração de pectina e X_3 representa a concentração de sacarose.

Figura 2.11 – Superfície de resposta para a influência da interação entre concentração de pectina e concentração de sacarose na porcentagem de recuperação da deformação dos géis.



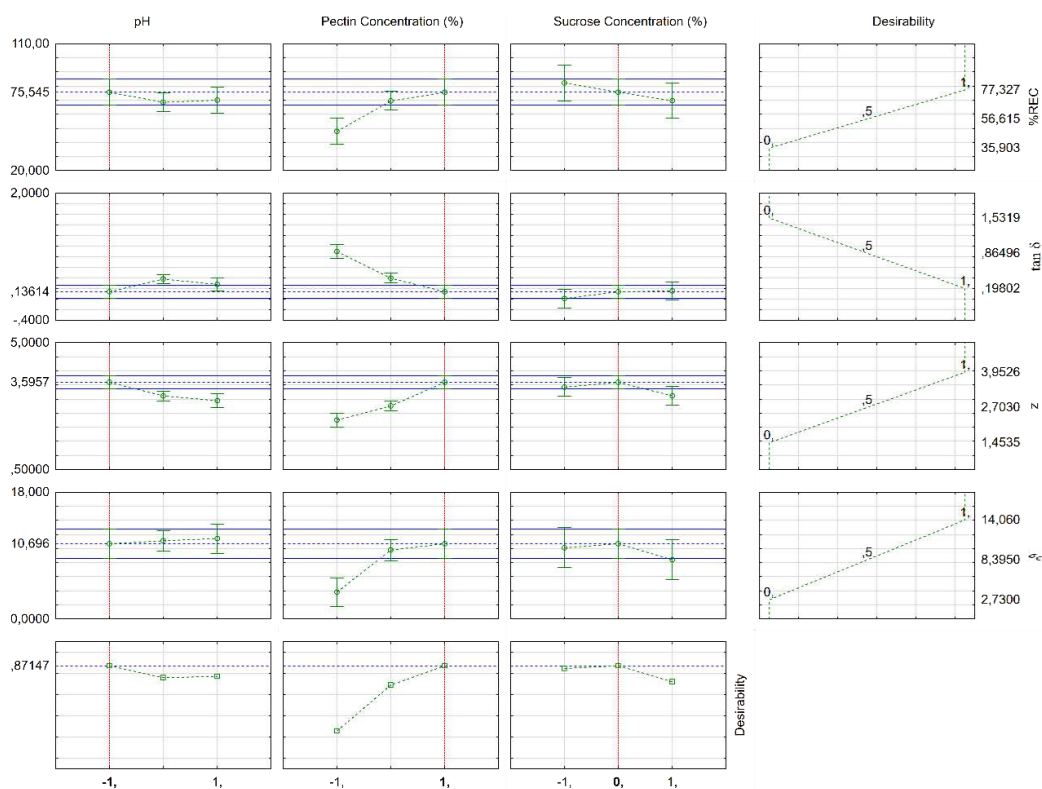
Na figura 2.11 verifica-se que a porcentagem de recuperação da deformação do gel só é baixa em baixos valores de concentração de pectina e concentração de sacarose, simultaneamente. Este comportamento pode ser explicado já que para pectinas ATM, a concentração da pectina e do soluto favorecem a formação de zonas de junção no processo de gelificação (BEMILLER, 2018).

3.3. Otimização das propriedades gelificantes

A otimização das propriedades gelificantes do gel de pectina de jabuticaba foi realizada em função das propriedades mais relevantes e que, quando sofrem variações, modificam as características tecnológicas dos géis. Dessa forma, a otimização ocorreu de maneira a minimizar a tangente de fases e maximizar a tensão crítica, constante z e a porcentagem de recuperação.

