



**FAUSTO ALVES DE LIMA JUNIOR**

**DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS DE  
EXTRAÇÃO DE HIDROCOLOIDES DO ORA-  
PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

**LAVRAS – MG**

**2011**

**FAUSTO ALVES DE LIMA JUNIOR**

**DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS DE EXTRAÇÃO DE  
HIDROCOLOIDES DO ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, área de concentração em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de Mestre.

Orientador

Dr. Jaime Vilela de Resende

**LAVRAS – MG**

**2011**

**Ficha Catalográfica Preparada pela Divisão de Processos Técnicos da  
Biblioteca da UFLA**

Lima Júnior, Fausto Alves de.

Desenvolvimento de processos de extração de hidrocoloides do  
ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller) / Fausto Alves de Lima  
Júnior. – Lavras : UFLA, 2011.

129 p. : il.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Lavras, 2011.

Orientador: Jaime Vilela de Resende.

Bibliografia.

1. Goma. 2. Aditivo. 3. Emulsão. 4. Espessante. I. Universidade  
Federal de Lavras. II. Título.

CDD – 664.8054

**FAUSTO ALVES DE LIMA JUNIOR**

**DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS DE EXTRAÇÃO DE  
HIDROCOLOIDE DO ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, área de concentração em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 25 de fevereiro de 2011.

Dra. Mônica Elisabeth Torres Prado      UFLA

Dra. Lanamar de Almeida Carlos      UFSJ

Dra. Luiz Ronaldo de Abreu      UFLA

Dr. Jaime Vilela de Resende  
Orientador

**LAVRAS – MG**

**2011**

*À minha amada Mãe, Leandra, meu tudo, amor incondicional.*

*Ao meu pai, Fausto, sempre presente, amor sem limites.*

*À minhas irmãs Flávia e Flaviane, amor eterno.*

*A minha sobrinha Bianca, amor puro e inocente.*

DEDICO

## AGRADECIMENTOS

A Deus, toda honra e toda glória. Obrigado pelo dom da vida, pelas oportunidades, tudo posso naquele que me fortalece.

A minha amada mãe, Leandra, por fazer de mim tudo que sou, pelo apoio, pelo carinho, pelo amor incondicional, meu tudo, minha vida.

Ao meu pai que, mesmo ausente, sempre se fez presente, deixando exemplos e a certeza de que somos frutos de nossas ações.

Às minhas irmãs, Flávia e Flaviane, pelo amor, respeito, carinho e compreensão.

À minha sobrinha pela presença alegre, que fez de todos os momentos mais fáceis de serem enfrentados. Sou o que sou, pois, o calor da amizade de vocês nunca me faltou.

Aos meus cunhados, pelo apoio e compreensão.

Às tias queridas: Mônica, Moíza, Moema e Maria, que sempre me deram forças pra enfrentar os desafios.

Aos meus familiares que sempre estiveram comigo. Ao meu padrinho João, aos meus primos Raul, Luciana, e Pietra, obrigado pelo carinho de sempre.

A Creuza, “mãe” Lavrense, por todos os momentos e conselhos. Governar o Xuxu não é fácil, mas nós conseguimos.

À Universidade Federal de Lavras e a todos os professores do Departamento de Ciência dos Alimentos pelos ensinamentos e aprendizados.

Aos amigos, Lara, Gustavo, Fernandão, Marcão, Letícia, Natanielli, Elizandra, Thaís, Poliana, Betânia, Miguel, Juliana e Rick que mostraram o quanto vale uma amizade verdadeira, a realização deste sonho só foi possível, pois, vocês estiveram ao meu lado.

Aos amigos de Lavras e Três Pontas, a família que Deus permitiu escolher, cada um tem um pedacinho desta vitória. Obrigado pelo carinho e pela atenção.

À Larinha, pelo carinho de sempre. Seu sorriso fez o trabalho mais fácil.

Às Faustetes: Márcia, Mariana, Luciana e Marina, obrigado por toda ajuda, pelos momentos de descontração.

Aos funcionários do DCA Tales, Tina, Flávia, Cidinha e Lucilene, pela cooperação, por todos os esclarecimentos e amizade.

Aos colegas de pós-graduação pelo convívio e momentos compartilhados.

Aos amigos dos Laboratórios de Refrigeração de Alimentos e Laticínios pelo companheirismo e pelos momentos de descontração.

Ao meu orientador, Dr. Jaime Vilela de Resende, pelos ensinamentos, pela paciência, amizade e confiança.

À Dra. Mônica Elisabeth Torres Prado pela valiosa contribuição desde a qualificação até a aqui.

À professora Dra. Lanamar de Almeida Carlos, que tão prontamente aceitou o convite e pelas suas considerações.

Ao professor Dr. Luiz Ronaldo de Abreu, pelo convívio, amizade, ensinamentos e valiosas contribuições.

Ao CNPq e à Fapemig pela concessão de bolsa de estudos e financiamento do projeto.

A todos que de maneira direta ou indiretamente contribuíram para realização deste sonho, o meu muito obrigado!

## RESUMO

A necessidade de atender os anseios dos consumidores por produtos com excelentes qualidades sensoriais, maior durabilidade e menores custos, faz com que as indústrias do setor alimentício busquem novas tecnologias e fontes de matéria prima. O objetivo deste trabalho foi desenvolver um processo de extração de hidrocoloide, de maneira natural, utilizando como matéria prima o ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller). Foram envolvidas no processo várias operações como prensagem, filtração, concentração a frio, precipitação e secagem. As variáveis independentes avaliadas foram: temperatura e a quantidade de água utilizada na homogeneização, para determinar a condição mais eficaz na extração sendo os resultados obtidos em cada etapa, analisados utilizando o método de superfície de resposta. As condições que apresentaram melhores resultados foram utilizando 3,6 litros de água para cada quilo de matéria prima na temperatura de 75°C, sendo o rendimento final do produto de 0,67%. Nestas condições observou-se um comportamento pseudoplástico ( $n < 1$ ) em todas as etapas do processo. Para determinar algumas características do hidrocoloide obtido, gomas foram preparadas em diferentes concentrações e submetidas às análises de viscosidade, capacidade e estabilização de emulsão na temperatura ambiente e a 80°C. As gomas elaboradas com 1% do hidrocolóide obtido apresentou resultados satisfatórios, sendo 7.306 mPa.s para viscosidade, e 83,2%; 85,71% e 80,49% para capacidade, e estabilidade de emulsão a temperatura ambiente e à 80°C respectivamente. O processo desenvolvido mostrou-se viável e aplicável. O hidrocoloide obtido apresentou características desejáveis para aplicação na indústria de alimentos como capacidade espessante, emulsificante, além de ser inodoro.

Palavras-chave: Goma. Extração. Aditivo. Emulsão. Espessante. *Pereskia aculeata* Miller.

