

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
ESCOLA DE AGRONOMIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

CLÁUDIA LEITE MUNHOZ

**EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRAÇÃO SOBRE O
RENDIMENTO E CARACTERÍSTICAS DA PECTINA
OBTIDA DE DIFERENTES FRAÇÕES DE GOIABA CV
PEDRO SATO**

Goiânia
2008

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
ESCOLA DE AGRONOMIA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

CLÁUDIA LEITE MUNHOZ

**EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRAÇÃO SOBRE O
RENDIMENTO E CARACTERÍSTICAS DA PECTINA
OBTIDA DE DIFERENTES FRAÇÕES DE GOIABA CV
PEDRO SATO**

Dissertação apresentada à Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Escola de Agronomia e Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Goiás, como exigência para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Manoel Soares Soares Júnior
Co-orientadora: Prof^a Dr^a Eliana J. Sanjinez-Argandoña

Goiânia
2008

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)
(GPT/BC/UFG)

Munhoz, Cláudia Leite.

M966e Efeito das condições de extração sobre rendimento e características da pectina obtida de diferentes frações de goiaba CV Pedro Sato / Cláudia Leite Munhoz. – 2008.

57 f. : il., figs., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Manoel Soares Soares Júnior;
Co-Orientadora: Prof^a Dr^a Eliana J. Sanjinez-Argandoña.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Goiás. Escola de Agronomia e Engenharia de Alimentos, 2008.

Bibliografia: f. 52-57

Inclui listas de figuras e de tabelas.

1. Goiaba – Caracterização – Matéria prima 2. Pectina – Extração ácida– Otimização I. Soares Júnior, Manoel Soares II. Sanjinez-Argandoña, Eliana J. III. Universidade Federal de Goiás. **Escola de Agronomia e Engenharia de Alimentos** IV. Título.

CDU:

634.42:547.458.88

CLÁUDIA LEITE MUNHOZ

**EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRAÇÃO SOBRE O
RENDIMENTO E CARACTERÍSTICAS DA PECTINA
OBTIDA DE DIFERENTES FRAÇÕES DE GOIABA CV
PEDRO SATO**

Dissertação defendida e aprovada em 07 de março de 2008 pela Banca Examinadora
constituída pelos membros:

Prof. Dr Manoel Soares Soares Júnior – UFG (Orientador)

Dr (a) Priscila Zaczuk Bassinello - EMBRAPA

Prof. Dr Márcio Caliari - UFG

*A Deus pela Sua presença em toda
a minha vida.*

*Aos meus pais, José e Raquel, pelo
amor, apoio e confiança.*

AGRADECIMENTOS

A todos que me ajudaram nessa etapa da minha vida, em especial:

A Deus, pela Sua presença incontestável em minha vida.

A minha família, pelo apoio e carinho em todos os momentos.

Ao Prof. Dr. Manoel Soares Soares Júnior, pelas orientações e apoio.

A Prof^ª. Dr^ª. Eliana Janet Sanjinez-Argandoña, pelas orientações e principalmente pela amizade.

A Universidade Federal de Goiás, pela oportunidade do mestrado.

A CAPES pela concessão de bolsa de mestrado.

A Universidade Federal da Grande Dourados, pela disposição dos laboratórios para a realização da pesquisa.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação da UFG, pelas disciplinas ministradas, em especial a Prof^ª. Dr^ª. Maria Margareth Veloso Naves pelo carinho e dedicação demonstrada.

Aos colegas de sala de aula, pelo incentivo, apoio e amizade durante esse período, em especial a Letícia Fleury Viana pela amizade que surgiu.

A Ayd Mary Oshiro, pelo apoio, amizade e companheirismo durante a pesquisa com a goiaba.

Aos funcionários da Agência Estadual de Defesa Sanitária Animal em Vicentina-MS, em especial o veterinário Sylvio Carlos Faria Hidalgo pela dispensa do trabalho em virtude da pesquisa.

*“De que maneira poderá o
jovem guardar puro o seu
caminho? Observando-o
segundo a tua palavra.”*

Salmo 119. 9

RESUMO

Os objetivos deste trabalho foram caracterizar a matéria-prima *in natura*, as farinhas das frações de goiaba cv Pedro Sato e otimizar os fatores que influenciam nos rendimentos de extração de pectina das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba. Assim como caracterizar as pectinas obtidas nos pontos ótimos quanto ao grau de esterificação, comparando-as com a pectina comercial. Os frutos foram separados em casca, polpa, polpa com casca e miolo, secos em estufa com circulação de ar. Amostras *in natura* e secas foram caracterizadas física e quimicamente. O planejamento composto central rotacional com quatro pontos axiais e três repetições no ponto central foi utilizado para otimizar a extração de pectina das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba. A extração foi realizada em 4 g de farinha para 200 mL de solução de ácido cítrico em diferentes concentrações e em diferentes tempos de extração, a temperatura de 97 °C. As pectinas extraídas foram comparadas com pectina comercial quanto ao grau de esterificação. Os maiores rendimentos nas extrações de pectina das farinhas da polpa e da polpa com casca de goiaba foram obtidos com solução de ácido cítrico a 5 g (100 g)⁻¹ e tempo de extração de 60 min. As pectinas apresentaram-se de baixa esterificação, com 38,94% para a polpa e 40,99% para a polpa com casca de goiaba. No entanto, as pectinas apresentaram concentração de ácido galacturônico próximo ao padrão comercial que é de 65%, podendo ser aplicadas em alimentos com baixo teor de sólidos solúveis (alimentos *diet* ou *light*).

Palavras-chave: pectina, goiaba, extração ácida, otimização.

ABSTRACT

The objectives of this study were to characterize the raw material *in nature*, the flours of fractions of guava *cv* Pedro Sato and to optimize the factors that influence the yields of pectin extraction of flour of the guava pulp and pulp with peel. As characterize pectins obtained in optimal points on the degree of esterification, comparing them with the commercial pectin. Fruits were used for pectin extraction. The fruits were divided in peel, pulp, pulp with peel and flesh, dry in stove with circulation of air. Samples *in nature* and drought were characterized physically and chemically. The central rotation composed design with four axial points and three replicates in the central point was used to optimize the extraction of pectin of flour of the guava pulp and pulp with peel. The extraction was performed in 4 g of flour to 200 mL of solution of citric acid at different concentrations and at different times of extraction, at temperature of 97 ° C. The esterification degree of extracted pectins was compared to commercial pectin one. The highest yields in the extractions of pectin of flour of the guava pulp and pulp with peel were obtained with citric acid solution at 5 g (100 g)⁻¹ and the extraction time of 60 min. Pectins showed up with low esterification, with 38.94% for the pulp and 40.99% for pulp with peel of guava. However, pectins showed the concentration of galacturonic acid next to the commercial standard of 65% and they can be applied in foods with low soluble solids (diet or light food).

Key-words: pectin, guava, acid extraction, optimization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Estrutura química de um segmento da molécula de pectina.....	14
Figura 2	Goiaba <i>cv</i> Pedro Sato.....	20
Figura 3	Farinhas de polpa com casca, de polpa, de miolo e de casca de goiaba (canto superior esquerdo no sentido horário).....	32
Figura 4	Extração ácida de pectina.....	36
Figura 5	Precipitação alcoólica de pectina.....	36
Figura 6	Pectina extraída úmida (a) e seca (b).....	37
Figura 7	Efeito das variáveis “concentração de ácido cítrico” e “tempo” e suas interações sobre o rendimento de extração de pectina da farinha de polpa de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato.....	39
Figura 8	Efeitos na extração de pectina a partir da farinha de polpa de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato.....	40
Figura 9	Gráficos de curva de nível do rendimento [g (100 g) ⁻¹] da extração de pectina a partir da farinha de polpa de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g) ⁻¹].....	41
Figura 10	Gráfico de superfície de resposta do rendimento [g (100 g) ⁻¹] da extração de pectina (legenda) a partir da farinha de polpa de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g) ⁻¹]..	42
Figura 11	Efeito das variáveis “concentração de ácido cítrico” e “tempo” e suas interações no rendimento de extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato.....	45
Figura 12	Efeito da extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato.....	45
Figura 13	Gráficos de curva de nível do rendimento [g (100 g) ⁻¹] de extração de pectina (legenda) a partir da farinha de polpa com casca de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g) ⁻¹].....	47
Figura 14	Gráfico de superfície de resposta do rendimento [g (100 g) ⁻¹] da extração de pectina a partir de polpa com casca de goiaba <i>cv</i> Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g) ⁻¹]..	48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Conteúdo de pectina de alguns frutos.....	19
Tabela 2	Matriz do delineamento experimental.....	27
Tabela 3	Médias e desvios-padrão das características físicas e químicas do fruto inteiro, casca, polpa, polpa com casca e miolo de goiaba.....	30
Tabela 4	Médias e desvios-padrão das características físicas e químicas das farinhas da casca, polpa, polpa com casca e miolo de goiaba.....	33
Tabela 5	Planejamento experimental e rendimento médio de pectina extraída a partir da farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato.....	37
Tabela 6	Análise de variância do rendimento da extração de pectina a partir da farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}] e do tempo de extração (min).....	38
Tabela 7	Análise de variância para o modelo ajustado do rendimento da extração de pectina a partir da farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}] e do tempo de extração (min)...	40
Tabela 8	Planejamento experimental e rendimento médio de pectina extraída a partir da farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato.....	43
Tabela 9	Análise de variância do rendimento da extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}] e do tempo de extração (min)...	44
Tabela 10	Análise de variância para o modelo ajustado do rendimento da extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}] e do tempo de extração (min).....	46
Tabela 11	Qualidade titulométrica das pectinas extraídas a partir das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba com ácido cítrico a 5 g (100 g)^{-1} , tempo de extração de 60 min a $97 \text{ }^\circ\text{C}$ e da pectina comercial.....	49

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	REVISÃO DA LITERATURA	13
2.1	PECTINA	13
2.1.1	Características	13
2.1.2	Grau de esterificação	14
2.1.3	Métodos de extração	15
2.1.4	Fontes alimentares de pectina	18
2.1.5	Importância da pectina na indústria de alimentos	20
2.1.6	Propriedades funcionais da pectina	22
3	MATERIAL E MÉTODOS	24
3.1	MATERIAL	24
3.2	MÉTODOS	24
3.2.1	Preparo da matéria-prima	24
3.2.2	Caracterização física e química das goiabas inteiras e suas frações <i>in natura</i> e das farinhas das frações obtidas.....	24
3.2.3	Planejamento experimental para otimização dos rendimentos das extrações de pectina a partir das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba	26
3.2.4	Caracterização titulométrica das pectinas das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba	27
3.2.5	Análise dos resultados	28
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
4.1	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DOS FRUTOS, FRAÇÕES E FARINHAS	30
4.2	EXTRAÇÃO DE PECTINA	35
4.2.1	Otimização da extração de pectina de polpa de goiaba	37
4.2.2	Otimização da extração de pectina de polpa com casca de goiaba	43
4.3	CARACTERIZAÇÃO TITULOMÉTRICA DA PECTINA	49
5	CONCLUSÃO	51
	REFERÊNCIAS	52

1 INTRODUÇÃO

A pectina é um polissacarídeo encontrado na parede celular de vegetais superiores, responsável pela estrutura dos frutos. A molécula é formada basicamente por ácido D-galacturônico unidos por ligações alfa-(1,4). Pectinas de diferentes plantas apresentam estrutura química comum, contudo podem existir diferenças em sua composição e na estrutura durante a fase de maturação.

As pectinas podem ser classificadas em alto e baixo grau de esterificação, conforme a quantidade de ácido galacturônico esterificado. As de alta esterificação (acima de 50%) formam gel após aquecimento em soluções com concentração de açúcar superior a 60% e pH inferior 3,6. Por sua vez, pectinas de baixa esterificação (abaixo de 50%) formam géis na presença de íons bivalentes, como o cálcio.

A aplicação da pectina na indústria de alimentos é muito versátil, uma vez que este aditivo apresenta propriedades geleificantes, espessantes e estabilizantes, podendo ser utilizada em uma ampla variedade de produtos lácteos, cárneos e de panificação, geléias, polpa de frutas, bebidas entre outros.

De maneira geral, o processo de obtenção de pectina abrange as etapas: extração aquosa do material utilizado, separação da pectina do extrato líquido e secagem. Os métodos de extração podem ser realizados com ácidos, bases ou enzimas, sendo o processo ácido o mais comum. A separação da pectina do extrato geralmente se dá na presença de álcoois e a secagem é realizada em temperaturas brandas entre 40 a 60 °C. As pectinas extraídas de frutas, no geral, são de alta esterificação, no entanto, podem existir de baixa esterificação. O método de extração tem influência direta no rendimento e nas propriedades da pectina. Na extração comercial são utilizados os ácidos inorgânicos, como o clorídrico e o nítrico, o que gera resíduos tóxicos. Com a crescente procura por processos alternativos em que se obtenham resíduos não tóxicos e que possam ser aproveitados, ocorre uma tendência em utilizar ácidos orgânicos, como o cítrico.

Há vários estudos de aproveitamento de diferentes frutos e resíduos para extração de pectina, no entanto, apesar da goiaba (*Psidium guajava* L.) conter quantidade razoável de pectina, existe poucas informações sobre o seu uso como fonte de extração. Além disso, ocorre grande perda pós-colheita deste fruto em virtude da falta de padrão dos mesmos, quer pelo formato ou pela coloração inadequada para comercialização. Estudos de extração de

pectina utilizando goiaba poderiam contribuir para o aproveitamento deste fruto, reduzindo com isso as perdas.

Diante do exposto, os objetivos deste trabalho foram caracterizar a matéria-prima *in natura*, as farinhas das frações de goiaba cv Pedro Sato e otimizar os fatores que influenciam nos rendimentos de extração de pectina das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba. Assim como caracterizar as pectinas obtidas nos pontos ótimos quanto ao grau de esterificação, comparando-as com a pectina comercial.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 PECTINA

Há grande interesse na pesquisa com pectina, devido às propriedades geleificante, estabilizante e espessante em alimentos, por ser uma fibra dietética e por ser um importante componente das paredes celulares de plantas. Devido a evidências de que a pectina reduz níveis plasmáticos de colesterol e regula a glicose sanguínea, há um crescente aumento no consumo de alimentos e produtos alimentares com altos teores desta fibra solúvel (KLIEMANN, 2006).

2.1.1 Características

A pectina é um polissacarídeo constituinte da parede celular de plantas dicotiledôneas, sua função é contribuir para a adesão entre as células e para a resistência mecânica da parede celular. A associação de pectina com a celulose e a hemicelulose dá origem a protopectina nos tecidos vegetais. A protopectina, de natureza insolúvel, é facilmente hidrolisada por aquecimento, em meio ácido, formando pectina (ORDOÑEZ-PEREDA, 2005; THAKUR; SINGH; HANDA, 1997).

Nos tecidos vegetais imaturos, predomina a protopectina e com a evolução da maturação dos frutos ocorre liberação de cálcio e solubilização do polímero péctico pela ação de enzimas específicas (pectinametilesterase e poligalacturonase) formando a pectina. A enzima pectinametilesterase (PME) é responsável pelo rompimento das ligações metil-éster e a enzima poligalacturonase (PG) transforma os polímeros de ácido galacturônico em ácidos pécticos, solúveis em água. O processo de solubilização das pectinas contribui para o amaciamento dos tecidos pela redução da força de coesão entre as células em função da ação enzimática (DA-SILVA; FRANCO; GOMES, 1997). As mudanças fisiológicas dos frutos durante a maturação, armazenamento ou processamento relacionam-se com as transformações das pectinas quanto ao seu grau de esterificação, peso molecular e grau de acetilação (MAY, 1990).

A estrutura química da pectina (Figura 1) tem sido alvo de investigações científicas. Elucidações da estrutura da molécula de pectina são importantes para entender sua função no crescimento e no desenvolvimento da planta, durante o amadurecimento dos frutos, em

processamento de alimentos e como fibra funcional. Como a maioria dos outros polissacarídeos, as pectinas são heterogêneas com respeito à estrutura química e o peso molecular, variando sua composição conforme a fonte de origem do tecido botânico e as condições de extração (ORDOÑEZ-PEREDA, 2005; THAKUR; SINGH; HANDA, 1997).