Na Figura 2.12 é possível observar a influência do pH (coluna 1), concentração de pectina (coluna 2) e concentração de sacarose (coluna 3) na porcentagem de recuperação (linha 1), tangente de fases (linha 2), constante z (linha 3) e na tensão crítica (linha 4) dos géis. Na linha 5 estão ilustrados os resultados obtidos pela função desejabilidade, que estabeleceu que a condição ótima, dentro dos níveis estudados, para a gelificação da pectina extraída da casca da jabuticaba em função das variáveis respostas analisadas, são: menor nível de pH (pH 1,2), maior nível de concentração de pectina (3% de pectina) e nível intermediário de concentração de sacarose de (60% de sacarose).

Figura 2.12 – Função desejabilidade de otimização das propriedades gelificantes da pectina da casca da jabuticaba em função do pH, concentração de pectina e concentração de sacarose.



A comparação entre os resultados preditos pelo modelo e os resultados experimentais observados estão descritos na Tabela 2.6. Os resultados preditos se mostraram próximos aos resultados experimentais, no entanto, apenas os resultados experimentais da recuperação da deformação estavam dentro do intervalo de resultados preditos.

Tabela 2.6 – Propriedades gelificantes do gel de pectina de jabuticaba gelificado nas condições otimizadas.

Propriedades gelificantes	Resultados experimentais*	Resultados preditos*
Tensão crítica	12,72	15,53 ± 2,32
Tangente de fases	0,1980	0,1102 ± 0,1218
Constante z	3,95	3,47 ± 0,20
Recuperação da deformação (%)	73,1929	70,7132 ± 5,3285

4. CONCLUSÃO

A pectina extraída da casca de jaboticaba demonstrou capacidade de gelificação com formação de géis em todas as condições estudadas ($\tan \delta < 1$). O modelo lei da potência explicou bem os dados da varredura de frequência, enquanto o modelo Jeffreys se ajustou bem aos dados de fluência. Ao avaliar a influência do pH, concentração da pectina e concentração de sacarose nas propriedades de tangente de fase, constante z e porcentagem de recuperação (%REC) da deformação, verificou-se que o aumento da concentração da pectina minimizou a tangente de fase e maximizou z e %REC. Ao otimizar as condições de gelificação, a função desejabilidade estabeleceu as condições ótimas em pH 1,2, concentração de pectina 3% e concentração de sacarose 65%.

Desse modo, a pectina extraída da casca de jaboticaba se mostrou um potencial promissor como agente gelificante, tanto na indústria de alimentos em formulações de produtos ácidos contendo alto teor de sólidos solúveis, com preparo e armazenagem podendo ser feito em ampla faixa de temperatura, quanto na indústria farmacêutica no carregamento de compostos, e na indústria cosmética como agente de textura. Além disso, a coloração avermelhada identificada traz uma vantagem competitiva que amplia o uso para produtos coloridos, reduzindo a adição de corantes artificiais.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADRIAN, G.; MIHAI, M.; VODNAR, D. C. The Use of Chitosan , Alginate , and Pectin in the. **Polymers**, 2019. v. 11, p. 1837.

ALBUQUERQUE, B. R. et al. Jaboticaba residues (Myrciaria jaboticaba (Vell.) Berg) are rich sources of valuable compounds with bioactive properties. **Food Chemistry**, 2020. v. 309, n. October 2019, p. 125735. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125735>>.

ANDRÉS-BELLO, A. et al. Effect of pH on Color and Texture of Food Products. **Food Engineering Reviews**, 2013. v. 5, n. 3, p. 158–170.

ASSOI, S. et al. SC. **LWT - Food Science and Technology**, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2014.02.019>>.

AXELOS, M. A. V; THIBAUT, J. Influence of the substituents of the carboxyl groups

and of the rhamnose content on the solution properties and flexibility of pectins. 1991. v. 13, n. 1, p. 77–82.

BANERJEE, S.; BHATTACHARYA, S. Food Gels: Gelling Process and New Applications. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 2012. v. 52, n. 4, p. 334–346.

BEMILLER, J. N. **Carbohydrate chemistry for food scientists**. [S.l.]: [s.n.], 2018.

BEN-NAIM, A. Hydrophobic interactions and structural changes in the solvent. **Inorganica Chimica Acta**, 1980. v. 40, p. X35.