## ABSTRACT

The desires of the consumers' for products with excellent sensorial qualities, longer durability and lower costs cause the industries of the food sector search for new technologies and sources of raw material. The objective of this work was developing a hydrocolloid-extracting process, in a natural manner, by utilizing as raw material the Barbados gooseberry (*Pereskia aculeata* Miller). A number of operations such as pressing, filtering, freeze concentration, precipitation and drying were involved. The independent variables evaluated were: temperature and the amount of the water utilized in homogenizing to determine the most efficient conditions in extracting, the result being obtained in each step, analyzed by response surface method. The conditions presenting best results were: we of 3.6 liters of water to each kilogram of raw material at the temperature of 75°C. In this case the final yield of the product were of 0.67%. Under those conditions, pseudoplastic behavior ( $n < 1$ ) in all the steps of the process was found. To determine some characteristics of hydrocolloid obtained, gums were prepared at different concentrations and submitted to the viscosity analysis, capacity and stabilization of emulsion at ambient temperature and at 80°C. The gums manufactured with 1% of the hydrocolloid presented satisfactory results, namely, 7,306 mPa.s for viscosity and 83.2%; 85.71% and 80.49% for capacity and stability of emulsion ambient temperature and at 80°C, respectively. The process developed proved both viable and applicable. The hydrocolloid obtained presented desirable characteristics for application in the food industry such as thickening, emulsifying capacity, in addition to being odorless.

Keywords: Gum. Extraction. Additive. Emulsion. Thickener. *Pereskia aculeata* Miller.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Classificação do comportamento reológico de fluidos.....	37
Figura 2 Efeito do cisalhamento sobre o comportamento de partículas e agregados.....	43
Figura 3 Arbusto de ora-pro-nóbis ( <i>Pereskia aculeata</i> Miller) .....	45
Figura 4 Fluxograma para a obtenção de hidrocolóide de <i>Pereskia aculeata</i> Miller.....	48
Figura 5 Peça adaptada a prensa em aço inox para a etapa de prensagem .....	50
Figura 6 Colunas de leito fixo para etapa de filtração 2.....	51
Figura 7 Esquema ilustrativo do criocentrador .....	52

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1	Evolução do comércio exterior brasileiro do segmento de gomas de 1998 a 2007 em milhões de dólares e em mil toneladas: a) importação; b) exportação .....	25
Gráfico 2	Importação brasileira de cada polissacarídeo em 5 anos agrupados pela origem: a) em milhões de dólares; b) em mil toneladas. 1) alga; 2) semente; 3) exsudato; 4) vegetais não identificados; 5) pectinas; 6) microbiológica; 7) animais; 8) celulose e derivados; 9) cereais .....	26
Gráfico 3	Curva de escoamento para vários tipos de fluidos independentes do tempo .....	40
Gráfico 4	Curva de escoamento de fluidos dependentes do tempo .....	42
Gráfico 5	Superfície de contorno para o pH do filtrado I .....	67
Gráfico 6	Superfície de contorno para SST do filtrado I .....	70
Gráfico 7	Relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento para filtrado I .....	72
Gráfico 8	Relação entre a taxa de deformação e viscosidade para filtrado I .....	72
Gráfico 9	Valores de pH dos filtrados I e II .....	79
Gráfico 10	Valores para ângulo Hue (a) e $\Delta E^*$ (b) para os filtrados I e II .....	81
Gráfico 11	Relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento para filtrado II .....	85
Gráfico 12	Relação entre a taxa de deformação e viscosidade para filtrado II .....	85
Gráfico 13	Superfície de contorno para índice de comportamento do fluido, para o modelo de Herschel-Bulkley no filtrado II .....	88
Gráfico 14	Superfície de contorno para índice de comportamento do fluido, para o modelo da lei da potência para o filtrado II .....	90
Gráfico 15	Teores de sólidos solúveis do filtrado II e concentrado a frio .....	95
Gráfico 16	Superfície de contorno para viscosidade do concentrado a frio .....	97
Gráfico 17	percentual de impureza do gelo e eficiência do concentrador a frio .....	98
Gráfico 18	Relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento para o concentrado a frio .....	100
Gráfico 19	Relação entre a taxa de deformação e viscosidade para o concentrado a frio .....	101
Gráfico 20	Superfície de contorno para o índice de comportamento de fluido ( $n$ ) para o modelo da lei da potência no concentrado a frio .....	104
Gráfico 21	Superfície de contorno para viscosidade plástica de Bingham do concentrado a frio .....	107
Gráfico 22	Superfície de contorno para a viscosidade plástica de Casson do concentrado .....	108

Gráfico 23	Relação da concentração e viscosidade das gomas obtidas em diferentes concentrações.....	116
Gráfico 24	Relação da concentração e capacidade de formação de emulsão ..	118
Gráfico 25	Relação da concentração e estabilidade de emulsão em diferentes temperaturas.....	119

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Hidrocolóides espessante e suas características .....	21
Tabela 2	Hidrocolóides gelificantes e suas características .....	23
Tabela 3	Ensaio experimentais para obtenção do hidrocolóide .....	62
Tabela 4	Valores para pH, SST, viscosidade , ângulo hue , $\Delta E^*$ e rendimento para o filtrado I .....	63
Tabela 5	Análise dos coeficientes de regressão para o filtrado I .....	65
Tabela 6	Análise de variância e coeficiente de determinação para filtrado I .....	66
Tabela 7	Parâmetros reológicos para o filtrado I .....	74
Tabela 8	Análise de variância para os parâmetros reológicos do modelo de Herschel-Bulkley do filtrado I .....	75
Tabela 9	Análise de variância para o modelo da lei da potência para o filtrado I .....	76
Tabela 10	Análise de variância para o modelo de Bingham para o filtrado I .....	76
Tabela 11	Análise de variância para o modelo de Casson para o filtrado I .....	77
Tabela 12	Valores obtidos para valores para pH, SST, viscosidade, ângulo hue, e $\Delta E^*$ para o filtrado II .....	78
Tabela 13	Análise dos coeficientes de regressão para o filtrado II .....	82
Tabela 14	Análise de variância e coeficiente de determinação para filtrado II .....	83
Tabela 15	Parâmetros reológicos para o filtrado II .....	86
Tabela 16	Análise de variância para o modelo de Herschel-Bulkley para o filtrado II .....	87
Tabela 17	Análise de variância para o modelo da lei da potência para o filtrado II .....	89
Tabela 18	Análise dos coeficientes de regressão para o índice de comportamento de fluido, para o modelo de Herschel-Bulkley e lei da potência do filtrado II .....	91
Tabela 19	Análise de variância para o modelo de Bingham para o filtrado II .....	92
Tabela 20	Análise de variância para o modelo de Casson para o filtrado II .....	92
Tabela 21	valores para pH, SST, viscosidade , ângulo hue , $\Delta E^*$ , rendimento para o concentrado a frio .....	93
Tabela 22	Eficiência e impureza de gelo no concentrador a frio .....	94
Tabela 23	Análise dos coeficientes de regressão para etapa de concentração a frio .....	95
Tabela 24	Análise de variância e coeficiente de determinação para etapa de concentração .....	96
Tabela 25	Parâmetros reológicos para o concentrado a frio .....	102