O principal componente péctico é o homogalacturano, consistindo de alfa-D-resíduos de ácido galacturônico unidos por ligações glicosídicas alfa-(1,4). O grupo carbóxi de resíduos do ácido galacturônico pode ser esterificado com grupos metílicos, sendo que o grau de esterificação muda significativamente dependendo do grau de diferenciação das células na presença de algumas condições patológicas como infecções por fungos fitopatogênicos. Não apenas em número, mas também a distribuição de grupos carbóxi de ácido galacturônico ao longo da cadeia homogalacturano têm influência nas propriedades da pectina e na firmeza da parede celular (THAKUR; SINGH; HANDA, 1997).

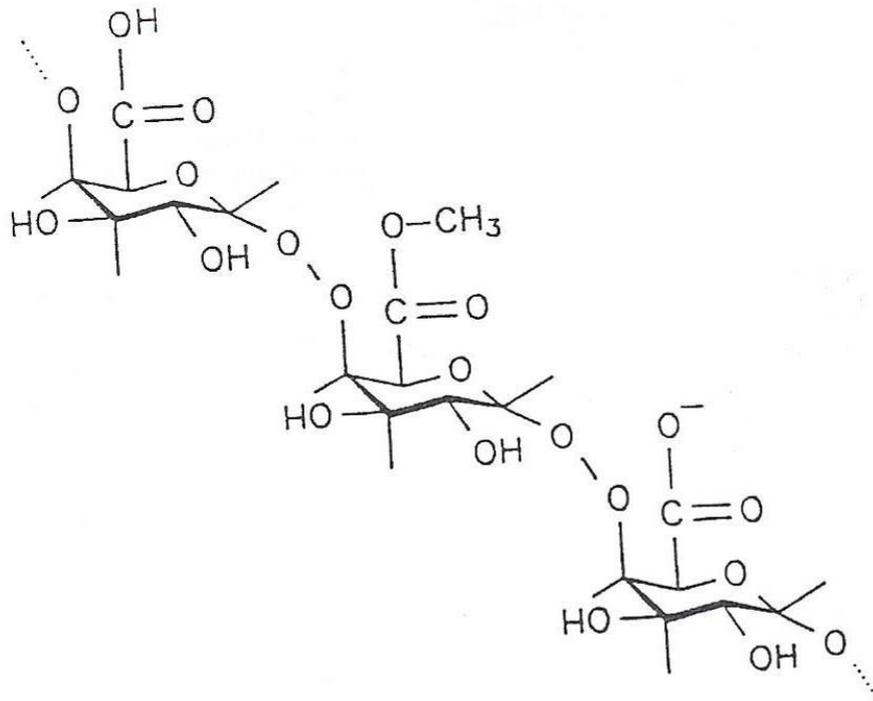


Figura 1. Estrutura química de um segmento da molécula de pectina.

Fonte: Thakur, Singh e Handa (1997).

2.1.2 Grau de esterificação

O grau de esterificação corresponde à quantidade de mol de metanol por 100 mol de ácido galacturônico (GUILLOTIN et al., 2005). A determinação desta porcentagem requer medidas do conteúdo metóxi e de ácido anidrogacturônico. O grau de esterificação e a

massa molar da pectina têm influência nas propriedades do gel. A velocidade de formação do gel está relacionada com o grau de esterificação, já a força do gel depende do tamanho da molécula (KLIEMANN, 2006).

Pectinas com alto grau de esterificação apresentam valor superior a 50% de grupos carboxílicos esterificados e formam géis com conteúdo de sólidos acima de 60% e em pHs entre 2,8–3,6. Pectinas de baixa esterificação apresentam valor inferior a 50% de grupos carboxílicos esterificados e tem a propriedade de formar géis termo-reversíveis pela interação com o cálcio em uma larga faixa de sólidos solúveis (10-80%) e de pH (2,6-6,0). Como o pH final deve estar entre 3,0-3,2, para que se possa obter uma geleificação adequada e como nem sempre o pH natural das frutas corresponde a este valor é necessário fazer o ajuste através da adição de ácidos ou sais tamponantes permitidos pela legislação (DZIEZAK, 1991; THAKUR; SINGH; HANDA, 1997).

Comercialmente, pectinas de alta esterificação são descritas como de lenta, de média ou de rápida solidificação, referindo-se ao tempo de geleificação; pectinas de “rápida solidificação” têm um grau de esterificação de aproximadamente 75% enquanto que de “lenta solidificação”, de 60%. As aplicações para cada tipo variam de acordo com o processamento. Geralmente pectinas de lenta solidificação encontram uso em confeitos e as de rápida solidificação em aplicações mais especializadas, como na distribuição uniforme de pedaços de fruta em geleadas (DZIEZAK, 1991).

2.1.3 Métodos de extração

As substâncias pécticas são geralmente extraídas por métodos químicos e enzimáticos. A extração de pectina é um processo de múltiplos estágios físicos e químicos em que a hidrólise e a extração de macromoléculas do tecido vegetal e sua solubilização sofrem influência de diversos fatores como temperatura, pH, tipo de ácido e tempo de extração (PAGÁN et al., 2001). Comercialmente, a pectina é extraída por tratamento da matéria-prima com solução de ácido inorgânico com pH em torno de 2,0, sob aquecimento. O extrato obtido é submetido aos processos de filtração, clarificação e concentração para posteriormente ser comercializado na forma líquida. Pectina em pó pode ser produzida a partir da mistura do extrato líquido com álcool, sendo a pectina precipitada, seca e triturada (MAY, 1990).

Vários estudos constataram que o tipo de ácido interfere no processo de extração de pectina. Canteri-Schemin et al. (2005) utilizaram sete tipos de ácidos (cítrico, fosfórico, clorídrico, nítrico, málico, tartárico e sulfúrico) para avaliar a extração de pectina de bagaço

de maçã; dos ácidos estudados, o ácido cítrico apresentou maior rendimento de extração. A extração foi realizada sob refluxo a 97 °C por 30 min (soluto/solvente 1:50), pH de 2,5 para cada tipo de ácido, sendo precipitados com etanol (95 °GL). Fertoni et al. (2006) também utilizaram ácidos inorgânicos e orgânicos para extrair pectina de bagaço de maçã. Os ácidos usados na extração foram nítrico, clorídrico, succínico, láctico, tricloro-acético, cítrico e málico. As condições de extração foram ebulição por 10 min e ao final, resfriamento em banho de gelo. Os autores diferenciaram dois tipos de comportamento dos agentes ácidos; nos ácidos inorgânicos, liberação de pectina em baixas concentrações de ácido e destruição em teores mais elevados, e nos ácidos orgânicos, rendimento gravimétrico crescente, indicando agregação de grupamentos orgânicos na estrutura. O ácido nítrico apresentou o melhor rendimento gravimétrico [20 g (100 g)⁻¹] com concentração de 100 mMol (L)⁻¹, em uma razão soluto:solvente 1:40.

Kalpathy e Proctor (2001) investigaram o efeito da concentração do ácido na extração de pectina a partir da casca de soja e a influência do pH do solvente de precipitação, no rendimento e na pureza da pectina obtida. Os autores estabeleceram como condição ótima para extração de pectina da casca de soja, a utilização de ácido clorídrico a 0,05 N e precipitação com álcool a 3,5 de pH. Os pesquisadores observaram que soluções concentradas de ácidos podem induzir ao aumento da solubilidade de moléculas menores de pectina, devido à hidrólise parcial, podendo estas não precipitar com a adição de álcool, resultando em menor rendimento. Além disso, meios de precipitação mais ácidos (pH em torno de 2,0) favorecem precipitações de outros componentes além da pectina, reduzindo a pureza do produto. Esses estudos sugerem que tanto o tipo de ácido quanto a concentração, utilizada na extração da pectina, constituem fator importante no processo.

Por outro lado, a temperatura do processo de extração também influencia no rendimento da pectina. Pagán et al. (2001) extraíram pectina do resíduo de pêssgo estocado sob refrigeração. A extração foi feita utilizando ácido nítrico em reator encamisado a 60 °C e 80 °C e pH variando entre 1,20-2,53 durante 80 min. A pectina foi precipitada com etanol a 96% e seca em estufa a vácuo até peso constante. Os autores constataram que o pH e a temperatura tiveram uma notável influência no rendimento da extração da pectina. Para um tempo constante, com o aumento da temperatura e a diminuição do pH, o rendimento do extrato de pectina aumentou. Eles obtiveram maior rendimento de pectina a 80 °C por 60 min de extração a valores de pH menores que 1,50.

Pectinas de folhas de *Cissampelos pareira*, uma planta trepadeira da Tailândia, foram extraídas sob condições de pH entre 3,0-7,0, temperaturas entre 25-90 °C, tempos entre 20-60 min e precipitação em etanol a 95%. As condições ótimas para extração de pectina foram à razão sólido: solvente 1:50, em água destilada a 25-28 °C e pH 3,8-4,0, por 60 min. A pectina extraída foi de baixa esterificação, consistindo de 70-75% de ácido urônico (SINGTHONG et al. 2005).

Levigne et al. (2002) avaliaram parâmetros como pH, temperatura e tipo de ácido na extração de pectina de beterraba. O tipo de ácido utilizado, clorídrico ou nítrico, não influenciou as características das pectinas extraídas. O teor de ácido galacturônico ficou constante em todas as condições de extração, ao contrário dos graus de esterificação e acetilação que mostraram variações.

Yapo et al. (2007) estudaram o efeito das condições de extração com ácido sulfúrico sobre o rendimento e propriedades funcionais de pectina de beterraba, e observaram que as condições mais apropriadas para obtenção de pectina com maior grau de pureza foram pH 1,5 e 80 °C, por uma hora.

Calliari (2004) utilizou a enzima poligalacturonase comercial obtida do fungo *Aspergillus niger* e a produzida em laboratório a partir da levedura *Kluyveromyces marxianus* para extrair pectina do bagaço de laranja. O rendimento da extração com a enzima de laboratório foi superior (15,61%) em relação à comercial (4,54%). As diferenças encontradas foram relacionadas à natureza da fonte de obtenção da enzima. Aparentemente, a enzima de *Aspergillus niger* favoreceu à degradação da pectina e não à extração, originando dessa forma menor rendimento.

Outros pesquisadores estudaram condições de pré-tratamento na extração de pectina. Kratchanova; Pavlova; Panchev (2004) e Liu; Shi; Langrish (2006) observaram que o pré-tratamento com microondas aumenta as características porosas dos capilares da parede celular, além de inibir a atividade da enzima pectinesterase, evitando a degradação da pectina pela ação enzimática. Essas alterações podem aumentar o rendimento da pectina durante a extração, bem como favorecer a força do gel. Segundo Fishman et al. (2006), moléculas de pectina de lima tornaram-se menos compactas com maiores tempos de aquecimento em microondas, facilitando a extração.

Liu, Shi e Langrish (2006) estudaram a extração de pectina da casca (albedo e flavedo) da laranja. Para a parte do flavedo, os autores utilizaram os métodos de extração com pressão (semelhante à técnica utilizada para extração de óleo de cítricos), extração com microondas e

processo combinado de pressão e microondas. No albedo, foram utilizados os métodos de extração de Soxhlet e de microondas. O método de microondas possibilitou maior rendimento na extração. As extrações com microondas de flavedo e albedo mostraram que a pectina é encontrada principalmente no albedo, sendo que o flavedo corresponde a 27% do total extraído. O método combinado de pressão e microondas se mostrou melhor na extração de pectina do flavedo que os métodos separados. Os autores sugeriram que as microondas ajudam a quebrar a estrutura celular, facilitando a posterior extração de pectina.

Zhongdong et al. (2006) estabeleceram parâmetros pelos quais a pectina pode ser extraída em um tempo menor e com melhor qualidade. O trabalho foi focado na extração de pectina da casca de laranja sob condições de microondas. As fatias de casca de laranja foram mergulhadas em solução de HCl pH 2 por 10 min. As amostras (incluindo o líquido) foram aquecidas a 85 °C por 5 min em aparelho de microondas, a uma frequência de 2450 MHz e potência de 1000 W, e filtradas. Com o uso de microondas, os autores também constataram que a pectina foi extraída de maneira mais rápida, pois a temperatura e a pressão interna das células aumentam rapidamente favorecendo ao rompimento da parede celular com conseqüente liberação da pectina. O tempo requerido para o processo de extração foi de uma hora para o método clássico e de cinco minutos para o método de microondas.

2.1.4 Fontes alimentares de pectina

As fontes mais usuais para a extração de pectina comercial são os albedos cítricos e o bagaço de maçã, sendo as frutas cítricas as mais utilizadas (MAY, 1990; THAKUR; SINGH; HANDA, 1997), e por anos foram as principais fontes de extração. Atualmente, existem inúmeras pesquisas sobre extração de pectina de diferentes fontes, ressaltando-se o aproveitamento de resíduos de indústrias. As pectinas obtidas apresentam características diferentes, que variam conforme sua origem, permitindo uma ampla utilização na indústria (WILLATS; KNOX; MIKKELSEN, 2006). Na Tabela 1, mostra-se o teor de pectina presente em diferentes vegetais.

A procura por novas fontes de pectina é constante, entre as mais recentes podem ser citadas o tomate, cascas de manga e soja, entre outros. Segundo Sharma, Liptay e Le Marguer (1998), a pectina do tomate apresenta propriedades geleificantes e emulsificantes bastante promissoras, principalmente por apresentar alto grau de metoxilação (87,8-88,5%). Estudos realizados por Berardini et al. (2005) mostraram que a casca de manga também é uma

boa fonte de pectina. Gnanasambandam e Proctor (1999) observaram que a utilização de casca de soja, quando submetida a um pré-tratamento para inativação de enzimas antes da extração, favoreceu ao aumento do teor de pectina, obtendo aproximadamente 15% de rendimento.

Tabela 1. Conteúdo de pectina de alguns frutos.

Fruto	% pectina (base úmida)
Maçã (<i>Malus spp.</i>)	0,50-1,60
Bagaço de maçã	1,50-2,50
Banana (<i>Musa acuminata</i>)	0,70-1,20
Polpa de beterraba (<i>Beta vulgaris</i>)	1,0
Carambola (<i>Averrhoa carambola</i>)	0,66
Cenoura (<i>Daucus carota</i>)	0,20-0,50
Limão (<i>Citrus limon</i>)	2,50-4,0
Manga (<i>Mangifera indica</i> L.)	0,26-0,42
Albedo de laranja (<i>C. cinesis</i>)	3,50-5,50
Goiaba (<i>Psidium guajava</i> L.)	0,77-0,99
Mamão (<i>Carica papaya</i>)	0,66-1,0
Maracujá (<i>Passiflora edullis</i> S.)	0,50
Casca do maracujá	2,10-3,0
Pêssego (<i>Prunus persica</i>)	0,10-0,90
Abacaxi (<i>Ananas comosus</i> L.)	0,04-0,13
Morango (<i>Fragaria ananassa</i>)	0,60-0,70
Tamarindo (<i>Tamarindus indica</i> L.)	1,71
Tomate (<i>Lycopersicon esculentum</i>)	0,20-0,60

Fonte: Thakur, Singh e Handa (1997).

Singthong et al. (2005) extraíram pectina de folhas de *Cissampelos pareira*, uma planta trepadeira da Tailândia. A pectina extraída foi de baixa esterificação, consistindo de 70-75% de ácido urônico. As folhas apresentaram grande potencial como fonte de hidrocolóide, com ampla aplicação para a indústria de alimentos em função de suas propriedades geleificantes.

A goiaba (*Psidium guajava* L.) se destaca, entre os frutos tropicais, devido às suas características sensoriais e nutricionais, sendo fonte de vitamina C, açúcares, fibras e minerais (AZZOLINI, 2002). A goiaba é rica em pectina, sendo seu teor influenciado por fatores como cultivar, estágio de maturação, época de desenvolvimento dos frutos e fatores climáticos (CERQUEIRA, 2007). Dentre os cultivares disponíveis no Brasil cabe destacar: Kumagai, Ogawa, Pedro Sato, Sassaoka, Rica e Paluma. A cultivar Pedro Sato foi selecionada por agricultores do Estado do Rio de Janeiro e se destaca por possuir frutos grandes e película

rugosa (Figura 2). O formato é oblongo, a polpa é rosada, espessa e firme, possuindo cavidade cheia e poucas sementes (AZZOLINI, 2002).



Figura 2. Goiaba *cv* Pedro Sato.