CHAN, S. Y. et al. Pectin as a rheology modifier: Origin, structure, commercial production and rheology. **Carbohydrate Polymers**, 2017. v. 161, p. 118–139. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.12.033>>.

CHEN, L. et al. Structure, bioactivity and applications of natural hyperbranched polysaccharides. **Carbohydrate Polymers**, 2019. v. 223, n. July, p. 115076. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115076>>.

CHRISTIAENS, S. et al. Pectin characterisation in vegetable waste streams: A starting point for waste valorisation in the food industry. **LWT - Food Science and Technology**, 2015. v. 61, n. 2, p. 275–282. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2014.12.054>>.

COLODEL, C.; VRIESMANN, Lucia Cristina; LUCIA DE OLIVEIRA PETKOWICZ, C. Rheological characterization of a pectin extracted from ponkan (*Citrus reticulata* blanco cv. ponkan) peel. **Food Hydrocolloids**, 2019. v. 94, n. March, p. 326–332. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.03.025>>.

FLORINDA, O. (Universidade E. De C. (Brasil). F. De E. De A.; BOBBIO, P. A.; STRINGHETA, C. **Stability of copigmented anthocyanins from *Panicum melinis* toward light and oxygen at different pH**. **Bulletin de Liaison Groupe Polyphenols (France)**. Groupe Polyphenols.

GABRIELE, D.; CINDIO, B. DE; D'ANTONA, P. A weak gel model for foods. **Rheologica Acta**, 2001. v. 40, n. 2, p. 120–127.

GADIOLI TARONE, A. et al. High-intensity ultrasound-assisted recovery of anthocyanins from jabuticaba by-products using green solvents: Effects of ultrasound intensity and solvent composition on the extraction of phenolic compounds. **Food Research International**, 2021. v. 140, n. July 2020, p. 110048. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.110048>>.

GAMONPILAS, C. et al. Gelation of pomelo (*Citrus maxima*) pectin as induced by

- divalent ions or acidification. **Journal of Food Engineering**, 2015. v. 152, p. 17–23. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.11.024>>.
- GERALDI, M. V. et al. Influence of high isostatic pressure and thermal pasteurization on chemical composition, color, antioxidant properties and sensory evaluation of jaboticaba juice. **Lwt**, 2021. v. 139, n. November 2020.
- GRONDE, T. Van Der et al. Systematic review of the mechanisms and evidence behind the hypocholesterolaemic effects of HPMC , pectin and chitosan in animal trials. **FOOD CHEMISTRY**, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.12.050>>.
- GUO, X. et al. Extraction of pectin from navel orange peel assisted by ultra-high pressure, microwave or traditional heating: A comparison. **Carbohydrate Polymers**, 2012. v. 88, n. 2, p. 441–448. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.12.026>>.
- JAMSAZZADEH KERMANI, Z. et al. Functional properties of citric acid extracted mango peel pectin as related to its chemical structure. **Food Hydrocolloids**, 2015. v. 44, p. 424–434. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.10.018>>.
- MATTIA, C. D. DI et al. Egg yolk gels: Sol-gel transition and mechanical properties as affected by oleuropein enrichment. **Food Hydrocolloids**, 2018. v. 84, n. February, p. 435–440.
- MEZA, B. E. et al. Rheological characterisation of full-fat and reduced-fat aerated icings. **Lwt**, 2021. v. 142, n. January.
- MIRANDA, B. M. et al. A galactose-rich heteropolysaccharide extracted from “jaboticaba” (*Plinia cauliflora*) peels. **Carbohydrate Polymers**, 2020. v. 249.
- MORALES-CONTRERAS, B. E. et al. Pectin from Husk Tomato (*Physalis ixocarpa* Brot.): Rheological behavior at different extraction conditions. **Carbohydrate Polymers**, 2018. v. 179, n. July 2017, p. 282–289. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.097>>.
- MÜLLER-MAATSCH, J. et al. Pectin content and composition from different food waste streams in memory of Anna Surribas, scientist and friend. **Food Chemistry**, 2016. v. 201, p. 37–45. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.01.012>>.
- NASCIMENTO, G. E. Do et al. Rheological behavior of high methoxyl pectin from the pulp of tamarillo fruit (*Solanum betaceum*). **Carbohydrate Polymers**, 2016. v. 139, p. 125–130. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.11.067>>.
- NAVARRO, R. F. Modelos Viscoelásticos Aplicáveis a Materiais Reais: uma Revisão.