Tabela 26	Análise de variância para o modelo de HB para o concentrado a frio.....	103
Tabela 27	Análise de variância para o modelo da lei da potência para o concentrado a frio .....	104
Tabela 28	Análise dos coeficientes de regressão para o índice de comportamento de fluido, para modelo da lei da potência do concentrado a frio .....	105
Tabela 29	Análise de variância para o modelo de Bingham para o concentrado a frio .....	106
Tabela 30	Análise de variância para o modelo de Casson para o concentrado a frio .....	107
Tabela 31	Análise dos coeficientes de regressão para a viscosidade plástica de Bingham e Casson do concentrado .....	109
Tabela 32	Valores para o rendimento nas etapas de precipitação e secagem	111
Tabela 33	Análise dos coeficientes de regressão para o rendimento na precipitação e na secagem.....	111
Tabela 34	Análise de variância e coeficientes de determinação para rendimentos de precipitação e secagem .....	112
Tabela 35	Valores médios obtidos para viscosidade da goma .....	115
Tabela 36	Valores para capacidade e estabilidade de emulsão de gomas.....	117

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	16
2	REFERENCIAL TEÓRICO .....	18
2.1	Hidrocoloides .....	18
2.2	O mercado de hidrocolóides .....	23
2.3	Tipos de gomas .....	27
2.3.1	Gomas de algas marinhas .....	27
2.3.2	Gomas de sementes .....	28
2.3.3	Gomas de tubérculos e cereais .....	29
2.3.4	Gomas de exsudatos .....	30
2.3.5	Gomas de micro-organismos .....	31
2.4	Reologia .....	32
2.4.1	Viscosidade .....	34
2.4.2	Tipos de fluidos .....	36
2.4.2.1	Fluidos newtonianos .....	37
2.4.2.2	Fluidos não newtonianos .....	38
2.4.2.2.1	Fluidos pseudoplásticos .....	38
2.4.2.2.2	Fluidos dilatantes .....	39
2.4.2.2.3	Fluidos de Bingham .....	39
2.4.2.2.4	Fluidos tixotrópicos .....	40
2.4.2.2.5	Fluidos reopéticos .....	41
2.4.2.2.6	Fluidos viscoelásticos .....	42
2.5	Ora-pro-nóbis ( <i>Pereskia Aculeata</i> Miller) .....	43
3	MATERIAL E MÉTODOS .....	47
3.1	Obtenção do hidrocoloide .....	47
3.1.1	Extração 1: homogeneização da amostra e extração a quente ...	49
3.1.2	Extração 2: Prensagem .....	49
3.1.3	Filtração 1: funil de Buchner com alto de vácuo .....	49
3.1.4	Filtração 2: coluna de leito fixo com carvão ativado .....	50
3.1.5	Concentração a frio .....	51
3.1.6	Precipitação .....	53
3.1.7	Secagem .....	53
3.1.8	Moagem .....	53
3.2	Caracterizações do filtrados I e II e do concentrado obtidos a partir do ora-pro-nóbis .....	54
3.2.1	pH .....	54
3.2.2	Sólidos solúveis totais .....	54
3.2.3	Comportamento reológico .....	55
3.2.4	Análise de cor .....	56
3.2.5	Eficiência do processo de concentração a frio .....	57

3.2.6	Impureza do gelo do processo de concentração a frio.....	58
3.2.7	Rendimentos .....	58
3.2.7.1	Rendimento do concentrado.....	58
3.2.7.2	Rendimento na precipitação.....	58
3.2.7.3	Rendimento de secagem.....	59
3.3	Reconstituições do pó.....	59
3.3.1	Elaboração da goma.....	59
3.3.2	Viscosidade.....	59
3.3.3	Capacidade de emulsão.....	60
3.3.4	Estabilidade da emulsão .....	60
3.4	Planejamento experimental.....	61
4	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	63
4.1	Filtrado I .....	63
4.1.1	Caracterização física e cor.....	63
4.1.2	Comportamento reológico .....	70
4.2	Filtrado II.....	78
4.2.1	Caracterização física e cor.....	78
4.2.2	Comportamento reológico .....	83
4.3	Concentrado a frio .....	93
4.3.1	Caracterização física e cor.....	93
4.2.2	Comportamento reológico .....	100
4.4	Precipitação e secagem.....	110
4.5	Reconstituições do hidocoloide .....	114
4.5.1	Viscosidade.....	114
4.5.2	Capacidade e estabilidade de emulsão.....	117
4	<b>CONCLUSÃO</b> .....	121
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	122

## 1 INTRODUÇÃO

A grande necessidade por uma alimentação balanceada e feita de maneira rápida e prática vem fazendo com que os alimentos industrializados, de consumo instantâneo e com características sensoriais desejáveis ganhem destaque no setor alimentício. Contudo existe uma grande preocupação por parte das indústrias deste setor com a segurança na cadeia produtiva e no aumento da vida de prateleira de seus produtos.

As alterações ocorridas durante a produção, transporte e armazenamento do produto podem acarretar mudanças indesejáveis ao produto como na textura, consistência, forma, quebra e outros. Sendo assim, todas as propriedades da matéria prima, aditivos e do produto final, bem como todo o processamento e condições de armazenamento devem ser conhecidos, para que sejam evitadas quaisquer modificações indesejáveis e para que o produto chegue ao consumidor de forma íntegra.

Os hidrocoloides são aditivos utilizados com diversas funções na indústria de alimentos, com intuito de proporcionar melhores características ao produto, bem como aumentar sua vida de prateleira, além de facilitar as etapas do processamento, contudo, são bastante onerosos para as empresas.

Existem diversas fontes de hidrocoloides, dentre as quais se destacam as algas, os micro-organismos, raízes e tubérculos, frutos, sendo a composição de cada uma diferente, tendo em sua composição diferentes tipos de polissacarídeos, que podem lhes conferir diversas funções.

A extração de hidrocoloides a partir de produtos vegetais possui um diferencial, visto que estes são mais bem vistos pelos consumidores, quando comparados ao hidrocoloides de origem animal. Amido, pectina, galactomananas, carragenas, alginatos, bem como a celulose e seus derivados são os principais hidrocoloides de origem vegetal.

Apesar da riqueza da flora brasileira, pouco se conhece e se investe nas gomas produzidas por ela e, desta maneira, o Brasil destina um grande aporte financeiro para a importação de gomas.

As cactáceas estão ganhando destaque em pesquisas por apresentarem características desejáveis na sua morfologia e composição rica em polissacarídeos possibilitando a extração de hidrocoloides. Outro fator que torna esta espécie interessante é a sua adaptação ao clima quente e seco, sendo de fácil produção e sem grandes custos de produção.

Entre as cactáceas destaca-se o gênero *Pereskia*, considerado o menos avançado da família, possuindo caule lenhoso bem desenvolvido, folhas suculentas e flores terminais dispostas em cimeiras (CRONQUIST,1981).