2.1.5 Importância da pectina na indústria de alimentos

Há muitos anos a indústria de alimentos busca tecnologias para melhorar os produtos alimentícios ou para inovar em novos produtos na textura, sabor e aparência. Vários agentes geleificantes tais como, a carragenana, o alginato, as gomas guar e xantana, a gelatina, o amido e as pectinas são usados para mudar a textura de alimentos industrializados. Estes hidrocolóides são usados em diferentes aplicações uma vez que as propriedades geleificantes e espessantes são dependentes das condições do produto (pH, presença de solutos, sais e temperatura). As pectinas são principalmente extraídas de frutas e são, portanto, agentes geleificantes naturais (HAMINIUK, 2007).

Por ser um produto natural e devido suas diferentes propriedades físicas, as pectinas são amplamente usadas em diferentes alimentos: geléias, marmeladas, iogurtes, sobremesas, balas, molhos para saladas, molhos de tomates, entre outros (PAGÁN; IBARZ, 1999; THAKUR, SINGH; HANDA, 1997). Os diferentes tipos de pectinas podem ser utilizados em diferentes aplicações.

Pectinas de alto grau de esterificação são usadas em produtos ricos em açúcar como as geléias (acima de 60% de sólidos solúveis). Elas podem ser usadas em bebidas lácteas uma vez que previnem a agregação da caseína durante o aquecimento em um pH abaixo de 4,3 (NAKAMURA et al., 2006).

Com o crescimento da demanda por produtos com baixa quantidade de calorias pelos mercados, em função da preocupação dos consumidores com o peso corporal, geléias com açúcares redutores e com 30% de sólidos solúveis são produzidas usando pectinas de baixo teor de esterificação. Estas pectinas também podem ser usadas em produtos de panificação, como recheio de bolos, uma vez que o seu gel é termicamente reversível, ou seja, irá derreter e voltará a formar um bom gel durante o resfriamento. Além disso, tem uma menor tendência de apresentar sinerese (MAY, 1990).

O desenvolvimento de produtos livres de gorduras (*fat free*) tem aumentado a utilização da pectina em produtos como molhos para saladas, sorvetes e produtos emulsificantes para carne, substituindo a gordura pela pectina (KALAPATHY; PROCTOR, 2001).

Seu uso na formulação de produtos lácteos tem favorecido o desenvolvimento de um extenso espectro de texturas em sobremesas, formando géis firmes ou aerados, devido ao cálcio presente no leite (MAY, 1990). Os mecanismos de estabilização de pectinas de alta esterificação em bebidas lácteas acidificadas foram estudadas por Nakamura et al. (2006). A pectina adicionada ao leite desnatado antes da acidificação absorveu na superfície as micelas de caseína via interações eletrostáticas, prevenindo dessa forma a agregação de caseína. Laurent e Boulenger (2003) também utilizaram pectina como estabilizante em bebida láctea, sendo que a pectina de baixa esterificação proporcionou a melhor estabilização das bebidas. Hansson, Andersson e Leufvén (2001) verificaram o uso de pectina na estabilidade de refrigerante.

Sharma, Liptay e Le Marguer (1998) mostraram que a pectina de tomate apresenta propriedade emulsificante, facilitando seu uso em emulsões óleo/água e molhos de saladas. Nachtigall et al. (2004) estudaram a associação das gomas xantana e carragena com pectinas de baixa esterificação para evitar a sinerese em geléias e melhorar a textura frágil em geléias *light*, influenciando positivamente na aceitabilidade do produto junto ao consumidor.

Yapo et al. (2007) avaliaram a atividade emulsificante e a estabilidade da emulsão preparada com pectina de beterraba extraída a pH 1,5, por uma hora e 80 °C. A emulsão foi avaliada em temperaturas de 4 °C e 23 °C, com 1 e 30 dias de estocagem. Os autores concluíram que a pectina de beterraba favorece de maneira eficiente à estabilidade das emulsões de óleo em água.

Surh, Decker e Mc-Clements (2006) avaliaram a influência do pH e do tipo de pectina (alta ou baixa esterificação) na estabilidade e propriedades de emulsões de óleo em água

estabilizadas com caseinato de sódio. A estabilidade das emulsões foi melhorada pela pectina em pH 5,0, em função da multicamada formada pela pectina. O grau de esterificação das moléculas de pectina não influenciou na estabilidade da emulsão nos pHs estudados.

Mesbahi, Jamalian e Farahnaky (2005) também estudaram a aplicação de pectina de beterraba na tecnologia de alimentos. Os autores aplicaram pectinas de beterraba e cítrica em *ketchup* e em xarope de laranja. O uso de ambas as pectinas aumentou a viscosidade do *ketchup*, sendo que 0,7% de pectina de beterraba aumentou a viscosidade de 2420 cP para 3923 cP. No xarope de laranja, 0,7% de pectina de beterraba aumentou a viscosidade de 135 cP para 253 cP. No *ketchup*, as pectinas não influenciaram na cor; nos xaropes, contudo, a pectina de beterraba influenciou na cor final do produto. Os autores constataram ainda que a pectina de beterraba não possui boas propriedades geleificantes em relação à pectina cítrica. Contudo, pode ser usada como agente espessante.

Batista, Tanada–Palmu e Grosso (2005) e Giosafatto, Mariniello e Ring (2007) estudaram o uso da pectina de baixa esterificação em biofilmes. O uso da pectina se mostrou viável por tornar o filme altamente solúvel.

2.1.6 Propriedades funcionais da pectina

Alimento funcional pode ser definido como aquele que contém substâncias com atividade biológica própria e que pode estar envolvido direta ou indiretamente na prevenção e tratamento de doenças (BRASIL, 1999).

As fibras, compostas geralmente por carboidratos ou derivados de carboidratos de origem vegetal, são consideradas substâncias biologicamente ativas atuando na prevenção de certas doenças. A maior parte das substâncias caracterizadas como fibras são polissacarídeos não-amiláceos. Os efeitos orgânicos das fibras são distintos e dependem de suas características (TERPSTRA et al., 1998).

Os efeitos fisiológicos da fibra dietética são devidos à composição e às propriedades físicas dos polissacarídeos presentes. A absorção da glicose pelo organismo depende da presença de compostos capazes de formar soluções viscosas, como a pectina. A presença de fibra dietética nos alimentos consumidos retarda a absorção dos nutrientes auxiliando o aparecimento da sensação de saciedade. A fração insolúvel da fibra não tem qualquer efeito no metabolismo lipídico, enquanto a porção solúvel em água tem propriedades hipocolesterolêmicas (PIEIDADE; CANNIATTI-BRAZACA, 2003).

A pectina é considerada uma fibra dietética solúvel em água. Várias pesquisas demonstram que sua ingestão pode reduzir os níveis séricos de colesterol e triglicérides em ratos e também em seres humanos. Estudos realizados em seres humanos também mostram que a pectina cítrica, além da goma guar e da *Psyllium* (semente de *Plantago ovato*) são agentes hipocolesterolêmicos (FIETZ; SALGADO, 1999).

Vários mecanismos foram propostos para explicar a ação das fibras solúveis formadoras de géis, como as pectinas, na redução dos níveis séricos e triglicérides. As fibras, sozinhas ou em combinação, podem atuar da seguinte forma: (a) alterando a digestão e absorção dos lipídeos dietéticos e/ou aumentando a excreção fecal dos ácidos biliares e esteróis neutros, agindo como seqüestrantes dos ácidos biliares; (b) aumentando a produção de ácidos graxos de cadeia curta no cólon, devido à fermentação e/ou (c) diminuindo a porcentagem de ácidos biliares na bile, embora aumentem a de ácidos biliares secundários. As fibras solúveis se complexam com os ácidos no intestino delgado e são resgatadas no cólon e aí convertidos, por bactérias, em ácidos biliares secundários. Também ocorre aumento na síntese do colesterol hepático devido à regulação da homeostase do colesterol corporal total (FIETZ; SALGADO, 1999; PIEDADE; CANNIATTI-BRAZACA, 2003; TERPSTRA et al., 1998).

Fietz e Salgado (1999) avaliaram o efeito da pectina, de alta e de baixa esterificação, e da celulose sobre os níveis de colesterol e triglicérides em ratos. Os tratamentos com pectina de alta esterificação foram mais efetivos.

Piedade e Canniatti-Brazaca (2003) estudaram o efeito do resíduo do abacaxizeiro e da pectina cítrica de alta esterificação no nível de colesterol de ratos. A pectina foi mais efetiva na diminuição do colesterol total e LDL-colesterol. A redução dos níveis séricos da fração LDL-colesterol foi atribuído ao aumento da ingestão de fibras solúveis, favorecendo a fermentação, o que reduz a síntese daquela fração.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

A matéria-prima objeto de investigação deste trabalho foi a goiaba (*Psidium guajava* L.) da cultivar *Pedro Sato* vermelha. As goiabas foram colhidas e adquiridas no mês de fevereiro de 2007 no pomar da Gleba do distrito de Santa Terezinha, município de Itaporã, Estado de Mato Grosso do Sul, Brasil.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Preparo da matéria-prima

Foram selecionados vinte quilos de goiabas de acordo com o peso (130 a 140g), tamanho, aparência (frutas sadias), formato (uniforme) e grau de maturação maduro definido pela coloração amarela da casca observada visualmente a fim de obter amostras mais homogêneas.

Os frutos foram lavados, sanitizados com dicloro s. triazinatriona sódica dihidratada, da marca Sumaveg, na concentração de 0,66% por 10 min e levemente enxugados com papel absorvente. Em seguida, os frutos foram divididos em quatro lotes e fracionados manualmente com facas de aço inoxidável para posterior secagem: 1) polpa com casca, sem miolo; 2) goiabas descascadas e sem miolo (polpa); 3) casca e 4) miolo. De cada lote, foram retirados cinco frutos, aleatoriamente, e mantidos sob refrigeração por 24 horas, para posterior caracterização física e química do fruto *in natura*.

As frações de cada lote foram secas separadamente em estufa com circulação forçada de ar a 55 °C durante 72 h e moídas em moinho de facas da marca Marconi, até obtenção das farinhas que foram armazenadas em recipientes de vidro hermeticamente fechados a temperatura ambiente.

3.2.2 Caracterização física e química das goiabas inteiras e suas frações *in natura* e das farinhas das frações obtidas

Para cada lote foram amostrados dois grupos com aproximadamente 350 g (cerca de 2,5 frutos) de goiabas inteiras e separados em cascas, polpa com casca e miolo *in natura*. Em seguida foram submetidas à análise de pH, acidez titulável e teor de sólidos solúveis, enquanto as amostras de polpa das frutas *in natura*, além das análises já citadas, foram avaliadas quanto aos teores de açúcares totais e redutores. Os pHs das amostras foram medidos por meio de leituras diretas em potenciômetro digital, marca Mettler Toledo, modelo pH320 (Brasil), previamente calibrado com soluções-padrão de pH 4,0 e 7,0, a partir das frutas inteiras ou de suas frações liquefeitas e homogeneizadas a temperatura controlada de 25 °C. Os teores de sólidos solúveis foram mensurados por leitura direta em refratômetro digital, marca Carlzeissjena, modelo I, precisão 0,1 °Brix, enquanto os valores de acidez titulável foram determinados por titulação com solução de NaOH 0,1 N (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2005). Os teores de açúcares totais e redutores foram determinados pelo método químico de Lane Eynon, baseado na oxidação do cobre (RANGANNA, 1977).

As diferentes farinhas foram submetidas às análises descritas a seguir. Os teores de umidade foram determinados por secagem das amostras em estufa a 105 °C até peso constante, as cinzas foram quantificadas utilizando-se o método de incineração a 550 °C e a acidez titulável por titulação com solução de NaOH 0,1 N. Todas as análises foram realizadas de acordo com as técnicas descritas pelo Instituto Adolfo Lutz (2005). Os teores de açúcares totais e de redutores foram determinados pelo método químico de Lane Eynon baseado na oxidação do cobre (RANGANNA, 1977). As determinações das atividades de água foram realizadas por meio de medidas diretas em higrômetro Aqualab, modelo CX-2T (Aqualab – Decagon Devices Inc., USA) a temperatura de 25 °C. Os pHs das amostras foram medidos por meio de leitura direta em potenciômetro digital, marca Mettler Toledo, modelo pH320 (Brasil), previamente calibrado com soluções-padrão de pHs 4,0 e 7,0, a partir da solubilização das amostras com água destilada.

A quantificação dos teores de pectina seguiu a metodologia descrita por Ranganna (1977). Foram pesados 25 g de cada amostra em um becker de 1000 mL. Foi realizada extração com 400 mL de ácido clorídrico 0,05 N em fervura por uma hora, com substituição da água perdida durante a evaporação. Estes materiais foram resfriados e transferidos para balões de 500 mL, onde os volumes foram completados com água, agitados manualmente com inversão dos balões durante aproximadamente 2 min e filtrados através de papel

Whatman nº4. Duas alíquotas de 100 mL de cada filtrado foram transferidas para dois béckeres de 1000 mL, e em cada um destes foram adicionados 300 mL de água destilada e 10 mL de hidróxido de sódio 1 N, agitando-os continuamente, sendo a seguir deixados em repouso por uma noite. Após este período, foram adicionados 50 mL de solução de ácido acético, e cinco minutos depois, adicionou-se sob agitação 50 mL da solução de cloreto de cálcio. Depois de uma hora de repouso, os materiais foram levados à ebulição durante 1 min, e em seguida filtrados em papel de filtro previamente preparado (o papel foi umedecido com água quente, colocado em estufa a 105 °C durante duas horas, resfriado em dessecador e pesado em recipiente com tampa). O precipitado foi lavado com água quase em ebulição, até que todo cloreto fosse eliminado. A presença de cloretos foi verificada utilizando-se solução de nitrato de prata 1%. Os papéis de filtro contendo os precipitados foram transferidos para recipientes com tampa, que foram mantidos em estufa a 100 °C durante uma noite, resfriados em dessecador e pesados. O cálculo da quantidade de pectato de cálcio foi determinado através da equação 1.

$$(\%)Pectatodecálcio = \frac{P * 500 * 100}{V * A} \quad \text{Equação (1)}$$

Onde: P = massa de pectato de cálcio (g)

V = volume do filtrado (mL)

A = massa da amostra (g)

Todas as análises físicas e químicas foram realizadas em triplicata.

3.2.3 Planejamento experimental para otimização dos rendimentos das extrações de pectina a partir das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba

A pectina foi extraída em meio ácido, utilizando-se o ácido cítrico. O procedimento para otimização do rendimento na extração das pectinas da goiaba foi realizado somente nas frações que apresentaram teores de pectina mais elevados. As amostras de cada farinha (4 g) foram dissolvidas em 200 mL de água destilada. As extrações foram realizadas a temperatura constante (97 °C) e sob diferentes condições experimentais de concentração de ácido cítrico (3,5-7,0 g. 100 g⁻¹) e de tempo (25-95 min). Após extração ácida, as amostras foram resfriadas a 4 °C por duas horas, filtradas em tecido de poliéster, sendo descartado o conteúdo

do filtro. Ao filtrado, contendo pectina, adicionou-se álcool etílico (95%) na proporção 1:2 (uma parte de solução de pectina e duas partes de álcool). Após uma hora de repouso houve a precipitação da pectina, sendo esta separada por filtração em tecido de poliéster. A pectina obtida foi seca em estufa de secagem a 55 °C até peso constante. O rendimento de pectina foi calculado a partir da quantidade inicial da matéria-prima utilizada (Equação 2).

Para otimização dos rendimentos das extrações de pectina das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba utilizou-se um delineamento composto central rotacional com quatro pontos axiais e três repetições no ponto central, totalizando 11 ensaios (RODRIGUES; IEMMA, 2005). As variáveis independentes escolhidas foram a concentração de ácido cítrico (g L^{-1}) e o tempo de extração (min). Os níveis originais reais das variáveis independentes foram definidos após a realização de testes preliminares e estão apresentados juntamente com os níveis codificados na Tabela 2. O rendimento em massa de pectina, extraída em cada experimento, foi considerada a variável resposta ou dependente. Os ensaios foram conduzidos com duas repetições e de maneira aleatória.

$$\text{Rendimento} = \frac{\text{pectinaextraída} * 100}{\text{massadefarinha}(\text{seca})} \quad \text{Equação (2)}$$

Onde: Pectina extraída = massa de pectina obtida após extração e secagem em gramas;

Massa de farinha (seca) = massa da amostra em base seca em gramas.

Tabela 2. Matriz do delineamento experimental.