Revista Eletrônica de Materiais e Processos, 2017. v. 12, n. 1, p. 1–20. Disponível em: <www.ufcg.edu.br>.

NAYAK, A. K.; DAS, B. **Introduction to polymeric gels**. [S.l.]: Elsevier, 2018.

NGOUÉMAZONG, D. E. et al. Effect of de-methylesterification on network development and nature of Ca²⁺-pectin gels: Towards understanding structure-function relations of pectin. **Food Hydrocolloids**, 2012. v. 26, n. 1, p. 89–98. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2011.04.002>>.

OAKENFULL, D.; SCOTT, A. Hydrophobic Interaction in the Gelation of High Methoxyl Pectins. **Journal of Food Science**, 1984. v. 49, n. 4, p. 1093–1098.

OF, S. et al. Review E =. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais, Campina Grande**, 2005. v. 7, n. 2, p. 181–204.

PIMENTA INADA, K. O. et al. Effect of high hydrostatic pressure and drying methods on phenolic compounds profile of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) peel and seed. **Food Chemistry**, 2020. v. 309, n. October 2019, p. 125794. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125794>>.

SATO, A. C. K.; CUNHA, R. L. DA. Influência da temperatura no comportamento reológico da polpa de jaboticaba. **Ciencia e Tecnologia de Alimentos**, 2007. v. 27, n. 4, p. 890–896.

STEFFE, J. F. **Rheological Methods in**. [S.l.]: [s.n.], 1996. V. 23.

VRIESMANN, Lúcia C.; PETKOWICZ, C. L. O. Highly acetylated pectin from cacao pod husks (*Theobroma cacao* L.) forms gel. **Food Hydrocolloids**, 2013. v. 33, n. 1, p. 58–65. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.02.010>>.

ZHANG, J.; DAUBERT, C. R.; ALLEN FOEGEDING, E. A proposed strain-hardening mechanism for alginate gels. **Journal of Food Engineering**, 2007. v. 80, n. 1, p. 157–165.

ZHU, Y. Dan; LI, D.; WANG, L. Jun. Dynamic rheological properties of peanut protein isolate and aggregation suspension and acid-induced gel. **Powder Technology**, 2019. v. 358, p. 95–102. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.08.052>>.

CONCLUSÃO GERAL

A modelagem e otimização da extração da pectina contida na casca de jabuticaba foi realizada por meio da metodologia superfície de resposta e função desejabilidade, assim como sua utilização como agente gelificante. De modo geral, a casca de jabuticaba se mostrou fonte de nutrientes com uma composição físico química rica em carboidratos e proteínas. A extração da pectina contida na casca de jabuticaba demonstrou valores de rendimento e teor de ácido galacturônico (TGA) inferiores aos mesmos parâmetros de pectinas obtidas em casca de laranja e bagaço de maçã (fontes comerciais). No entanto, a pectina em estudo apresentou rendimento e teor de ácido galacturônico similares a outras fontes alternativas encontradas na literatura, como manga e banana, por exemplo. O pH, tempo e temperatura de extração influenciaram o rendimento e o TAG, de modo que as condições ótimas para extração da pectina puderam ser determinadas pela função desejabilidade. A pectina extraída nas condições otimizadas foi classificada como de alto teor de metoxilação (54%).