Dados etnobotânicos revelam que *Pereskia grandifolia* e *Pereskia aculeata* são denominadas popularmente de ora-pro-nóbis e as folhas são empregadas topicamente como emoliente na medicina popular, em razão do seu conteúdo mucilaginoso. Adicionalmente, são consumidas na culinária regional brasileira (CRUZ, 1995)

Em razão do destaque que o ora-pro-nóbis vem ganhando na culinária, sabendo de sua composição, na qual se encontra o biopolímero arabinogalactana, em, virtude de seu alto teor proteico e a grande quantidade de goma presente, juntamente com a facilidade em seu cultivo e importância econômica que vem adquirindo em Minas Gerais e no Brasil, aliado ao enorme interesse e necessidade das indústrias alimentícias e farmacêuticas em novas fontes de hidrocoloides, o objetivo deste trabalho foi desenvolver e avaliar as etapas do processo de extração do hidrocoloide de forma natural em diferentes condições, envolvendo diversas operações, e avaliar seu potencial de uso como aditivo para posteriores aplicações em processamentos em altas e baixas temperaturas.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Hidrocoloides

Hidrocoloides são um grupo heterogêneo de polímeros de cadeia longa (polissacarídeos e proteínas), caracterizada por sua propriedade de formar dispersões com alta viscosidade e/ou géis, quando dispersas em água. A presença de um grande número de grupos hidroxilas (-OH) aumentam significativamente sua afinidade por ligações com moléculas de água tornando-os hidrofílicos. Além disso, eles produzem uma dispersão, que é intermediário entre uma verdadeira solução e uma suspensão, e exibe as propriedades de um coloide ( SAHA; BHATTACHARYA, 2010).

Gomas são moléculas hidrofóbicas ou hidrofílicas de alto peso molecular, geralmente com propriedades coloidais que em contato com um solvente ou agente intumescente adequado, produzem géis, suspensões altamente viscosas ou soluções com baixa concentração de matéria seca (WHISTLER; BEMILLER, 1993). Assim, o termo goma é aplicado a uma ampla variedade de substâncias com características “gomosas” e que não podem ser definidas com precisão.

Matos (2000) define gomas como hidrocoloides vegetais que podem ser classificados como polissacarídeos aniônicos, não iônicos ou como sais de polissacarídeos. São substâncias translúcidas e amorfas frequentemente produzidas pelas plantas superiores como proteções após uma agressão. Muitas plantas que crescem em condições semi-áridas produzem exsudatos gomosos em grandes quantidades quando seu córtex é agredido; este mecanismo serve para vedar o corte e evitar a desidratação. As gomas de sementes são hidrocoloides contidos em algumas sementes embrionárias que servem como reserva de alimentos polissacarídicos.

Existe na literatura, uma grande confusão e ambigüidade na nomenclatura para os polissacarídeos, uma vez que existem diversas fontes e formas de obtenção que caracterizam cada produto de acordo com suas propriedades.

A maioria dos carboidratos encontrados na natureza ocorre como polissacarídeos solúveis em água, iônicos ou não-iônicos. Podem ser extraídos de raízes, tubérculos, caules e sementes de vegetais, nos quais atuam como reserva de energia, como é o caso do amido e da inulina; outras vezes, podem ser encontrados na estrutura celular de tecidos vegetais, onde contribuem para a integridade estrutural e para a força mecânica, como é o caso das pectinas, em plantas terrestres, e das carragenanas, agar e alginatos, em plantas marinhas (TONELI; MURR; PARK, 2005).

Os polissacarídeos são matérias renováveis, de fonte biológica, biodegradáveis e, geralmente, não tóxicos. Pela capacidade de retenção de água, de formar filmes e propriedades reológicas específicas essas moléculas têm sido aplicadas na indústria (FREITAS et al., 2009; KUMAR et al., 2004), especialmente nos ramos alimentício e farmacêutico (KUMAR; MODY, 2007; VIJAYENDRA et al., 2008). Na indústria de alimentos podem ser utilizados como espessantes, estabilizantes, emulsificantes, coagulantes, formadores de filmes, gelificantes, agentes de suspensão e dispersantes (ARAÚJO; ALVES, 2003; CUNHA et al., 2004; GÓMEZ et al., 2007; LOPES; ANDRADE; MANO, 1991; MAIA; PORTE; SOUZA, 2000).

Estabilizantes, gomas e hidrocoloides não são mais que algumas das palavras usadas para referir-se a um grupo de produtos que regulam a consistência dos alimentos. Os estabilizantes são produtos que hidratam quando se juntam à água. Durante este processo as moléculas maiores de estabilizantes desagregam-se e dissolvem-se. Isto leva à formação de enlaces ou ligações de hidrogênio que por meio de todo o líquido forma uma “rede”, reduzindo, assim, a mobilidade da água restante não enlaçada. Quando se trabalha com

estabilizantes, estes efeitos são facilmente observáveis, resultando em alta viscosidade ou, incluso, formam um gel (ROSS-MURPHY, 2001).

Hidrocoloides têm uma ampla gama de propriedades funcionais na indústria de alimentos. Entre elas podemos citar as funções de espessante, gelificante, emulsificante, estabilizante, controle do crescimento de cristais de gelo e açúcar, mas as propriedades básicas para que os hidrocoloides encontrarem um uso extensivo são como agentes espessantes e gelificantes. Quando na presença de água, estes hidrocoloides são utilizados para produzir um efeito na viscosidade de produtos e formulações. Esta propriedade de espessamento em água é comum a todos os hidrocoloides e é a principal razão para seu uso geral. O grau de espessamento varia de acordo com o tipo e a natureza dos hidrocoloides, com alguns dando baixa viscosidade em uma concentração bastante alta, mas a maioria deles dando altas viscosidades, na concentração, inferior a 1% (GLICKSMAN, 1982).

O processo de espessamento envolve a não conformidade de um emaranhado de polímero de cadeias desordenadas, que é essencialmente uma interação polímero-solvente (PHILIPS et al., 1986).

Este espessamento ocorre acima de uma concentração crítica conhecida como a sobreposição de concentração ( $C^*$ ). Abaixo desta concentração, as dispersões apresentam comportamento newtoniano e acima de  $C^*$  apresentam um comportamento não-newtoniano (PHILIPS; WILLIAMS, 2000).

De acordo com Saha e Bhattacharya (2010), hidrocoloides têm sido utilizados como agentes espessantes em vários sistemas alimentares, incluem amido, amido modificado, goma xantana, galactomananas como goma guar e goma de alfarroba (LBG), goma arábica ou goma acácia, goma karaya, goma tragacanto e carboximetilcelulose (CMC), conforme mostra a tabela 1.