Ensaio	Variáveis codificadas		Variáveis originais	
	Ácido cítrico (%)	Tempo (min)	Ácido cítrico (%)	Tempo (min)
1	-1	-1	3,5	35
2	1	-1	6,5	35
3	-1	1	3,5	85
4	1	1	6,5	85
5	-1,414	0	3	60
6	1,414	0	7	60
7	0	-1,414	5	25
8	0	1,414	5	95
9	0	0	5	60
10	0	0	5	60
11	0	0	5	60

3.2.4 Caracterização titulométrica das pectinas das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba

As amostras de pectina obtidas nas condições experimentais ótimas foram quantificadas por titulometria (WANG; PAGAN; SHI, 2002 apud FERTONANI, 2006). Aproximadamente 250 mg de pectina foi umedecida com 2 mL de álcool etílico P.A. e solubilizada em 25 mL de água deionizada sob agitação constante por 30 min em agitador magnético, sendo em seguida determinado o pH da solução. As carboxilas livres dos ácidos anidrogacturônicos foram neutralizadas com solução de NaOH 0,1 N. As carboxilas esterificadas após saponificação com 10 mL de solução de NaOH 0,25 N por 30 min à temperatura ambiente foram neutralizadas com 10 mL de solução de HCl 0,25 N e novamente neutralizadas com solução de NaOH 0,1 N, obtendo-se então os valores de mEq de NaOH referentes aos dois tipos de carboxilas, livres e esterificadas, respectivamente representados por mEq' e mEq''. Com os dados obtidos foram realizados os cálculos para determinação da quantidade de massa por mEq (Equação 3), teor de resíduos galacturônicos (Equação 4), teor de metoxilas (Equação 5), percentual de ácidos poligacturônicos (Equação 6), percentual de açúcares neutros (Equação 7) e grau de esterificação (Equação 8).

Quantidade de massa por mEquivalente	$Z = \frac{\text{massapectina}}{\text{mEq} \text{ totais}}$	Equação (3)
--------------------------------------	---	-------------

Teor de resíduos galacturônicos	$\text{AUA}\% = \frac{17600}{Z}$	Equação (4)
---------------------------------	----------------------------------	-------------

Teor de metoxilas	$\text{MeO}\% = \frac{(\text{mEq}'' * 31 * 100)}{\text{massapectina}}$	Equação (5)
-------------------	--	-------------

Percentual de ácido poligacturônico	$\text{Fraçãoácida} = \text{AUA}\% + \text{MeO}\%$	Equação (6)
-------------------------------------	--	-------------

Percentual de açúcares neutros	$\text{Fração} \text{ neutra} = 100 - \text{fração} \text{ácida}$	Equação (7)
--------------------------------	---	-------------

Grau de esterificação	$\text{DE} = \left(\frac{176}{31}\right) * \left(\frac{\text{MeO}}{\text{AUA}}\right)$	Equação (8)
-----------------------	--	-------------

3.2.5 Análise dos resultados

Os dados obtidos relativos à caracterização física e química da matéria prima, suas frações e de suas farinhas foram utilizados para calcular a média, desvio-padrão e coeficiente de variação. Também foram realizadas análises de variância e o teste Tukey ao nível de 5% de probabilidade de erro para comparação das médias obtidas.

Os dados de rendimento de pectina obtidos foram submetidos à análise de variância e análise de regressão múltipla para elaboração de modelos matemáticos com as variáveis codificadas, por meio do aplicativo SAS (THE SAS SYSTEM, 1992).

Os modelos matemáticos para análise dos resultados seguem a equação (9):

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2 \quad \text{Equação (9)}$$

Onde: y = rendimento da pectina em peso seco;

b_i = coeficientes de regressão para efeitos lineares;

b_{ik} = coeficientes de regressão da interação;

b_{ii} = coeficientes para regressão dos efeitos quadráticos;

x_i = níveis codificados experimentais das variáveis.

Para visualizar o efeito das variáveis sobre as respostas foram construídos gráficos de superfície de resposta e diagramas de Pareto, utilizando-se o programa Estatística (STATISTICA FOR WINDOWS, 1995).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA DOS FRUTOS, FRAÇÕES E FARINHAS

Os resultados médios das análises físicas e químicas do fruto inteiro, casca, polpa, polpa com casca e miolo de goiaba assim como os desvios-padrão encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3. Médias e desvios-padrão das características físicas e químicas do fruto inteiro, casca, polpa, polpa com casca e miolo de goiaba¹.

Característica	Fruto inteiro	Casca	Polpa	Polpa c/ casca	Miolo	CV*
Açúcares Redutores g (100 g) ⁻¹	nd	nd	5,90 ± 0,54	nd	nd	-
Açúcares Totais g (100 g) ⁻¹	nd	nd	8,00 ± 0,49	nd	nd	-
pH	3,78 ^A ± 0,02	3,22 ^D ± 0,02	3,48 ^C ± 0,03	3,49 ^C ± 0,02	3,69 ^B ± 0,02	0,01
Acidez Titulável g (100 g ác. cítrico) ⁻¹	0,38 ^B ± 0,01	0,41 ^B ± 0,01	0,50 ^A ± 0,03	0,41 ^B ± 0,02	0,24 ^C ± 0,01	0,04
Sólidos Solúveis (°Brix)	9,20 ^B ± 0,20	8,07 ^C ± 0,12	8,07 ^C ± 0,12	8,07 ^C ± 0,12	10,00 ^A ± 0,20	0,02

* CV – coeficiente de variação

nd – não determinado

¹ - Médias seguidas de letras sobrescritas iguais na mesma linha, não diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade pelo teste Tukey

Os teores médios de açúcares totais de 8,00 g (100 g)⁻¹ e de açúcares redutores de 5,90 g (100 g)⁻¹ para a polpa da goiaba obtidos neste trabalho foram maiores 30% para os açúcares totais e 14% para os açúcares redutores que os encontrados por Vila et al. (2007), para a cultivar Pedro Sato. Mattiuz e Durigan (2001) obtiveram valores médios 35% menores de açúcares redutores para a mesma cultivar; essas diferenças podem ser atribuídas a diferentes graus de maturação dos frutos ou condições climatológicas. Sato, Sanjinez-Argandoña e Cunha (2004), estudaram goiabas da cv Paluma e quantificaram valor médio de açúcares totais 24% superiores, sugerindo que além da diferença no grau de maturação e condições edafoclimáticas, a cultivar também influencia na composição centesimal do fruto. Segundo

Bashir, Abu-Bakr e Abud-Goukh (2003 apud SANJINEZ-ARGANDOÑA, 2005), o alto conteúdo de açúcares pode ser atribuído ao aumento da atividade enzimática responsável pela hidrólise do amido e também pelo declínio na velocidade de quebra do açúcar durante a respiração da fruta.

O pH médio das amostras de frutos *in natura* e das frações estudadas variaram entre 3,22-3,78, e diferiram ($P \leq 0,05$) entre si, com exceção das frações polpa e polpa com casca, que não diferiram ($P > 0,05$). O maior valor médio de pH foi observado no fruto inteiro, enquanto que a casca apresentou menor valor. Brunine, Oliveira e Varanda (2003) para polpa de goiaba *cv* Paluma encontraram pH 10% superior; Sato, Sanjinez-Argandoña e Cunha (2004) também obtiveram valores de pH na faixa de 3,6 a 4,0 para a polpa da mesma cultivar. A diferença observada pode estar associada às diferenças entre as cultivares. Hojo et al. (2007) encontraram valores médios de pH de 3,90 a 4,28 para frutos inteiros de goiabas *cv* Pedro Sato em diferentes épocas de poda. Logo, pode-se inferir que a época de poda, grau de maturação, tipo de solo e precipitação pluviométrica no período de colheita podem influenciar nas características físicas e químicas dos frutos.

Os valores médios de acidez titulável obtidos neste trabalho variaram entre 0,24-0,50, sendo menor para o miolo e maior para a polpa de goiaba. A acidez titulável da casca, polpa com casca e da fruta inteira foram semelhantes ($P > 0,05$) entre si, mas diferiram ($P \leq 0,05$) do miolo e da polpa. Os valores médios obtidos para sólidos solúveis e acidez titulável para o miolo foram de 10,00 °Brix de 0,24 g (100 g)⁻¹, respectivamente, o que sugere que essa fração apresenta-se mais doce ao paladar e menos ácido em relação às outras frações. Em relação à polpa, a maior acidez observada pode ser atribuída à maior presença do ácido ascórbico, além do ácido cítrico (SANJINEZ-ARGANDOÑA, 2005). No fruto inteiro o valor obtido foi 30% menor que o encontrado por Azzolini, Jacomino e Spoto (2004) para a mesma cultivar. No entanto, Mattiuz e Durigan (2001) determinaram valor próximo de acidez titulável para polpa com casca de 0,44 g (100 g)⁻¹ em goiabas Pedro Sato. Brunine, Oliveira e Varanda (2003) verificaram acidez titulável média de 0,41 g (100 g)⁻¹ para polpa da *cv* Paluma, por sua vez Jacomino et al. (2003) encontraram valores médios 30% superiores para a polpa da *cv* Pedro Sato. A variação observada entre os resultados obtidos neste trabalho e os da literatura podem ser atribuídos ao grau de maturação, além da diferença entre as cultivares e condições edafoclimáticas.

Os sólidos solúveis obtidos variaram entre 8,07-10,00 °Brix, não diferiram ($P > 0,05$) entre a casca, a polpa e a polpa com casca de goiaba, mas diferiram ($P \leq 0,05$) dos valores observados para o fruto inteiro e para o miolo. Esta variação era esperada visto que o miolo

geralmente é mais apreciado que a polpa justamente por apresentar maior doçura. Em relação ao fruto inteiro, Jacomino et al. (2003) relataram valor próximo de sólidos solúveis (9,38 °Brix), para a mesma cultivar. Mattiuz e Durigan (2001) determinaram valor médio semelhante de sólidos solúveis (8,03 °Brix) para polpa com casca da cv. Pedro Sato, enquanto Azzolini, Jacomino e Spoto (2004) reportaram valor médio, aproximadamente 3% menor de sólidos solúveis para a polpa de goiaba cv Pedro Sato.

A aparência das farinhas obtidas a partir da casca, da polpa com casca, da polpa e do miolo de goiaba podem ser observados na Figura 3 e as características físicas e químicas na Tabela 4. Poucos trabalhos têm sido realizados a respeito de farinhas obtidas do fracionamento de frutos e em nenhum se trabalhou com goiaba encorajando desta forma o estudo das farinhas da casca, polpa com casca, polpa e miolo de goiaba.



Figura 3. Farinhas de polpa com casca, de polpa, de miolo e de cascas de goiaba (canto superior esquerdo no sentido horário)

Os teores médios de umidade determinados para as diferentes farinhas variaram entre 10,52-13,24 g (100 g)⁻¹, sendo que estes não diferiram ($P > 0,05$) entre si, exceto a farinha de cascas de goiaba, que obteve a menor média. Os teores de umidade das farinhas de goiaba analisadas estão dentro dos limites estabelecidos pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), que estabelece o máximo de 15% (m/m) de umidade para farinhas (BRASIL, 2007). Como a umidade das farinhas estudadas foram inferiores a 13,50 g (100 g)⁻¹, pode-se considerar que tais produtos possuem boa estabilidade física e química, desde que sejam estocados adequadamente em embalagens hermeticamente fechadas (FERTONANI, 2006).

A atividade de água média oscilou em uma faixa de valores entre 0,37-0,45, diferindo ($P \leq 0,05$) entre as farinhas avaliadas. Alimentos com atividade de água menor que 0,60 são microbiologicamente estáveis (SANJINEZ-ARGANDOÑA, 2005). O valor de atividade de água da farinha de casca de goiaba de 0,37 foi o menor entre as farinhas analisadas, isso se deve a menor quantidade de água presente na casca em relação à polpa e ao miolo (Tabela 4).

Tabela 4. Médias e desvios-padrão das características físicas e químicas das farinhas de casca, polpa, polpa com casca e miolo de goiaba

Característica	Farinha de Cascas	Farinha de Polpa	Farinha de Polpa c/ Casca	Farinha de Miolo	CV
Umidade ¹ [g (100 g) ⁻¹]	10,52 ^B ± 0,75	12,55 ^A ± 0,44	13,24 ^A ± 0,28	12,51 ^A ± 0,62	0,04
Atividade de água	0,37 ^D ± 0,01	0,40 ^B ± 0,01	0,45 ^A ± 0,00	0,39 ^C ± 0,00	0,01
Cinzas [g (100 g) ⁻¹]	3,38 ^A ± 0,26	1,89 ^B ± 0,38	2,69 ^A ± 0,24	3,59 ^A ± 0,37	0,11
Açúcares totais [g (100 g) ⁻¹]	30,64 ^A ± 0,91	31,45 ^A ± 1,05	33,12 ^A ± 1,72	31,90 ^A ± 1,22	0,04
Açúcares redutores [g (100 g) ⁻¹]	9,57 ^A ± 0,35	9,83 ^A ± 0,15	9,03 ^A ± 0,10	9,32 ^A ± 0,24	0,02
pH	4,20 ^C ± 0,02	4,28 ^B ± 0,02	4,29 ^B ± 0,01	4,45 ^A ± 0,01	0,00
Acidez Total [g (100g ác. cítrico) ⁻¹]	2,04 ^B ± 0,00	2,27 ^A ± 0,04	2,12 ^B ± 0,05	1,64 ^C ± 0,06	0,02
Pectina [g pectato de cálcio (100g) ⁻¹]	0,85 ^{A,B} ± 0,06	1,02 ^A ± 0,12	1,02 ^A ± 0,11	0,68 ^B ± 0,07	0,10

CV – coeficiente de variação

¹ - Médias seguidas de letras sobrescritas iguais na linha não diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade pelo teste Tukey

Os teores médios totais de minerais nas farinhas, determinados pela análise de cinzas se distribuíram no intervalo de 1,89-3,59 g (100 g)⁻¹, não diferindo significativamente ($P > 0,05$) entre si, com exceção da farinha da polpa de goiaba, que foi menor ($P \leq 0,05$) que as demais. O teor de cinzas da farinha de casca de goiaba foi semelhante ao encontrado por Kliemann (2006) para farinha da casca do maracujá amarelo com flavedo de 3,36 g (100 g)⁻¹. Este autor comparou os resultados da farinha de maracujá amarelo com outras farinhas comerciais, concluindo que o produto é uma boa fonte de minerais. Trabalhos realizados com farinha de trigo (GUTKOSKI; NODARI; JACOBSEN-NETO, 2003) e farinha de mandioca (CHISTÉ et al. 2007) apresentaram teores de cinzas de 0,50 g (100 g)⁻¹ e de 0,54 g (100 g)⁻¹, respectivamente. Em um estudo com farinha de banana verde, Fasolin et al. (2007) reportaram valores de cinzas de 2,62 g (100 g)⁻¹, próximos ao teor médio verificado para a farinha de

polpa com casca de goiaba. Do exposto, considerando-se os resultados alcançados neste trabalho, pode-se concluir que todas podem ser consideradas como boas fontes de minerais.

Os teores médios de açúcares redutores variaram entre 9,03-9,83 g (100 g)⁻¹, enquanto os de açúcares totais variaram entre 30,64-33,12 g (100 g)⁻¹, o que permite afirmar que as farinhas obtidas a partir de diferentes frações de goiaba possuem considerável valor energético. Os teores de açúcares redutores e totais não diferiram ($P > 0,05$) entre as farinhas estudadas. Os teores de açúcares totais determinados para as farinhas de goiaba foram menores que o de 33,44 g (100 g)⁻¹ reportado por Fertonani (2006) para farinha do bagaço de maçã cv Joaquina, e de 32,54 g (100 g)⁻¹ verificado por Canteri-Schemin (2003) para maçã cv *Belgolden*, exceto a farinha de polpa com casca de goiaba que obteve valor maior. Na farinha de banana verde foram encontrados apenas traços de açúcares totais e redutores (FASOLIN et al., 2007). Considerando que os açúcares totais representam sensorialmente a doçura da fruta, é esperado que a maçã e a goiaba apresentem maior teor de açúcares do que a banana verde. Em relação ao teor de açúcares redutores, Canteri-Schemin (2003) verificou na farinha de bagaço de maçã valor de 30,20 g (100 g)⁻¹ muito superior aos valores observados nas farinhas de goiaba descritos neste trabalho.

Os açúcares totais são constituídos pelos açúcares redutores (monossacarídeos) e não-redutores (polissacarídeos), previamente hidrolisados (RIBEIRO; SERAVALLI, 2004). Portanto, de acordo com os dados obtidos, pode-se supor aproximadamente dois terços dos açúcares encontrados nas farinhas de goiaba estudadas são açúcares não-redutores, provavelmente sacarose.