A aplicabilidade da pectina como agente gelificante foi investigada, e as propriedades gelificantes (L^* , C^* , H° , tensão crítica, tangente de fases, z , porcentagem de recuperação da deformação sofrida) foram avaliadas em função do pH, concentração de pectina no gel e concentração de sacarose no gel. Géis de pectina previamente extraída da casca de jabuticaba foram preparados, com adição de soluto (sacarose) e em condições ácidas. Todas as formulações formaram gel, pois apresentaram valores de tangente de fase inferior a 1 na varredura da tensão dentro da região de viscoelasticidade linear, destacando o potencial da pectina em estudo como agente gelificante e estáveis ao aumento da temperatura. O pH, concentração de pectina e concentração de sacarose afetaram as propriedades gelificantes estudadas, de modo que as condições de gelificação que formaram géis mais fortes foram pH 1,2, concentração de pectina 3% m/V e concentração de sacarose 60% m/V. Portanto, a pectina extraída da casca de jabuticaba se mostrou, dentro dos níveis estudados, um excelente agente gelificante podendo ser utilizada tanto na indústria de alimentos, quanto na indústria farmacêutica no carregamento de compostos, e na indústria cosmética como promotor de textura em formulações que necessitem um gel forte com aplicações de tensão abaixo de 2 Pa e com uma boa recuperação da deformação. Além disso, a coloração avermelhada identificada trouxe uma vantagem

competitiva que amplia o uso para produtos coloridos, reduzindo a adição de corantes artificiais.

RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

**PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E
OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES
GELIFICANTES**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientadora: Márcia Cristina T. Ribeiro Vidigal

Coorientadores: Andrea Alves Simiqueli
Luis Antonio Minim

**VIÇOSA - MINAS GERAIS
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

A474p
2021

Alves, Raissa Oliveira Rocha, 1995-

Pectina da casca de jabuticaba (*Plinia cauliflora*) :
modelagem e otimização do processo de extração e das
propriedades gelificantes / Raissa Oliveira Rocha Alves. –
Viçosa, MG, 2021.

1 dissertação eletrônica (69 f.): il. (algumas color.).

Orientador: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa,
Departamento de Tecnologia de Alimentos, 2021.

Inclui bibliografia.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2021.247>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Jabuticaba - Processamento. 2. Pectina. 3. Superfícies de
resposta (Estatística). 4. Reologia . I. Vidigal, Márcia Cristina
Teixeira Ribeiro, 1981-. II. Universidade Federal de Viçosa.
Departamento de Tecnologia de Alimentos. Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos.
III. Título.

CDD 22. ed. 664.80442

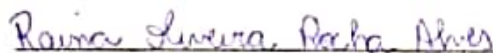
RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES GELIFICANTES

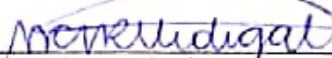
Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 05 de agosto de 2021.

Assentimento:



Raissa Oliveira Rocha Alves
Autora



Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal
Orientadora

RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

**PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E
OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES
GELIFICANTES**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

Orientadora: Márcia Cristina T. Ribeiro Vidigal

Coorientadores: Andrea Alves Simiqueli
Luis Antonio Minim

**VIÇOSA - MINAS GERAIS
2021**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Campus Viçosa**

T

A474p
2021

Alves, Raissa Oliveira Rocha, 1995-

Pectina da casca de jabuticaba (*Plinia cauliflora*) :
modelagem e otimização do processo de extração e das
propriedades gelificantes / Raissa Oliveira Rocha Alves. –
Viçosa, MG, 2021.

1 dissertação eletrônica (69 f.): il. (algumas color.).

Orientador: Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa,
Departamento de Tecnologia de Alimentos, 2021.

Inclui bibliografia.

DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2021.247>

Modo de acesso: World Wide Web.

1. Jabuticaba - Processamento. 2. Pectina. 3. Superfícies de
resposta (Estatística). 4. Reologia . I. Vidigal, Márcia Cristina
Teixeira Ribeiro, 1981-. II. Universidade Federal de Viçosa.
Departamento de Tecnologia de Alimentos. Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos.
III. Título.

CDD 22. ed. 664.80442

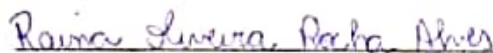
RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES GELIFICANTES

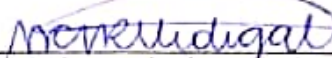
Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 05 de agosto de 2021.