Tabela 1 Hidrocolóides espessante e suas características

<b>Hidrocolóide</b>	<b>Propriedades</b>	<b>Aplicações</b>
<b>Xantana</b>	Altamente pseudoplástico; mantém viscosidade na presença de eletrólitos, alta temperatura e amplas faixas de pH	Sopa, caldos, ketcups, bebidas instantâneas, recheios, sobremesas e coberturas
<b>Carboximetilcelulose (CMC)</b>	Alta viscosidade, mas é reduzido em adição de eletrólitos e em baixos pH	Molhos para salada, recheio de frutas, recheios de pizza, ketchup
<b>Metil celulose (MC) e Hidroxipropilmetil celulose (HPMC),</b>	Aumenta a viscosidade com a temperatura mas independente do pH e da presença de eletrólito	Molhos para salada, massas de bolo, bebidas, chantilly e sobremesas
<b>Goma arábica</b>	Baixa viscosidade de goma; pseudoplástico em baixas taxas de cisalhamento ( $< 10 \text{ s}^{-1}$ ); perto e um comportamento newtoniano com taxa de cisalhamento acima de $100 \text{ s}^{-1}$	Suco de frutas, bebida base para refrigerante
<b>Galactomananas goma guar, goma locusta (LBG) e goma tara</b>	Altamente pseudoplástico, independente de eletrólitos, mas degradam e perdem viscosidade em pH alto e baixo e em altas temperaturas	Laticínios, inclusive sorvete, ketchup, sucos e frutas, pudim em pó, massa de bolo
<b>Goma Kojac manana</b>	Formação de dispersões altamente viscosas que não são influenciadas pela adição de sais; formação de géis termicamente irreversíveis em meio alcalino	Macarrão, geléias e sobremesas
<b>Goma tragacanto</b>	Incha rapidamente em água fria ou quente formar dispersões altamente viscosas, até 4000 mPas em concentrações de 1%	Molhos para salada, confeitaria, bebidas de frutas, molhos

Fonte: Saha e Bhattacharya (2010)

O efeito espessante produzido pelos diversos tipos de hidrocolóides depende quanto ao tipo de hidrocoloide utilizado, sua concentração, e o produto no qual é utilizado, além do pH e da temperatura do processo.

Outra importante propriedade que vale destacar é a de gelificação, embora todas as gomas apresentem viscosidade, mas são poucas as que podem formar gel. O tipo e a qualidade do gel variam largamente de uma goma para outra (LANIER; LEE, 2000).

Segundo Aguilera (1992), géis podem ser definidos como uma forma de matéria intermediária entre sólidos e líquidos e mostrar rigidez. Eles consistem de moléculas de polímero reticulado de forma confusa e interligados molecular rede imersa em um meio líquido, o que nos alimentos sistema de água. Tecnólogos de alimentos usam a palavra gel para se referir a alimentos de alta umidade que, mantêm boa parte de sua forma quando liberado a partir de seu recipiente. Segundo esta definição, um gel é um sistema viscoelástico com um módulo de armazenamento ( $G'$ ) maior do que o "módulo de perda" ( $G''$ ) (VRIES, 2004).

A gelificação pode envolver uma hierarquia de estruturas, a mais comum é a cadeia principal de agregação de interligações em "zonas de cruzamento", que formam a base para características da rede tridimensional de um gel. O arranjo físico das zonas de junção na rede pode ser afetado por vários parâmetros, como temperatura, presença de íons e estrutura inerente do hidrocoloide. Para a gelificação de hidrocolóides, os três principais mecanismos propostos são de gelificação sem troca de calor, gelificação a frio e gelificação com o uso do calor (BUREY et al., 2008).

Williams (2006), afirma que o conhecimento das condições exigidas para gelificação de dispersão de um hidrocoloide particular, as características do gel produzido que confere a textura é muito importante na formulação de alimentos específicos. Os hidrocolóides que encontram aplicação em alimentos

como gelificantes incluem alginatos, pectina, carragena, gelana, gelatina ágar, modificados amidos, metil-celulose e hidroxipropilmetil celulose. As características do gel de alguns dos importantes gelificantes são resumidos na Tabela 2.

Tabela 2 Hidrocolóides gelificantes e suas características

<b>Hidrocolóide</b>	<b>Característica</b>	<b>Aplicação</b>
<b>Amido modificado</b>	Géis termicamente irreversível de resfriamento, opaco	Sobremesas
<b>Ágar</b>	Géis termorreversíveis de resfriamento	Produtos de panificação e geléias
<b>K-carragena e I-carragena</b>	Géis termorreversíveis de resfriamento	Pudins, milk shakes, tofu
<b>Pectina de baixo teor de metoxilação</b>	Géis termorreversíveis de resfriamento em pH ácido	Doces, geléias e sobremesas a base de leite
<b>Pectina de alto teor de metoxilação</b>	Géis termoirreversíveis de resfriamento em altos pH ácidos	Doces, geléias
<b>Alginato</b>	Géis termoirreversíveis, não derrete com o aquecimento	“Alimentos reestruturados”, cremes para confeitaria preparado a frio
<b>Metil e hidroxipropilmetil celulose</b>	Géis termorreversíveis, derrete sobre aquecimento	Molhos para salada, massas de bolo, bebidas, coberturas chantilly

Fonte: Saha e Bhattacharya (2010)

## 2.2 O mercado de hidrocolóides

A enorme exigência dos consumidores por uma excelente qualidade dos produtos, juntamente com a busca por um bom preço aliados à praticidade vem fazendo com que as indústrias do setor alimentício busquem novas alternativas para satisfazer o anseio de seus consumidores. A necessidade por novas tecnologias e matérias-primas que proporcionem melhor qualidade e diminuam os custos é um fator que impulsiona as pesquisas de novos produtos.

Para o setor de aditivos alimentares, o Brasil é um grande importador, em função do grande uso destes produtos pela indústria e da baixa produção destes ingredientes. Este problema, no entanto, pode ser resolvido a partir de pesquisas de fontes alternativas para obtenção de produtos que atendam as necessidades do setor.

A enorme diversidade da flora brasileira, pouco explorada ou muitas vezes explorada de forma inconsciente, é de grande importância na descoberta de novas fontes, sem prejudicar o meio, de forma barata e natural, mantendo as características organolépticas, aumentando a vida de prateleira e ainda melhorando a imagem do produto perante aos seus consumidores.

Os valores de importação e exportação anuais gomas foram consolidados de 1998 a 2007. Os Gráficos 1a e 1b apresentam esses valores em milhões de dólares e em mil toneladas. A importação entre 1998 e 2003 não variou muito, oscilando entre 64 e 70 milhões US\$ (Gráfico 1a). A partir daí cresceu significativamente até 2007, alcançando 111 milhões US\$. A exportação do segmento sofreu um pequeno decréscimo de 1998 a 2001, e a partir daí iniciou uma tendência crescente, com algumas oscilações, chegando em 2007 com 70 milhões US\$ (Gráfico 1b). O incremento de 2003 para 2007 foi de 45% para a exportação, contra 69% da importação. O preço médio do produto importado em 2007 foi 4,1 US\$/kg e do exportado 2,3 US\$/kg. Em 2008, as importações de polissacarídeos cresceram e chegaram a 142 milhões US\$, mas as exportações diminuíram (68 milhões US\$). O país importa cada vez mais polissacarídeos do que exporta e a um custo médio superior (CUNHA; PAULA; FEITOSA, 2009).