As farinhas apresentaram pH variando entre 4,20 a 4,45, sendo considerados produtos ácidos (pH 4,0-4,5), o que possibilita maior estabilidade em relação à deterioração por microrganismos patogênicos (JAY, 2005). O pH diferiu ($P \leq 0,05$) entre as farinhas, com exceção das farinhas de polpa e de polpa com casca que não diferiram ($P > 0,05$) entre si. O menor pH foi observado na farinha de cascas, e o maior na farinha de miolo de goiaba. Miranda e El-Dash (2002) encontraram valor médio de pH de 6,2 para farinha de trigo integral, superior aos encontrados para as farinhas das frações de goiaba. É esperado que os valores da goiaba sejam superiores, uma vez que a goiaba apresenta pH inferior ao trigo.

A acidez titulável oscilou entre 1,64-2,27 g (100g de ácido cítrico)⁻¹. A menor média foi observada na farinha do miolo e o maior na farinha de polpa de goiaba, o que era esperado em função dos valores médios de pH obtidos para essas amostras. As médias de acidez titulável diferiram ($P \leq 0,05$) entre as farinhas, com exceção das médias das farinhas de cascas e de polpa com casca, que não diferiram ($P > 0,05$) entre si. Fertonani (2006) reportou acidez

pelo menos 40% menor para farinha de bagaço de maçã cv. Joaquina, valor inferior aos encontrados para as farinhas das frações da goiaba. CHISTÉ et al. (2006) analisaram dez amostras de farinha de mandioca do grupo seca e obtiveram valores de acidez total na faixa de 4,11 a 7,10 meq NaOH (100g)⁻¹. CHISTÉ et al. (2007) encontraram valor médio de 10,19 meq NaOH (100g)⁻¹ para farinha de mandioca

O teor médio de pectina nas farinhas analisadas distribuiu-se na faixa de 0,68-1,02 g (100 g)⁻¹. Os maiores teores de pectina foram observados nas farinhas de polpa e polpa com casca, que foram iguais, mas diferiram ($P \leq 0,05$) da farinha do miolo de goiaba, que apresentou o menor teor. O teor de pectina da farinha da casca foi intermediário aos teores encontrados para as farinhas de polpa, de polpa com casca e de miolo, não diferindo ($P > 0,05$) significativamente deles. Linhares et al. (2007), estudando polpas de goiaba Pedro Sato, relataram teor em base seca de pectina total de 0,88 g (100 g)⁻¹, Vila et al. (2007), valores em torno de 0,66 g (100 g)⁻¹ e Xisto et al. (2004), valores de pectina de 0,4 g (100 g)⁻¹ para a mesma cultivar. Considerando que a farinha de polpa de goiaba possui um teor médio de umidade de 12,55 g (100 g)⁻¹, o valor médio de pectina obtido está próximo ao verificado por Linhares et al. (2007), e maiores que os obtidos por Vila et al. (2007) e Xisto et al. (2004).

4.2 EXTRAÇÃO DE PECTINA

As Figuras 4 e 5 ilustram o processo de extração de pectina com ácido cítrico e sua precipitação alcoólica, respectivamente. A extração da pectina a partir de diferentes matérias primas por meio do uso de ácido cítrico tem sido frequentemente empregada em vários estudos (CALLIARI, 2004; CANTERI-SCHEMIN, 2003; KLIEMANN, 2006; MARCON et al., 2005). Na Figura 6 (a) observa-se a pectina em forma de gel, obtida após extração e precipitação e na Figura 6 (b) a pectina seca a 55 °C.



Figura 4. Extração ácida de pectina.



Figura 5. Precipitação alcoólica de pectina.

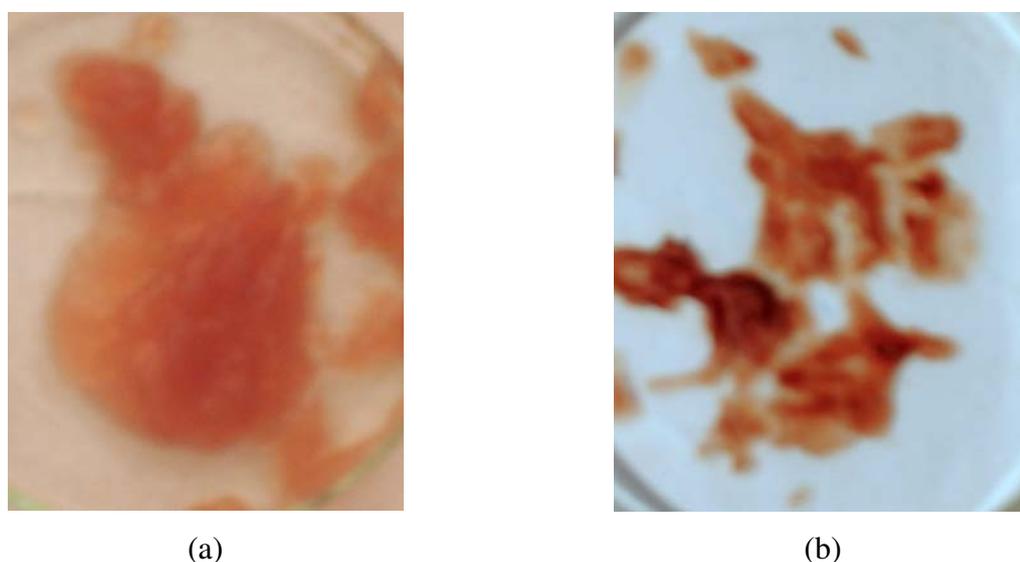


Figura 6. Pectina extraída úmida (a) e seca (b).

4.2.1 Otimização da extração de pectina da polpa de goiaba

Na Tabela 5 apresentam-se os rendimentos médios de pectina extraída de farinha de polpa da goiaba.

Tabela 5. Planejamento experimental e rendimento médio de pectina extraída a partir de farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato

Experimento	Variáveis codificadas		Variáveis originais		Rendimento de pectina [g (100 g) ⁻¹]		
	Ácido	Tempo	Ácido [g (100 g) ⁻¹]	Tempo (min)	Repetição 1	Repetição 2	Média ¹
1	-1	-1	3,5	35	7,64	8,02	7,83 ^C
2	1	-1	6,5	35	13,37	13,91	13,64 ^A
3	-1	1	3,5	85	9,28	9,47	9,38 ^B
4	1	1	6,5	85	13,09	12,70	12,90 ^A
5	-1,414	0	3	60	9,82	9,31	9,56 ^B
6	1,414	0	7	60	13,85	13,48	13,66 ^A
7	0	-1,414	5	25	8,23	7,59	7,91 ^C
8	0	1,414	5	95	12,93	12,62	12,77 ^A
9	0	0	5	60	12,76	12,28	12,52 ^A
10	0	0	5	60	12,57	12,93	12,75 ^A
11	0	0	5	60	12,73	12,15	12,44 ^A

¹- Médias seguidas de letras sobrescritas iguais na coluna não diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade pelo teste Tukey

Os rendimentos médios de pectina extraída a partir da farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato variaram entre 7,83-13,66 g (100 g)⁻¹. Os rendimentos obtidos nos experimentos 2, 4, 6, 8, 9, 10 e 11 (concentrações de ácido cítrico de 5 a 7 g (100 g)⁻¹) não diferiram ($P > 0,05$) entre si, mas diferiram ($P \leq 0,05$) dos demais. Nestes experimentos foram observados os maiores valores de rendimento de pectina. Os experimentos 3 e 5 também não diferiram ($P > 0,05$) entre si, o mesmo ocorrendo com os experimentos 1 e 7, que obtiveram os menores rendimentos.

A análise de variância e os efeitos da concentração de ácido cítrico e do tempo sobre o rendimento da extração de pectina de farinha de polpa de goiaba encontram-se na Tabela 6 e na Figura 7.

Tabela 6. Análise de variância do rendimento da extração de pectina a partir de farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)⁻¹] e do tempo de extração (min)

Fator analisado	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F	P
(1) Ácido (L)	57,98	1	57,98	71,60	0,0001
Ácido (Q)	2,64	1	2,64	3,26	0,0896
(2) Tempo (L)	14,63	1	14,63	18,07	0,0006
Tempo (Q)	14,15	1	14,15	17,98	0,0006
1L por 2L	2,62	1	2,62	3,24	0,0907
Falta de ajuste	10,27	3	3,42	1121,22	0,0001
Resíduo	10,78	13	0,674		
Total	102,80	21			

Coeficientes em negrito são significativos.

Por meio da análise de variância, verifica-se que os efeitos lineares das variáveis: concentração de ácido e tempo de extração, e do efeito quadrático do tempo no rendimento da extração de pectina foram significativos, logo, tanto o ácido quanto o tempo de extração influenciam no rendimento de extração de pectina. Para melhor visualização dos efeitos das variáveis e interações, conforme Tabela 6, foi construído o gráfico representado na Figura 7.

Todos os efeitos que apresentaram valores maiores que 2,01 ($P = 0,05$), que se localizam à direita da linha tracejada, foram significativos. Assim, observa-se que os fatores: ácido (L) e tempo (L) apresentam efeito positivo no rendimento da extração de pectina, ou seja, um aumento em qualquer um destes fatores acarreta aumento no rendimento, enquanto que o efeito do fator tempo (Q) tem influência negativa. De forma inversa, um aumento neste fator acarreta diminuição no rendimento. Esses resultados estatísticos mostram coerência, pois tempos de extração longos favorecem a degradação da molécula de pectina, principalmente

quando associada à alta concentração de ácido (KALAPATHY; PROCTOR, 2001). Canteri-Schemin (2003) verificou comportamento semelhante das variáveis independentes (concentração de ácido cítrico e tempo de extração) para extração de pectina de bagaço de maçã com ácido cítrico, no qual os efeitos lineares foram positivos e os quadráticos negativos. Calliari (2004) obteve, na extração de pectina de bagaço de laranja com ácido cítrico, efeito linear positivo para o ácido e efeito quadrático positivo para a temperatura de extração, já na extração com ácido acético, somente a temperatura apresentou efeito significativo.

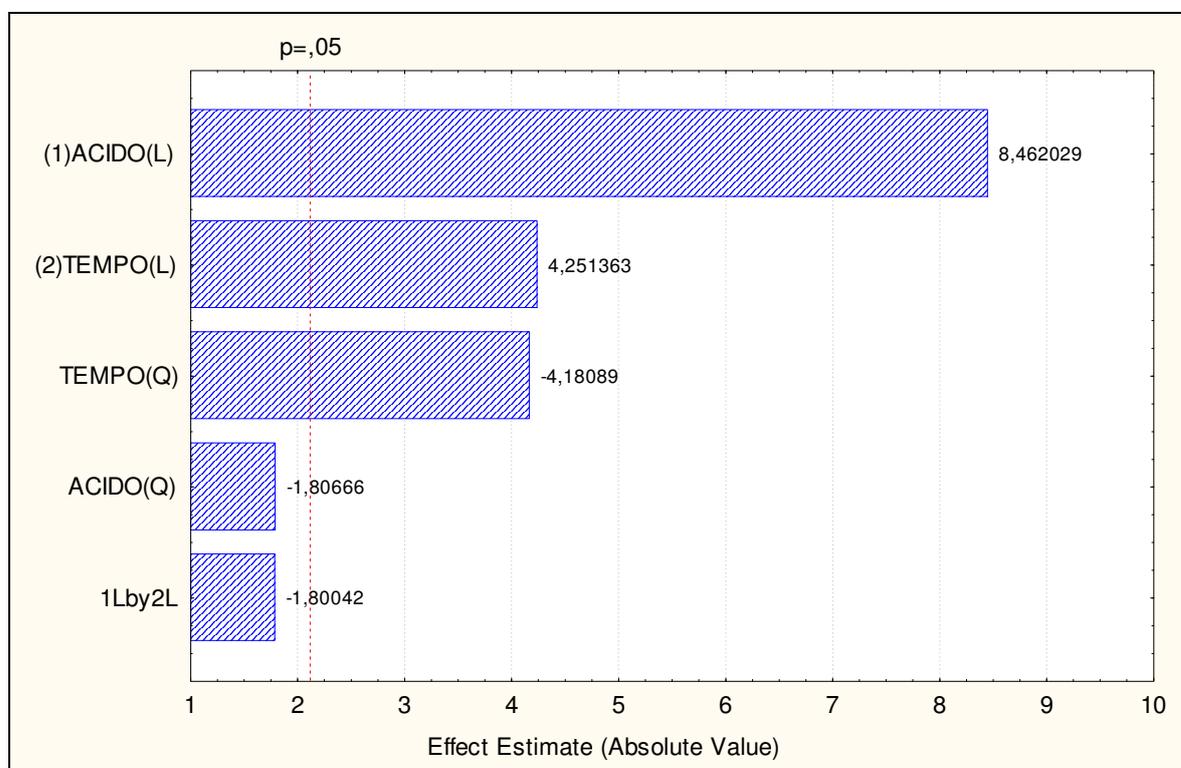


Figura 7. Efeito das variáveis “concentração de ácido cítrico” e “tempo” e suas interações sobre o rendimento de extração de pectina da farinha de polpa de goiaba *cv* Pedro Sato.

A qualidade do modelo obtido com ácido cítrico pode ser observada na Figura 8, que mostra a relação entre os efeitos padronizados e os valores esperados.

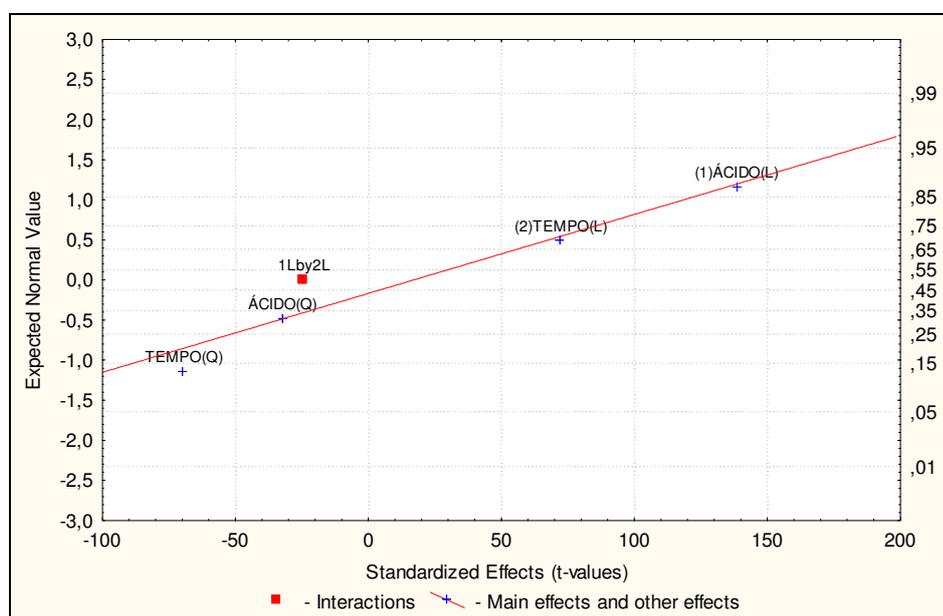


Figura 8. Efeitos na extração de pectina a partir da farinha de polpa de goiaba *cv* Pedro Sato

Na tabela 7 apresenta-se a análise de variância do modelo ajustado.

Tabela 7. Análise de variância para o modelo ajustado de rendimento da extração de pectina a partir de farinha de polpa de goiaba *cv* Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}] e do tempo de extração (min)

Fator analisado	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado médio	F	P
Modelo	3	83,8625	27,9542	26,63	0,0001
Erro	18	18,8986	1,0492		
Total corrigido	21	102,7611			

O modelo ajustado foi significativo ($P=0,0001$), e os coeficientes de determinação (R^2) e de variação (CV) foram de 0,8161 e 0,0899 respectivamente; demonstrando que 81,6% da variação da resposta são explicadas pelo modelo. O valor de F do modelo ajustado foi pelo menos cinco vezes superior ao valor de F tabelado, o que confere que o modelo pode ser preditivo para os níveis estabelecidos neste planejamento (RODRIGUES; IEMMA, 2005). Na Equação 10 apresenta-se o modelo ajustado construído para o rendimento de pectina a partir da farinha da polpa de goiaba. O modelo foi ajustado eliminando-se os fatores não-significativos: ácido (Q) e interação de ácido (L) vs tempo (L).

$$\text{Rend} = 12,11 + 1,89 * Ac + 0,96 * t - 0,98 * t^2 \quad \text{Equação (10)}$$

Onde:

Rend = rendimento de extração de pectina [g (100 g)^{-1}];

A_c = concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}];

t = tempo de extração (min).