Assentimento:



Raissa Oliveira Rocha Alves
Autora



Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal
Orientadora

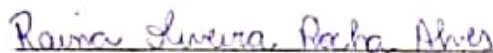
RAISSA OLIVEIRA ROCHA ALVES

PECTINA DA CASCA DA JABUTICABA (*Plinia cauliflora*): MODELAGEM E OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO E DAS PROPRIEDADES GELIFICANTES

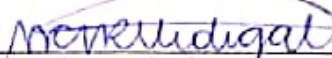
Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 05 de agosto de 2021.

Assentimento:



Raissa Oliveira Rocha Alves
Autora



Márcia Cristina Teixeira Ribeiro Vidigal
Orientadora

CIA BRASILEIRA DE DISTRIBUICAO

CNPJ: 47.508.411/2165-90 Inscrição Estadual: 0621297849689

Avenida Cristiano Machado, 004000, Uniao, BELO HORIZONTE, MG

**DANFE NFC-e - Documento Auxiliar da Nota Fiscal Eletrônica
para Consumidor Final**

NFC-e não permite aproveitamento de crédito de ICMS

Código	Descrição	Qtde	Un	Desc	VI Trib	VI Unit	VI Total
1242679	FRIT AIR FRY BFR11P	1	UN	290	579,9	579,9	579,90
Qtd. Total de Itens							1
Valor Total R\$							289,90
Valor Descontos R\$							290,00
FORMA PAGAMENTO							VALOR PAGO
Cartão de Crédito							289,90
Troco R\$							0.00
Informação dos Tributos Totais Incidentes (Lei Federal 12.741/2012)R\$							152,54

INFORMAÇÕES ADICIONAIS DE INTERESSE DO CONTRIBUINTE

20211027168935000011674

EMITIDA EM CONTINGÊNCIA

Número: 4808 Série: 350 Data de Emissão: 27/10/2021 11:43:56 - Via Consumidor

CHAVE DE ACESSO

3121 1047 5084 1121 6590 6535 0000 0048 0892 8104 9862

CONSUMIDOR

Consumidor não identificado

Protocolo de Autorização: 131214521843927 27/10/2021 11:46:13

Ambiente de Produção

Versão XML: 4.00

Versão XSLT: 1.11



[Clique aqui para consultar na SEFAZ](#)

CIA BRASILEIRA DE DISTRIBUICAO

CNPJ: 47.508.411/2165-90 Inscrição Estadual: 0621297849689

Avenida Cristiano Machado, 004000, Uniao, BELO HORIZONTE, MG

**DANFE NFC-e - Documento Auxiliar da Nota Fiscal Eletrônica
para Consumidor Final**

NFC-e não permite aproveitamento de crédito de ICMS

Código	Descrição	Qtde	Un	Desc	VI Trib	VI Unit	VI Total
1242679	FRIT AIR FRY BFR11P	1	UN	290	579,9	579,9	579,90
Qtd. Total de Itens							1
Valor Total R\$							289,90
Valor Descontos R\$							290,00
FORMA PAGAMENTO							VALOR PAGO
Cartão de Crédito							289,90
Troco R\$							0.00
Informação dos Tributos Totais Incidentes (Lei Federal 12.741/2012)R\$							152,54

INFORMAÇÕES ADICIONAIS DE INTERESSE DO CONTRIBUINTE

20211027168935000011674

EMITIDA EM CONTINGÊNCIA

Número: 4808 Série: 350 Data de Emissão: 27/10/2021 11:43:56 - Via Consumidor

CHAVE DE ACESSO

3121 1047 5084 1121 6590 6535 0000 0048 0892 8104 9862

CONSUMIDOR

Consumidor não identificado

Protocolo de Autorização: 131214521843927 27/10/2021 11:46:13

Ambiente de Produção

Versão XML: 4.00

Versão XSLT: 1.11



[Clique aqui para consultar na SEFAZ](#)