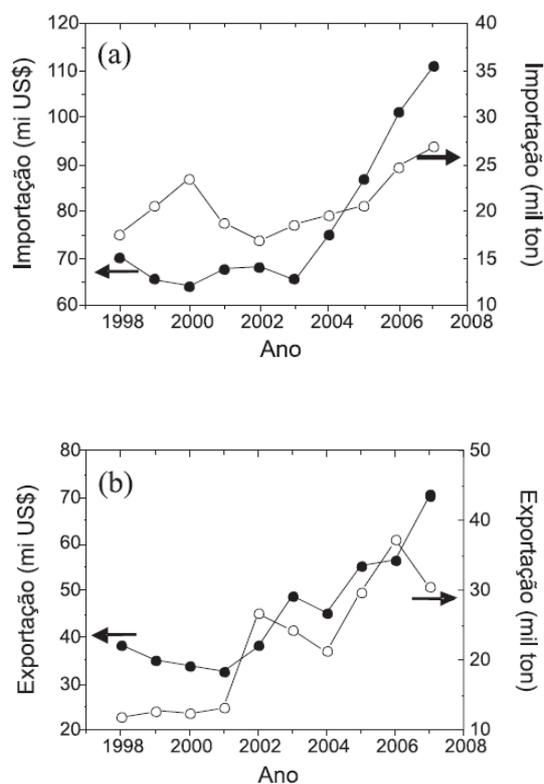


Gráfico 1 Evolução do comércio exterior brasileiro do segmento de gomas de 1998 a 2007 em milhões de dólares e em mil toneladas: a) importação; b) exportação

Fonte: Cunha, Paula e Feitosa (2009)

A importação e a exportação de cada tipo de goma foram acompanhadas de 2003 a 2007. Celulose e seus derivados são os produtos mais importados, representando cerca de 190 milhões US\$/5 anos e 42,4% da pauta do segmento (Gráfico 2a). Destacam-se, também, xantana e carragenana, com 70 e 40 milhões US\$/5 anos, respectivamente. A importação de ágar, dextrana e amido é pequena, menor que 8 milhões US\$/5 anos. Os outros polissacarídeos foram importados em uma faixa de 10 a 23 milhões US\$/5 anos. O padrão da importação em mil toneladas (Gráfico 2b) apresenta algumas variações com

relação ao da Gráfico 2a. A quantidade de amido importada foi de 13 mil ton/5 anos, maior do que a quantidade de todos os outros polissacarídeos, exceto metil-, etil-, propil-celulose, e CMC e seus sais. O relativo baixo preço do amido é responsável por esse comportamento. Comportamento semelhante é o da goma guar, embora em menor proporção. No sentido inverso estão a pectina e os polissacarídeos de algas, cujo preço deve ser superior ao da média dos demais.

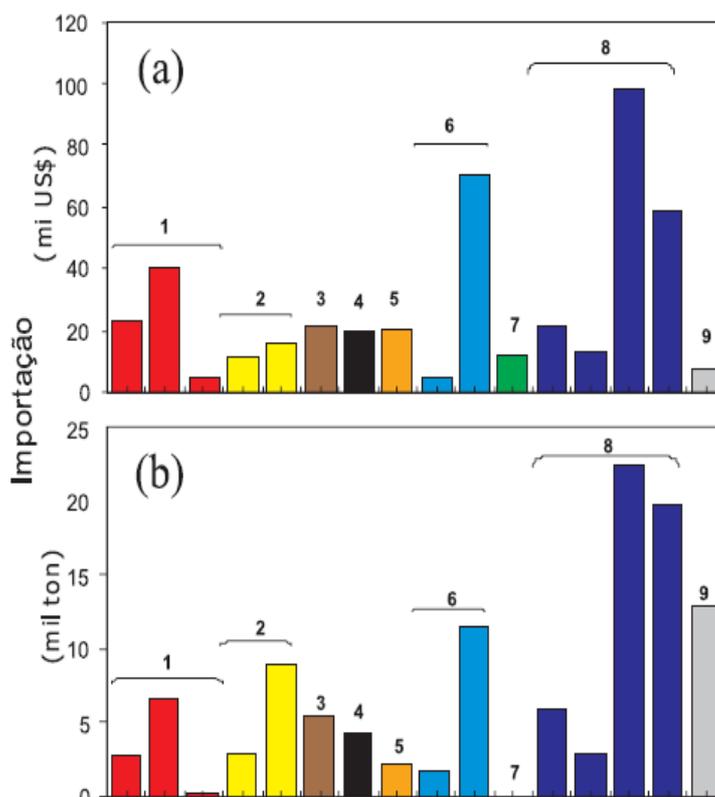


Gráfico 2 Importação brasileira de cada polissacarídeo em 5 anos agrupados pela origem: a) em milhões de dólares; b) em mil toneladas. 1) alga; 2) semente; 3) exsudato; 4) vegetais não identificados; 5) pectinas; 6) microbiológica; 7) animais; 8) celulose e derivados; 9) cereais

Fonte: Cunha, Paula e Feitosa (2009)

## 2.3 Tipos de gomas

As gomas utilizadas pela indústria de alimentos são provenientes de diferentes fontes, e para sua escolha são levados em considerações diversos aspectos como os ingredientes envolvidos na formulação do produto, as operações unitárias, as variações de temperatura, os custos, as facilidades de aplicação e as desvantagens como a maior gasto energético, maior tempo de mistura, maior quantidade de água, danos em equipamentos entre outros. Assim o bom conhecimento de suas características e de sua composição é fundamental para a escolha da goma certa, para cada produto.

### 2.3.1 Gomas de algas marinhas

A extração de gomas de algas marinhas originalmente praticadas em países orientais espalhou-se para muitas partes do mundo onde águas salobras e algas marinhas são abundantes. Em razão do teor de sólidos presentes, os princípios de engenharia empregados em processos de extração são relativamente simples, e removem uma grande parte da matéria seca sendo um material bastante puro, os custos finais dos extratos de algas marinhas são distribuídos entre a coleta e o processamento. Estas gomas são componentes estruturais das paredes celulares, têm presença sazonal, variando de acordo com a temperatura da água, o acesso aos nutrientes e com a intensidade de iluminação solar (TAVARES, 1998).

As algas são fontes de vários tipos de polissacarídeos. As algas vermelhas e as pardas são aquelas a partir das quais são extraídos os polissacarídeos mais utilizados na indústria. Das algas vermelhas são obtidas as agaranas e as carragenanas, As carragenanas são encontradas nas espécies *Soliera*, *Euclima*, *Maristiella* e *Callophucis*, e as agaranas nas espécies

*Gracilaria, Gelidium e Pterocladias*. Os alginatos são extraídos de algas pardas de espécies como: *Macrocystis, Ascophyllum, Laminaria, Ecklonia e Sargassum*.

Eles possuem uma estrutura linear de ácidos manurônico (M) e gulurônico (G). A distribuição dos blocos de M e G na estrutura bem como a razão M/G influenciam fortemente nas suas propriedades em solução. Longos blocos GG (6 a 10 unidades) fazem com que esses polissacarídeos sejam rígidos, forme géis mais fortes e tenha maior capacidade de formar complexo com íons divalentes (STEPHEN; PHILLIPS; WILLIAMS, 2006).