Nas Figuras 9 e 10 apresentam-se as superfícies de resposta em 2D e 3D para obter a condição ótima do processo elaborado a partir do modelo de regressão do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da polpa de goiaba, em função da concentração de ácido cítrico e do tempo, mantendo-se a temperatura de extração fixa ($97\text{ }^\circ\text{C}$).

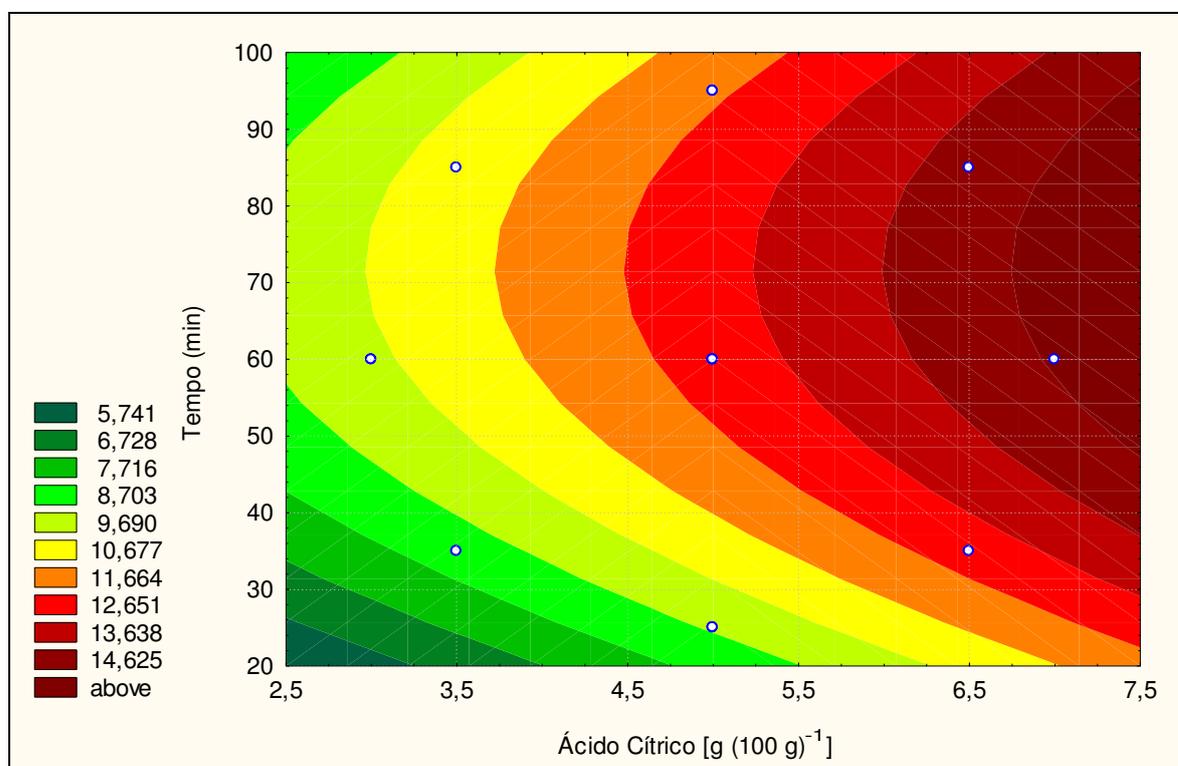


Figura 9. Gráfico de curvas de nível do rendimento [g (100 g)^{-1}] da extração de pectina a partir da farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}]

Na Figura 9, percebe-se que o rendimento aumenta com o aumento da concentração do ácido cítrico e tempo de extração de até 70 min. Isto também pode ser observado na Figura 10, que além de comprovar essa tendência, mostra que ao se fixar o tempo na faixa de 60 min e aumentar a concentração do ácido ao seu maior valor, o rendimento aumenta, enquanto que se fixar à concentração na faixa dos menores valores e aumentar ou diminuir o tempo de extração, o rendimento diminui, indicando que o efeito da concentração do ácido é crítico nesse processo. Assim, percebe-se na Figura 10 que existe um platô, e não apenas um ponto, em que o rendimento da extração é ótimo, evidenciando a região de abrangência do experimento.

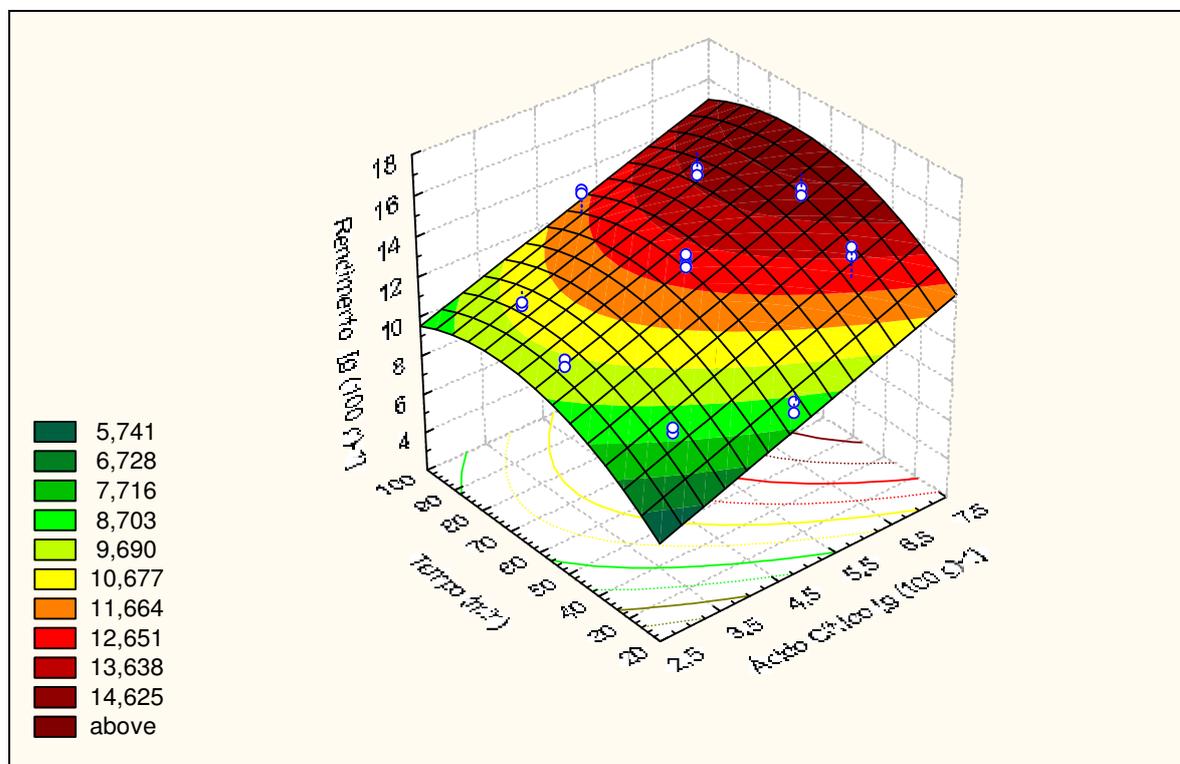


Figura 10. Gráfico de superfície de resposta do rendimento [g (100 g)^{-1}] da extração de pectina (legenda) a partir da farinha de polpa de goiaba cv Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}]

As concentrações de ácido cítrico dos experimentos 2, 4, 6, 8, 9, 10 e 11, promoveram maiores rendimentos de extração de pectina, estatisticamente semelhantes entre si, variando apenas o tempo de extração. Entretanto, conforme discutido anteriormente, tempos relativamente longos de extração podem degradar a pectina diminuindo a quantidade a ser precipitada com álcool devido à formação de um gel fraco, o que ocasiona redução no rendimento final da pectina (PAGÁN et al., 2001), assim como concentrações mais elevadas de ácidos podem degradar a pectina. No caso do ácido cítrico, segundo Fertonani et al. (2006) a pectina extraída com altas concentrações deste ácido pode conter também outros compostos ou ainda pode ocorrer a ligação do ácido cítrico à estrutura pectica precipitável em etanol. Canteri-Schemin et al. (2005) na extração de pectina a partir de bagaço de maçã utilizando ácidos tartárico, málico, cítrico, fosfórico, sulfúrico, clorídrico e nítrico obtiveram melhores rendimentos a partir do ácido cítrico a 97 °C em um intervalo de tempo variando de 10 a 210 min e concentração de 0,05 a 9,95 g (100 mL)^{-1} , a condição ótima teórica estabelecida pelo modelo foi a concentração de ácido cítrico de 6,2 g (100 mL)^{-1} e o tempo de 150 min.

Neste estudo, a condição teórica foi estabelecida por meio do modelo gerado através da superfície de resposta (Equação 10), sendo considerados como a melhor combinação

dentro da faixa de máxima extração a concentração de ácido cítrico de 6,7 g (100 g)⁻¹ e tempo de 70 min. Nos ensaios realizados, a partir do planejamento, verificou-se que na concentração de 5 g (100 g)⁻¹ de ácido cítrico e tempo de extração de 60 min obteve-se melhor formação do gel, observado visualmente pela sua firmeza. Em concentrações superiores de ácidos o gel formado era fraco, desmanchando-se durante a filtração, após precipitação alcoólica. Portanto, como na concentração de 5 g (100 g)⁻¹ de ácido cítrico e tempo de extração de 60 min, não houve diferença significativa das médias de rendimento obtidas com a utilização de maiores concentrações de ácido cítrico e tempos mais prolongados, conclui-se que esta seja a combinação mais propícia para obtenção de um produto de melhor qualidade.

4.2.2 Otimização da extração de pectina da polpa com casca de goiaba

Os rendimentos médios de pectina extraída a partir da farinha de polpa com casca da goiaba encontram-se na Tabela 8.

Tabela 8. Planejamento experimental e rendimento médio de pectina extraída a partir de farinha de polpa com casca de goiaba *cv. Pedro Sato*

Experimento	Variáveis codificadas		Variáveis originais		Rendimento de pectina [g (100 g) ⁻¹]		Média ¹
	Ácido	Tempo	Ácido [g (100 g) ⁻¹]	Tempo (min)	Repetição 1	Repetição 2	
1	-1	-1	3,5	35	7,76	6,87	7,31 ^E
2	1	-1	6,5	35	11,47	9,68	10,57 ^B
3	-1	1	3,5	85	9,10	8,64	8,87 ^{C,D,E}
4	1	1	6,5	85	10,16	11,12	10,64 ^{B,C,D}
5	-1,414	0	3	60	7,91	9,08	8,49 ^{D,E}
6	1,414	0	7	60	13,73	12,74	13,24 ^A
7	0	-1,414	5	25	5,59	6,24	5,91 ^F
8	0	1,414	5	95	12,83	12,87	12,85 ^{A,B}
9	0	0	5	60	11,30	11,52	11,41 ^{A,B}
10	0	0	5	60	11,94	11,69	11,81 ^{A,B}
11	0	0	5	60	11,37	11,36	11,36 ^{A,B,C}

¹ - Médias seguidas de letras sobrescritas iguais na coluna não diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade pelo teste Tukey

Os rendimentos médios observados oscilaram entre 5,91-13,24 g (100 g)⁻¹, sendo que os experimentos 6, 8, 9, 10 e 11 não diferiram ($P > 0,05$) entre si. Nestes experimentos foram observados os maiores valores de rendimento de pectina, de 11,36 g (100 g)⁻¹ a 13,24 g (100

g)⁻¹. Os rendimentos médios dos experimentos 2, 4, 8, 9, 10 e 11 também não diferiram ($P > 0,05$) entre si, o mesmo ocorrendo entre os experimentos 3, 4, e 11; 3 e 5; e 1 e 5. O experimento 7 obteve o menor rendimento e diferiu ($P \leq 0,05$) dos demais.

A análise de variância e os efeitos da concentração de ácido cítrico e do tempo sobre o rendimento da extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba encontram-se na Tabela 9 e na Figura 11.

Tabela 9. Análise de variância para o modelo ajustado de rendimento da extração de pectina a partir de farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)^{-1}] e do tempo de extração (min)

Fator analisado	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F	P
(1) Ácido (L)	34,15	1	34,15	25,68	0,0002
Ácido (Q)	3,46	1	3,46	2,60	0,1500
(2) Tempo (L)	32,44	1	32,44	24,39	0,0003
Tempo (Q)	18,36	1	18,36	13,80	0,0030
1L por 2L	1,11	1	1,11	0,83	0,4040
Falta de ajuste	19,90	3	6,63	20,25	0,0001
Resíduo	21,28	13	1,33		
Total	110,80	21			

Coefficientes em negrito são significativos.

Os resultados obtidos pela análise de variância mostram que os efeitos lineares para concentração de ácido cítrico e tempo de extração e o efeito quadrático da variável tempo foram significativos ($P \leq 0,05$), porém o ácido (Q) e a interação entre as duas variáveis (ácido e tempo) não foram significativos ($P > 0,05$). O diagrama de Pareto (Figura 11) mostra a influência dos efeitos lineares positivos da concentração de ácido cítrico e do tempo sobre o rendimento de pectina, seguido pelo efeito quadrático negativo do tempo de extração. Fertoni (2006) verificou comportamento semelhante das variáveis independentes (concentração de ácido e tempo de extração) para extração de pectina de bagaço de maçã com ácido nítrico, no qual os efeitos lineares foram positivos e os quadráticos negativos. Kliemann (2006) no estudo da extração de pectina da casca do maracujá amarelo com diversos ácidos e considerando as variáveis temperatura, tempo e pH, observou efeitos lineares negativo para o pH da solução e positivo para a temperatura de extração e efeitos quadráticos negativos para ambas variáveis, na extração com ácido cítrico; já na extração com ácido clorídrico, a temperatura e o tempo de extração apresentaram efeitos lineares positivos e quadráticos negativos, e com o ácido nítrico a temperatura e o tempo apresentaram somente efeitos lineares positivos. A Figura 12 mostra a relação entre os efeitos padronizados e os valores esperados utilizando o modelo matemático completo.

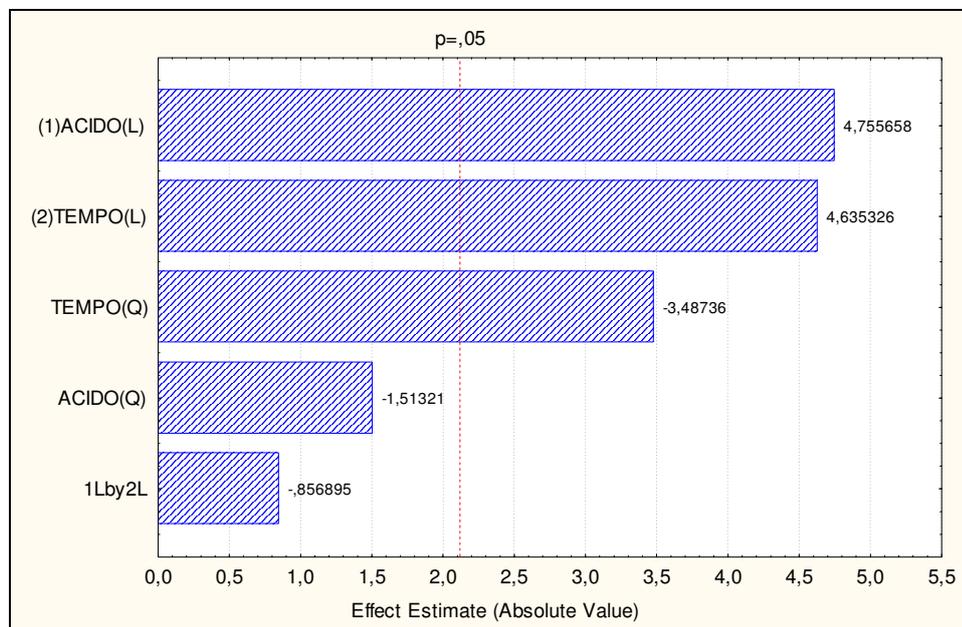


Figura 11. Efeito das variáveis “concentração de ácido cítrico” e “tempo” e suas interações sobre o rendimento de extração de pectina da farinha de polpa com casca de goiaba *cv* Pedro Sato.