### **2.3.2 Gomas de sementes**

Sementes são também fontes de gomas. A maioria das sementes contém amido como alimento principal estocado para uso pela planta embrionária em seu crescimento inicial. Todos esses amidos, que diferem entre si na aparência física e no comportamento físico, têm sido usados como gomas quando dispersos em água. Atualmente, somente os amidos de custo mais baixo têm larga aplicação por causa da forte competição econômica (TAVARES, 1998).

Muitas outras sementes contêm reservas alimentícias de polissacarídeos que não são amidos e algumas destas sementes são colhidas para produzir gomas de interesse industrial. As mais antigas gomas de sementes eram extraídas de sementes de marmelo, *psyllium*, linho, e alfarroba e, algumas delas ainda são importantes.

As gomas de sementes que são propícias à produção agrícola devem ser as mais baratas. Estas são sementes de plantas anuais com uma estação de crescimento normal que podem ser cultivadas em terras agrícolas por métodos normais.

Um exemplo é a galactomanana da goma guar. Esta planta não foi usada para gomas de sementes senão após a II Grande Guerra. A planta era cultivada

como alimento para o gado na Ásia, particularmente na Índia e no Paquistão (WHISTLER; BEMILLER, 1993).

Com a descoberta de que a goma de guar era semelhante à de sementes de alfarroba, seu cultivo foi aumentado na Ásia e iniciado nos Estados Unidos. A planta é uma leguminosa anual que se assemelha à soja, com vagens de sementes ao longo do caule vertical. O plantio e a colheita podem ser feitos com máquinas agrícolas comuns. Parece, portanto, que as sementes de guar podem ser produzidas por práticas agrícolas convencionais e podem assim ser obtidas a baixo custo. Isto explica a observação de que sementes de guar têm tomado a maior parte do mercado em expansão de gomas de galactomanana (MATOS, 2000).

As gomas de sementes ou endospermicas mais utilizadas atualmente são as de *Cyamopsis tetragonolobus* (goma de guar, man:gal 2:1), *Ceratonia siliqua* (goma carobe ou alfarroba, man:gal 2:1) e *Caesalpinia spinosa* (goma tara, man:gal 3:1), todas elas constituídas basicamente de galactomananas (MAIER et al.,1993; MATOS, 2000).

### **2.3.3 Gomas de tubérculos e cereais**

Amido é o polissacarídeo de reserva mais abundante nas plantas e mais utilizado como alimento. Ele é uma mistura de dois polissacarídeos: amilose e amilopectina. A amilose é um polissacarídeo com cadeia linear de D-glucose, enquanto a amilopectina é um polímero ramificado, também, de D-glucose. Trigo e milho são os cereais mais utilizados na obtenção do amido, no entanto, existem outras fontes como mandioca, aveia, arroz.

O amido é o espessante comumente mais usado na indústria de alimentos, em virtude de seu baixo custo, sua abundante produção e possivelmente, pela sua característica de não gerar nenhum gosto perceptível se

usado em uma baixa concentração de 2-5%. É o principal hidrocoloide, proporcionando uma textura de base de sopas e molhos.

Espessamento de molhos agridoce com diversas combinações de polissacarídeo como goma xantana, amido de batata e goma xantana e amido de aveia foram estudados. A avaliação do desempenho espessante foi considerada com base em seu efeito sobre as propriedades sensoriais e reologia. A combinação de goma xantana e fécula de aveia tem melhor propriedade de espessamento em relação à combinação de amido de batata e goma xantana, avaliada a partir de sua energia de tixotropia. Tanto o amido de batata como a goma xantana são polissacarídeos aniônicos e, portanto, são termodinamicamente incompatíveis para a interação intermolecular eficiente necessário para engrossar (GIBINSKI et al., 2006).

#### **2.3.4 Gomas de exsudatos**

As gomas conhecidas no mundo antigo são principalmente exsudatos de plantas. A maioria das famílias de plantas inclui espécies que exsudam gomas, principalmente, as espécies das famílias Leguminosas, Combretáceas e Anacardiáceas (TAVARES, 1998).

As gomas podem ser exsudadas em quantidades muito pequenas e não serem facilmente percebidas ou podem ser produzidas abundantemente, formando incrustações grandes e visíveis. As exsudações produzidas em grandes quantidades constituem as gomas do mundo antigo e mesmo hoje ainda representam um segmento significativo (10-15%) das gomas naturais comerciais (MATOS, 2000).

As gomas de exsudatos mais utilizadas na indústria são a goma arábica, karaya, ghatthi e tragacanta. Elas podem ser empregadas nas indústrias de

detergentes, têxtil, de adesivos, de papel, de tintas, alimentícia, farmacêutica e de cosméticos (RODRIGUES; PAULA; COSTA, 1993; WHISTLER, 1993).

Dentre os polissacarídeos vegetais, os polissacarídeos das gomas englobam as estruturas mais complexas (ASPINALL, 1969), sendo esta complexidade resultado da presença de diferentes componentes monossacarídeos, anéis furanosídicos e piranosídicos, enantiômeros D e L além de diferentes tipos de ligações glicosídicas. Acredita-se que a síntese de moléculas tão complexas esteja envolvida na resistência aos sistemas enzimáticos de organismos invasores (JONES; SMITH, 1949).

### **2.3.5 Gomas de micro-organismos**

Há na natureza microrganismos que secretam polissacarídeos, denominados exopolissacarídeos. Polissacarídeos sintetizados por bactérias podem, de acordo com sua localização celular, apresentar-se como constituintes da parede celular (lipopolissacarídeos), associados covalentemente à superfície celular (polissacarídeos capsulares), ou secretados para o meio extracelular (exopolissacarídeos). São classificados em homopolissacarídeos como exemplo a dextrana e heteropolissacarídeos como a gelana, xantana (CANILHA et al., 2006; KUMAR et al., 2004; SOUZA; GARCIA-CRUZ, 2004).

Várias bactérias são isoladas e cultivadas para a produção comercial desses polímeros, principalmente em função do elevado grau de viscosidade das soluções poliméricas (BARBOSA et al., 2003; SUTHERLAND, 2001), que têm sido utilizadas como aditivos alimentares tais como a goma xantana, produzida pela bactéria *Xanthomonas campestris*, gelana de *Sphingomonas paucimobilis* (PIERMARIA; CANAL; ABRAHAM, 2008), alginatos bacterianos secretados por espécies de *Pseudomonas* e de *Azotobacter chroococcum*, celulose bacteriana de *Acetobacter xylinum*, ácido hialurônico de *Streptococcus equii* e

succinoglucanas de *Rhizobium* (KUMAR et al., 2004; SINGH; SAINI; KENNEDY, 2008).

Na indústria de alimentos, a goma xantana é utilizada nos molhos, coberturas para saladas, catchup, produtos de confeitarias, produtos dietéticos, sucos de frutas, sopas e caldos, entre outros, atuando como agente espessante, estabilizante, agente de suspensão e auxiliar de emulsificação, possibilitando a criação de novos produtos de diferentes texturas (DIAZ; VENDRUSCOLO; VENDRUSCOLO, 2004).