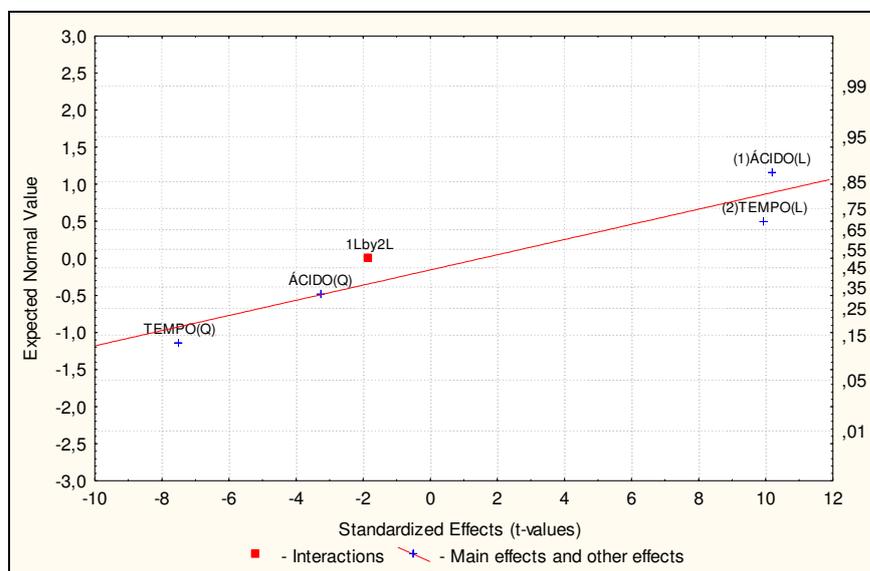


Figura 12. Efeito da extração de pectina da farinha de polpa com casca de goiaba *cv* Pedro Sato.

O modelo matemático foi ajustado eliminando-se os fatores não-significativos: ácido (Q) e interação de ácido (L) versus tempo (L), visto que a influência destes fatores no rendimento da extração não foi observada na análise de variância e sua falta de ajuste foi significativa (Tabela 9). O modelo ajustado proposto para descrever o rendimento de extração de pectina a partir da farinha da polpa com casca de goiaba é mostrado na Equação 11.

$$\text{Rend} = 11,04 + 1,47 * \text{Ac} + 1,43 * t - 1,11 * t^2 \quad \text{Equação (11)}$$

Onde:

Rend = rendimento de extração de pectina [g (100 g)⁻¹];

Ac = concentração de ácido cítrico [g (100 g)⁻¹];

t = tempo de extração (min).

Na tabela 10 apresenta-se a análise de variância do modelo ajustado.

Tabela 10. Análise de variância para o modelo ajustado de rendimento da extração de pectina a partir de farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato em função da concentração de ácido cítrico [g (100 g)⁻¹] e do tempo de extração (min)

Fator analisado	Graus de liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado médio	F	P
Modelo	3	82,3661	27,4554	17,44	0,0001
Erro	18	28,3416	1,5745		
Total corrigido	21	110,7077			

O modelo ajustado é significativo (P=0,0001), sendo que o coeficiente de determinação (R²) obtido demonstra que 74,40% da variação da resposta são explicadas pelo modelo. O coeficiente de variação (CV) para essa análise foi de 12,27%.

Nas Figuras 13 e 14 encontram-se as superfícies de resposta relativas ao rendimento de extração de pectina, a partir da farinha de polpa com casca de goiaba em função da concentração de ácido cítrico e do tempo de extração, obtidos à temperatura de 97 °C.

As curvas de nível da superfície de resposta apresentadas na Figura 13 mostram a influência da concentração do ácido no rendimento da extração, comportamento semelhante ao observado para a extração da pectina a partir da polpa de goiaba (item 4.2.1, Figura 9). Entretanto, a influência dos efeitos lineares da concentração do ácido e do tempo foram próximas, enquanto que na extração da pectina a partir da polpa, a influência da concentração do ácido foi maior que a do tempo.

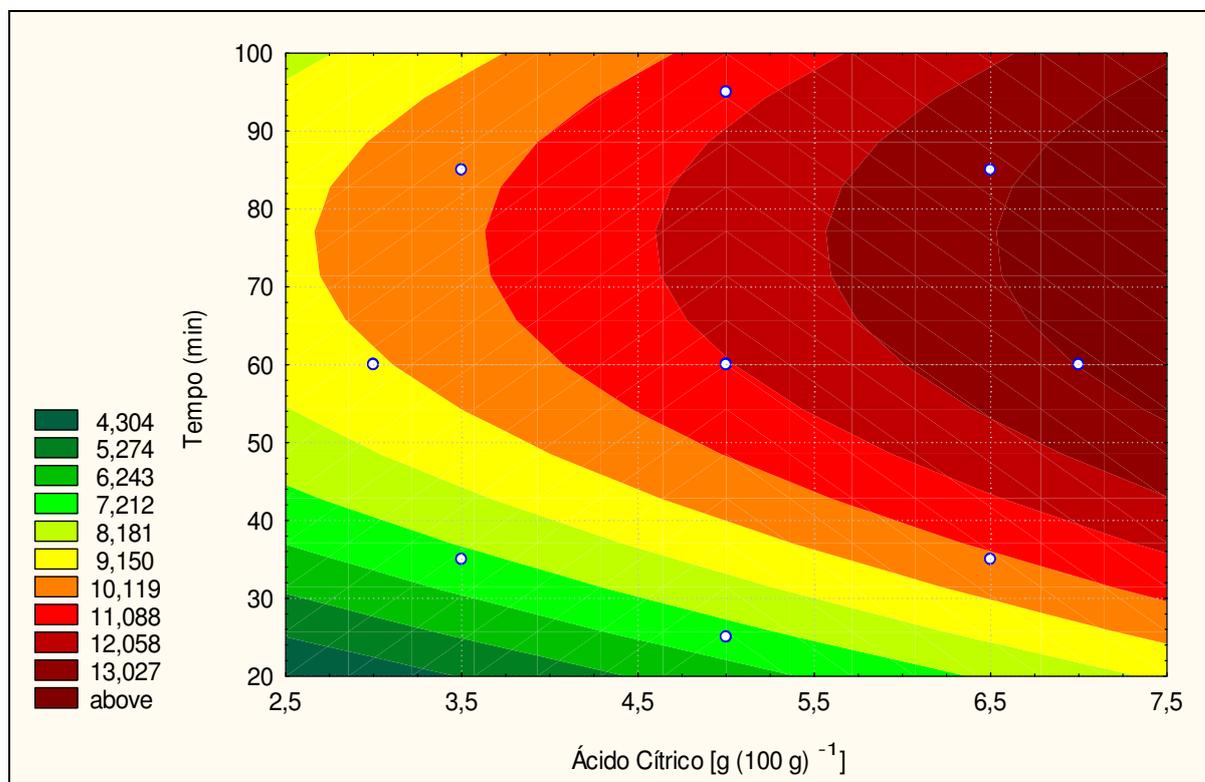


Figura 13. Gráfico de curvas de nível do rendimento [g (100 g)⁻¹] da extração de pectina (legenda) a partir da farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g)⁻¹]

Segundo o gráfico da Figura 13, a região ótima (que apresenta maior rendimento) para o processo de extração de pectina a partir da polpa de goiaba com casca configura-se na faixa de tempo entre 55-95 min e nas concentrações de ácido cítrico acima de 6,5 g (100 g)⁻¹. A fim de diminuir o gasto de ácido e a produção de efluentes mais poluentes, as condições ideais para obtenção da máxima extração seriam 6,5 g (100 g)⁻¹ e tempo de operação de 75 minutos. No entanto, sob altas temperaturas de extração tempos prolongados podem acarretar a degradação da pectina (PAGÁN et al., 2001). Nos ensaios realizados, a partir do planejamento, verificou-se que na concentração de 5 g (100 g)⁻¹ de ácido cítrico e no tempo de extração de 60 min obteve-se melhor formação do gel, observado visualmente pela sua firmeza. Nas extrações com concentrações superiores de ácido os géis formados durante a precipitação alcoólica eram fracos, desmanchando-se durante a filtração para a obtenção de pectina. Portanto, como nesta condição, não houve diferença significativa das médias de rendimento obtidas com a utilização de maiores concentrações de ácido cítrico e tempos mais prolongados, conclui-se que esta seja a combinação mais propícia para obtenção de um produto de melhor qualidade.

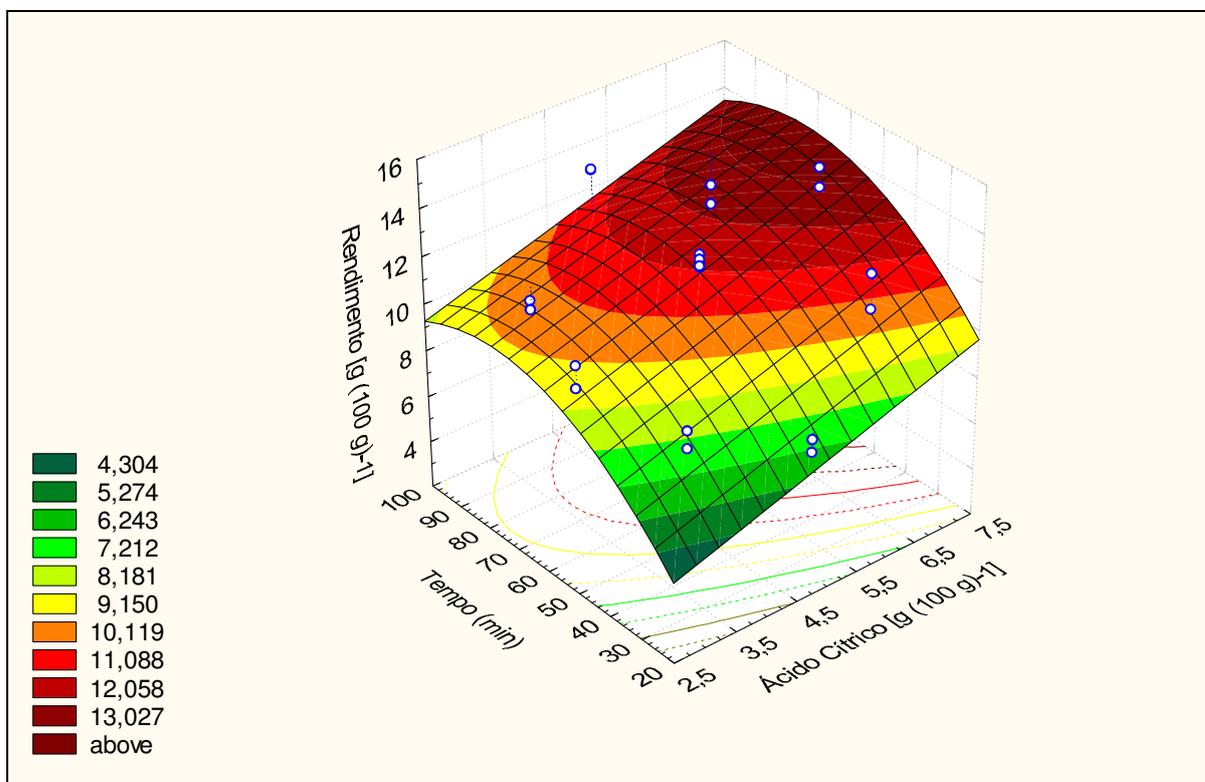


Figura 14. Gráfico de superfície de resposta do rendimento [g (100 g)⁻¹] da extração de pectina a partir da farinha de polpa com casca de goiaba cv Pedro Sato em função do tempo (min) e concentração de ácido cítrico [g (100 g)⁻¹]

Percebe-se na Figura 14 que existe um platô, e não apenas um ponto, em que o rendimento da extração é ótimo, evidenciando a região de abrangência do experimento. Nota-se também, pela inclinação do gráfico, que as influências da concentração do ácido e do tempo de extração foram muito próximas, diferenciando-se do experimento com farinha de polpa de goiaba, no qual a concentração do ácido teve efeito crítico no processo de extração de pectina.

Poucos trabalhos foram encontrados na literatura em relação ao uso da casca de vegetais. Kliemann (2006) obteve melhor rendimento de pectina nas condições de extração de 90 °C, pH de 1,2 com ácido cítrico por 10 min em amostras com e sem flavedo de casca de maracujá amarelo. Kalapathy e Proctor (2001) estudaram a obtenção de pectina a partir da casca de soja; os autores avaliaram o rendimento de extração utilizando ácido clorídrico nas concentrações de 0,06 g (100 g⁻¹) a 0,18 g (100 g⁻¹) (0,05 e 0,3 N) e verificaram que os maiores rendimentos (17 e 19%) foram obtidos nas concentrações 0,06 g (100 g⁻¹) e 0,12 g (100 g⁻¹) não havendo diferença significativa entre ambas as concentrações.

4.3 CARACTERIZAÇÃO TITULOMÉTRICA DA PECTINA

As características de qualidade das pectinas avaliadas compreenderam os teores relativos de ácidos galacturônicos (AUA) e metoxilas (MeO), cuja soma representa o percentual de ácido poligalacturônico, o teor de açúcares neutros (percentual restante da diferença entre 100 e os teores AUA e MeO) e o grau de esterificação, que independe da quantidade de massa, visto que a fórmula utilizada considera a razão entre a fração AUA metoxilada e a fração AUA total. Os resultados desses parâmetros são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11. Qualidade titulométrica das pectinas extraídas a partir das farinhas de polpa e de polpa com casca de goiaba com ácido cítrico a 5 [g (100 g)⁻¹], tempo de extração de 60 min a 97 °C e da pectina comercial

Pectina	Ácidos galacturônicos (AUA) [g (100 g) ⁻¹]	Metoxilas (MeO) [g (100 g) ⁻¹]	Fração ácida [g (100 g) ⁻¹]	Açúcares Neutros [g (100 g) ⁻¹]	Grau de esterificação (DE) [g (100 g) ⁻¹]
Farinha de polpa de goiaba	64,88 ^C ± 0,11	4,45 ^B ± 0,40	69,33 ^C ± 0,29	30,67 ^A ± 0,29	38,94 ^B ± 1,50
Farinha de polpa com casca de goiaba	68,84 ^B ± 0,77	4,95 ^B ± 0,16	73,81 ^B ± 0,73	26,19 ^B ± 0,73	40,99 ^B ± 1,30
Comercial	75,38 ^A ± 0,54	9,56 ^A ± 0,12	84,94 ^A ± 0,41	15,06 ^C ± 0,41	72,01 ^A ± 1,27

Médias seguidas de letras sobrescritas iguais na coluna não diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade pelo teste Tukey

As condições para a geleificação de uma pectina são determinadas pelo seu grau de esterificação, possibilitando, assim, sua aplicação. A pectina de alto grau de esterificação geleifica em condições de pH inferior a 3,6 e concentrações de sacarose entre 60-65%, enquanto a de baixo grau de esterificação forma gel na ausência de açúcar e requer a presença de cátions bivalentes, como o cálcio, substância comumente utilizada em alimentos, podendo geleificar na faixa de pH de 2,5 a 6,5 (CALLIARI, 2004).

As pectinas obtidas a partir das farinhas de polpa e polpa com casca de goiaba apresentaram-se semelhantes ($P > 0,05$) em relação ao teor de metoxilas (MeO) e diferiram ($P \leq 0,05$) da pectina comercial (9,56%), apresentando valores inferiores (4,45 e 4,95%, respectivamente). Entretanto, os valores de MeO foram semelhantes (4,81%) ao encontrado por Fertoni et al. (2006) para pectina de bagaço de maçã extraída com ácido nítrico na concentração de 100 mMol (L)⁻¹ a 97 °C por 10 min.

Em relação aos AUA, apesar dos valores obtidos apresentarem diferença significativa ($P \leq 0,05$), os mesmos estão próximos à porcentagem mínima de ácido galacturônico (65%) para pectinas comerciais estabelecidos pela Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO, 1994). Valores próximos de AUA na farinha de polpa de goiaba foram encontrados por Calliari (2004) em pectina de bagaço de laranja extraída com 4% de bagaço, 3,5% de ácido cítrico a 75 °C sendo reportados 64,10%.

As pectinas obtidas em laboratório apresentaram-se de baixa esterificação (38,94% e 40,99%). Calliari (2004) obteve valores médios semelhantes (37,50%) para pectina extraída com ácido cítrico a partir de bagaço de laranja nas condições de 4% de bagaço, 3,5% de ácido cítrico a 75 °C. Kliemann (2006) também extraiu pectina de baixa esterificação (45,94%) utilizando ácido cítrico em pH 1,2 a 90 °C por 10 min na extração e cascas de maracujá como matéria-prima. Marcon et al. (2005) extraíram pectina de baixa esterificação (14,3% a 29,4%) de bagaço de maçã com ácido cítrico a 5%, tempos de extração entre 30-80 min e temperaturas entre 50-100 °C.

As pectinas obtidas a partir das farinhas estudadas neste trabalho apresentaram grau de esterificação inferior a 50%, sendo caracterizadas como pectinas de baixo teor de esterificação, podendo formar géis estáveis na ausência de açúcar, porém requerem a presença de íons bivalentes. Em comparação com as pectinas de alto poder de esterificação, são menos sensíveis a alterações de pH, podendo formar géis na faixa de pH 2,6-6,0. Também podem ser indicadas como espessante e estabilizante de emulsões para alimentos (SHARMA; LIPTAY; LE MARGUER, 1998; YAPO et al. 2007). Nos últimos anos, a pectina vem sendo empregada também como fibra dietética solúvel devido aos efeitos fisiológicos benéficos no organismo humano, pois evita efeitos nocivos de patologias tendo influência na redução dos níveis de colesterol, lipoproteínas, ácidos biliares e glicose, além de promover a complexação de metais pesados e seus isótopos (CANTERI-SCHEMIN, 2003).

5 CONCLUSÃO

Os teores de umidade das farinhas da casca, polpa, polpa com casca e miolo de goiaba mostraram-se adequados para o armazenamento das farinhas em temperatura ambiente.

As farinhas de polpa e polpa com casca de goiaba apresentaram teores maiores de pectina que as farinhas de cascas e de miolo de goiaba, possuindo potencial para a extração comercial.

O processo de extração de pectina com ácido cítrico e precipitação alcoólica em sistema de ebulição apresentou rendimentos acima de 11% para a farinha de polpa e polpa com casca de goiaba. Para ambas, as condições ótimas de extração foram: concentração de ácido de 5 g (100 g)⁻¹ e tempo de extração de 60 min.

As pectinas extraídas obtidas nas condições ótimas de extração a partir das farinhas de polpa e polpa com casca de goiaba apresentaram-se de baixa esterificação com grau de esterificação de 38,94% e 40,99%, respectivamente. Apesar do baixo grau de esterificação, as pectinas apresentaram concentração de ácido galacturônico próximo ao padrão comercial.

A extração de pectina a partir da farinha de polpa e polpa com casca de goiaba é tecnicamente viável, sendo que estas pectinas podem ser indicadas para a geleificação de alimentos com baixo teor de açúcar e na presença de íon bivalente de cálcio na formulação; além do seu uso como fibra dietética solúvel, espessante e estabilizante.

REFERÊNCIAS

AZZOLINI, M. **Fisiologia pós-colheita de goiabas “Pedro Sato”: estádios de maturação e padrão respiratório.** 2002. 112f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2002.

AZZOLINI, M.; JACOMINO, A. P.; SPOTO, M. H. F. Estádios de maturação e qualidade pós-colheita de goiabas “Pedro Sato”. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 26, n. 1, p-29-31, 2004.

BATISTA, J. A.; TANADA-PALMU, P. S.; GROSSO, C. R. F. Efeito da adição de ácidos graxos em filmes à base de pectina. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 4, p. 781-788, 2005.

BERARDINI, N.; KNÖDLER, M.; SCHIEBER, A.; CARLE, R. Utilization of mango peels as a source of pectin and polyphenolics. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, Rotterdam, v. 6, n. 4, p. 442-452, 2005.

BRASIL. Portaria nº 398, de 30 de abril de 1999. Aprova regulamento técnico que estabelece as diretrizes básicas para análise e comprovação de propriedades funcionais e ou de saúde alegadas em rotulagem de alimentos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 30 abr. 1999. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br>>. Acesso em: 10 jan. 2008.

BRASIL. Resolução nº263, de 22 de setembro de 2005. Aprova regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 22 set. 2005. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br>>. Acesso em: 10 jul. 2007.

BRUNINE, M. A.; OLIVEIRA, A. L.; VARANDA, D. B. Avaliação da qualidade de polpa de goiaba “Paluma” a -20°C. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 25, n. 3, p. 394-396, 2003.

CALLIARI, C. M. **Extração térmica, química e enzimática de pectina de bagaço de laranja.** 2004. 96 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) – Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Estadual de Londrina. Londrina, 2004.

CANTERI-SCHEMIN, M. H. **Obtenção de pectina alimentícia a partir de bagaço de maçã.** 2003. 83 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2003.

CANTERI-SCHEMIN, M. H.; FERTONANI, H. C. R.; WASZCZYNSKYJ, N.; WOSIACKI, G. Extraction of pectin from apple pomace. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v. 48, n. 2, p. 259-266, 2005.

CERQUEIRA, T. S. **Recobrimentos comestíveis em goiabas cv. “Kumagai”.** 2007. 70 f. Dissertação (Mestrado em Ciências de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2007.

CHISTÉ, R. C.; COHEN, K. O.; MATHIAS, E. A.; RAMOA JÚNIOR, A. G. A. Qualidade da farinha de mandioca do grupo seca. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, n. 4, p. 861-864, 2006.

CHISTÉ, R. C.; COHEN, K. O.; MATHIAS, E. A.; RAMOA JUNIOR, A. G. A. Estudo das propriedades físico-químicas e microbiológicas no processamento da farinha de mandioca do grupo d'água. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 2, p. 265-269, 2007.

DA-SILVA, R.; FRANCO, C. M. L.; GOMES, E. Pectinases, hemicelulases e celulases, ação, produção e aplicação no processamento de alimentos: revisão. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 31, n. 2, p. 249-260, 1997.

DZIEZAK, J. D. A focus on gums: building in textures, stability, and emulsification are just some of ways in which gums aid products development. **Food Technology**, Chicago, v. 45, n. 3, p. 116-132, 1991.

FASOLIN, L. H.; ALMEIDA, G. C.; CASTANHO, P. S.; NETTO-OLIVEIRA, E. R. Biscoitos produzidos com farinha de banana: avaliações química, física e sensorial. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 3, p. 524-529, 2007.

FERTONANI, H. C. R. **Estabelecimento de um modelo de extração ácida de pectina de bagaço de maçã**. 2006. 82 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2006.

FERTONANI, H. C. R.; SCABIO, A.; CANTERI-SCHEMIN, M. H.; CARNEIRO, E. B. B.; NOGUEIRA, A.; WOSIACKI, G. Influência da concentração de ácidos no processo de extração e na qualidade de pectina de bagaço de maçã. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 27, n. 4, p. 599-612, 2006.

FISHMAN, M. L.; CHAN, H. K.; HOAGLAND, P. D.; HOTCHKISS, A. T. Microwave-assisted extraction of lime pectin. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 20, n. 8, p. 1170-1177, 2006.

FIETZ, V. R.; SALGADO, J. M.; Efeito da pectina e da celulose nos níveis séricos de colesterol e triglicerídeos em ratos hiperlipidêmicos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 19, n. 3, p. 318-321, 1999.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Health (emulsifiers, stabilisers, thickeners and gelling agents in food) regulations 1994**. (FAO). Disponível em: <<http://www.fao.org.com>>. Acesso em: 15.12.2007.

GIOSAFATTO, C. V. L.; MARINIELLO, L.; RING, S. Extraction and characterization of *Foeniculum vulgare* pectins and their use for preparing biopolymer films in the presence of phaseolin protein. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 55, n. 4, p. 1237-1240, 2007.

GNANASAMBANDAM, G.; PROCTOR, A. Preparation of soy hull pectin. **Food Chemistry**, London, v. 65, n. 4, p. 461-467, 1999.

GUILLOTIN, S. E.; BAKX, E. J.; BOULENGUER, P.; MAZOYER, J.; SCHOLS, H. A.; VORAGEN, A. G. J. Populations having different GalA blocks characteristics are present in commercial pectins which are chemically similar but have different functionalities. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 60, n. 3, p. 391-398, 2005.

GUTKOSKI, L. C.; NODARI, M. L.; JACOBSEN-NETO, R. Avaliação de farinhas de trigos cultivados no Rio Grande do Sul na produção de biscoitos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 23, supl, p. 91-97, 2003.

HAMINIUK, C. W. I. **Estudo do comportamento reológico e colorimétrico de misturas ternárias e sistemas pécticos de polpas de morango, amora-preta e framboesa**. 2007. 147f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2007.

HANSSON, A.; ANDERSSON, J.; LEUFVÉN, A. The effect of sugars and pectin on flavor release from a soft drink-related model system. **Food Chemistry**, London, v. 72, n. 3, p. 363-368, 2001.

HOJO, R. H.; CHALFUN, N. N. J.; HOJO, E. T. D.; VEIGA, R. D.; PAGLIS, C. M.; LIMA, L. C. O. Produção e qualidade dos frutos da goiabeira “Pedro Sato” submetida a diferentes épocas de poda. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 42, n. 3, p. 357-362, 2007.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. São Paulo: IAL, 2005. 533p. 4 ed.

JACOMINO, A. P.; OJEDA, R. M.; KLUGE, R. A.; SCARPARE FILHO, J. A. Conservação de goiabas tratadas com emulsões de cera de carnaúba. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 25, n. 3, p. 401-105, 2003.

JAY, J. M. **Microbiologia de Alimentos**. São Paulo: Artmed, 2005. 712p.

KALAPATHY, U; PROCTOR, A. Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin. **Food Chemistry**, London, v. 73, n. 4, p. 393-396, 2001.

KLIEMANN, E. **Extração e caracterização da pectina da casca do maracujá amarelo (*Passiflora edulis flavicarpa*)**. 2006. 75 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2006.

KRATCHANOVA, M.; PAVLOVAA, E.; PANCHEV, I. The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue and quality of extracted pectin. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 56, n. 2, p. 181-185, 2004.

LAURENT, M. A.; BOULENGUER, P. Stabilization mechanism of acid dairy drinks (ADD) induced by pectin. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 17, n. 4, p.445-454, 2003.

LEVIGNE, S.; THOMAS, M.; RALET, M. C.; QUEMENER, B.; THIBAUT, J. F. Determination of the degrees of methylation and acetylation of pectins using a C18 column and internal standards. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 16, n. 6, p. 547-550, 2002.

- LINHARES, L. A.; SANTOS, C. D.; ABREU, C. M. P.; CORRÊA, A. D. Transformações químicas, físicas e enzimáticas de goiabas 'PEDRO SATO' tratadas na pós-colheita com cloreto de cálcio e 1-metilciclopropeno e armazenadas sob refrigeração. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 31, n. 3, p. 829-841, 2007.
- LIU, Y.; SHI, J.; LANGRISH, T. A. G. Water-based extraction of pectin from flavedo and albedo of orange peels. **Chemical Engineering Journal**, Lousane, v. 120, n. 3, p. 203-209, 2006.
- MARCON, M. V.; VRIESMANN, L. C.; WOSIACKI, G.; BELESKI-CARNEIRO, E. Pectins from apple pomace. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 15, n. 2, p. 127-129, 2005.
- MATTIUZ, B. H.; DURIGAN, J. F. Efeito de injúrias mecânicas no processamento respiratório e nos parâmetros químicos de goiabas "Paluma" e "Pedro Sato". **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 23, n. 2, p-29-31, 2001.
- MAY, C. D. Industrial pectins: sources, production and applications. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 12, n. 15, p. 79-99, 1990.
- MESBAHI, G.; JAMALIAN, J.; FARAHNAKY, A. A comparative study on functional properties of beet and citrus pectins in food systems. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 19, n. 4, p. 731-738, 2005.
- MIRANDA, M. Z.; EL-DASH, A. Farinha integral de trigo germinado. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 22, n. 3, p. 216-223, 2002.
- NACHTIGALL, A. M.; SOUZA, E. L.; MALGARIM, M. B.; ZAMBIAZI, R. C. Geléia light de amora-preta. **Boletim do Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos**, Curitiba, v. 22, n. 2, p. 337-354, 2004.
- NAKAMURA, A.; YOSHIDA, R.; MAEDA, H. CORREDIG, M. The stabilizing behaviour of soybean soluble polysaccharide and pectin in acidified milk beverages. **International Dairy Journal**, Barking. v. 16, n. 4, p. 361-369, 2006.
- ORDOÑEZ-PEREDA, J. A. Carboidratos. In:_____. **Tecnologia dos alimentos: componentes dos alimentos e processos**. São Paulo: Artmed, v. 1, 2005. cap. 4, p. 63-79.
- PAGÁN, J.; IBARZ, A. Extraction and rheological properties of pectin from fresh peach pomace. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 39, n. 2, p. 193-201, 1999.
- PAGÁN, J.; IBARZ, A.; LLORCA, M.; PAGÁN, A.; BARBOSA-CÁNOAS, G. V. Extraction and characterization of pectin from stored peach pomace. **Food Research International**, Barking, v. 34, n. 7, p. 605-612, 2001.
- PIEDADE, J.; CANNIATTI-BRAZACA, S. G. Comparação entre o efeito do resíduo do abacaxizeiro (caules e folhas) e da pectina cítrica de alta metoxilação no nível de colesterol sanguíneo em ratos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 23, n. 2, p. 149-156, 2003.

RANGANNA, S. **Manual of analysis of fruit and vegetable products**. New Delhi: Tata McGraw Hill Publishing Company Limited, 1977. 634 p.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de Alimentos**. São Paulo: Edgard Blücher, 2004. 184p.

RODRIGUES, M. A.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização: uma estratégia seqüencial de planejamentos**. Campinas: Casa do Pão, 2005. 326 p.

SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J. **Goiabas desidratadas osmoticamente e secas: avaliação de um sistema osmótico semicontínuo, da secagem e da qualidade**. 2005. 172 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2005.

SATO, A. C. K.; SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J.; CUNHA, R. L. Avaliação das propriedades físicas, químicas e sensorial de goiabas em calda industrializadas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 24, n. 4, p. 550-555, 2004.

SHARMA, S. K.; LIPTAY, A.; LE MARGUER, M. Molecular characterization, physico-chemical and functional properties tomato fruit pectin. **Food Research International**, Barking, v. 30, n. 7, p. 543-547, 1998.

SINGTHONG, J.; NINGSANOND, S.; CUI, S. W.; GOFF, D. Extraction and physicochemical characterization of Krueo Ma Noy pectin. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 19, n. 5, p. 793-801, 2005.

STATISTICA for Windows-Release 5.0. Tulsa (USA): StatSoft Inc., 1995.

SURH, J.; DECKER, E. A.; MC-CLEMENTS, D. J. Influence of pH and pectin type on properties and stability of sodium-caseinate stabilized oil-in-water emulsions. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 20, n. 5, p. 607-618, 2006.

TERPSTRA, A. H. M.; LAPRE, J. A.; DE VRIES, H. T.; BEYNEM, A. C. Dietary pectin with high viscosity lowers plasma and liver cholesterol concentration and plasma cholesteryl ester protein activity in hamsters. **The Journal of Nutrition**, Rotterdam, v. 128, n. 11, p. 1944-1949, 1998.

THAKUR, B. R.; SINGH, R. K.; HANDA, A. K. Chemistry and uses of pectin – a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 37, n. 1, p. 47-73, 1997.

THE SAS System for Windows 3.95-Release 6.08. Cary (USA): SAS Institute, Inc., 1992.

VILA, M. T. R.; LIMA, L. C. O.; VILAS-BOAS, E. V. B.; HOJO, E. T. D.; RODRIGUES, L. J.; PAULA, N. R. F. Caracterização química e bioquímica de goiabas armazenadas sob refrigeração e atmosfera modificada. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 31, n. 5, p. 1435-1442, 2007.

WILLATS, W. G. T.; KNOX, J. P.; MIKKELSEN, J. D. Pectin: new insights into and old polymers are starting to gel. **Trends in Food Science & Technology**, Cambridge, v. 17, n. 3, p. 97-104, 2006.

XISTO, A. L. R. P.; ABREU, C. M. P.; CORRÊA, A. D.; SANTOS, C. D. Textura de goiabas “Pedro Sato” submetidas à aplicação de cloreto de cálcio. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 28, n. 1, p. 113-118, 2004.

YAPO, B. M.; ROBERT, C.; ETIENNE, I.; WATHELET, B.; PAQUOT, M. Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beet pulp pectin extracts. **Food Chemistry**, London, v. 100, n. 4, p. 1356-1364, 2007.

ZHONGDONG, L.; GUOHUA, W.; YUNCHANG, G.; KENNEDY, J. F. Image study of pectin extraction from orange skin assisted by microwave. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 64, n. 4, p. 548-552, 2006.