O polímero de dextrana é metabolizado naturalmente, não é tóxico e não provoca reações adversas no organismo; é utilizado na indústria de alimentos como estabilizante e agente de viscosidade (CANILHA et al., 2006; CRUZ PRADELLA, 2006).

Segundo Yamamoto e Cunha (2007) o gelana possui boa estabilidade em ampla faixa de pH, produzindo um gel termorreversível que vem substituindo o ágar. Em função da estabilidade em pH ácido, a goma gelana vem sendo utilizada pela indústria de alimentos, principalmente, em produtos à base de frutas (CANILHA et al., 2006; FREITAS et al., 2006). Tais características proporcionam sua aplicação como estabilizante, emulsificante, texturizante e agente gelificante. Além disso, oferece diversas vantagens sobre outras gomas, pois, soluções com concentrações entre 0,1 a 0,3 % são suficientes para formação de géis (AROCKIASAMY; BANIK, 2008).

## **2.4 Reologia**

A reologia é a ciência que estuda a deformação e o fluxo dos materiais sob influência de tensões. Dentro deste contexto, a matéria pode estar no estado líquido, sólido ou gasoso (BRETAS; D'ÁVILA, 2005; DAK; VERMA; JAAFFREY, 2007).

Segundo Schramm (2006), sólidos ideais deformam-se elasticamente e a energia necessária para a deformação é completamente recuperada quando a tensão é removida. Fluidos ideais como líquidos e gases deformam-se irreversivelmente, eles escoam e, neste caso, a energia requerida para a deformação é dissipada dentro do fluido na forma de calor e não pode ser recuperada simplesmente pela remoção das tensões. A maioria das aplicações práticas dos hidrocoloides envolve a habilidade dessas moléculas em alterar as propriedades físicas do meio onde se encontram, seja por conferir alta viscosidade às soluções ou por criar redes intermoleculares coesivas.

A formação de géis é um processo muito importante, pois, a estrutura do gel influencia o processamento dos mais diversos produtos (VRIESMANN, 2008). Nas áreas da ciência dos alimentos, a reologia possui grande importância.

Segundo Haminiuk (2007), muitas das propriedades texturais que os humanos percebem quando consomem alimentos são basicamente de natureza reológica, isto é, cremosidade, suculência, maciez, suavidade e dureza.

De acordo com Toneli, Murr e Park (2005) os dados reológicos em alimentos são essenciais para:

- a) cálculos em engenharia de processos, envolvendo grande variedade de equipamentos, tais como bombas, tubulações, extrusores, misturadores, trocadores de calor, dentre outros;
- b) determinação da funcionalidade de ingredientes no desenvolvimento de produtos;
- c) controle intermediário ou final da qualidade de produtos;
- d) testes de tempo de prateleira;
- e) avaliação da textura de alimentos e correlação com testes sensoriais.

De acordo com Saude e Junter (2002), para que os hidrocoloides possam ser aplicados na indústria, há necessidade de que algumas informações sobre estrutura química e características físico-químicas, tais como o comportamento reológico, sejam previamente conhecidos.

A reologia considera dois materiais como ideais: o sólido elástico e o líquido viscoso. No sólido elástico a propriedade de maior interesse é a elasticidade, ou seja, um material com forma definida quando deformado por uma força externa, dentro de certos limites, retornará à sua forma e dimensões originais, após a remoção dessa força. Já no líquido viscoso a propriedade de maior interesse é a viscosidade, que tem como característica não possuir forma definida, escoando irreversivelmente com a aplicação de uma força externa (BRETAS; D'ÁVILA, 2005).

#### 2.4.1 Viscosidade

A viscosidade é a propriedade associada à resistência que o fluido oferece à deformação por cisalhamento. De outra maneira, pode-se dizer que a viscosidade corresponde ao atrito interno nos fluídos em virtude, basicamente, das interações intermoleculares, sendo, em geral, função da temperatura (LIVI, 2004).

A viscosidade pode ser medida pela fórmula matemática apresentada na equação 1, na qual  $\eta$  é a viscosidade dinâmica ou aparente,  $\tau$  é a tensão de cisalhamento e  $\dot{\gamma}$  é a taxa de cisalhamento ou deformação, tendo como unidade  $N/m^2 \cdot s$ , que equivale à Pa.s.

$$\tau = \eta \times \dot{\gamma} \quad (1)$$

A propriedade física de um líquido de resistir ao fluxo induzido pela tensão aplicada (cisalhamento) é descrita pela viscosidade. Ela é dependente da natureza físico-química da substância, da temperatura, da pressão, da taxa de deformação e do tempo (SCHRAMM, 2006).

A tensão de cisalhamento refere-se à força aplicada tangencialmente sobre uma área e sua unidade é o Pascal ( $\text{Pa} = \text{N}/\text{m}^2$ ). Considerando-se o modelo no qual um fluido é mantido entre duas placas paralelas, onde a superior é móvel e a inferior estacionária, ao se aplicar paralelamente uma força  $F$  na placa superior, a velocidade do fluxo gerado é máxima na camada ligada diretamente à placa móvel e decresce paralelamente por meio das camadas adjacentes do fluido, até chegar a zero na camada ligada à placa estacionária. Isso ocorre por causa da resistência interna do fluido, ou seja, de sua viscosidade (SCHRAMM, 2006).

A viscosidade depende da temperatura, e verificam-se efeitos opostos sobre a viscosidade de gases e de líquidos em função da variação da temperatura. Em geral, nos gases, a coesão intermolecular é desprezível, resultando no fato de que a tensão cisalhante entre duas camadas do fluido em escoamento é resultante da transferência de momento linear entre essas camadas. No escoamento laminar, o movimento do fluido ocorre em lâminas paralelas.

Em decorrência do movimento molecular caótico, resulta transferência de moléculas na direção transversal ao escoamento entre camadas com velocidades diferentes, ou seja, ocorre transferência de momento linear entre as camadas, decorrente das colisões intermoleculares. Essa atividade molecular aumenta com o acréscimo de temperatura, de forma que a viscosidade aumenta com a temperatura nos gases.

Nos líquidos, as distâncias intermoleculares e a intensidade dos movimentos das moléculas são muito menores que nos gases, de forma que a transferência de momento linear entre as camadas, em virtude dos movimentos

moleculares, pode ser desprezada. Assim, as tensões cisalhantes e a viscosidade dependem principalmente da intensidade das forças de coesão intermolecular que diminuem com o acréscimo de temperatura, de maneira que a viscosidade dos líquidos diminui com o aumento da temperatura (LIVI, 2004).

Para fluídos newtonianos a viscosidade é obtida por meio de uma única medida de tensão de cisalhamento e taxa de deformação. Porém, para identificar se um fluído é newtoniano ou não newtoniano são necessários vários dados de tensão de cisalhamento nas correspondentes taxas de deformação, para então se avaliar o comportamento de um fluido e adotar um modelo de comportamento reológico (STEFE, 1996).

A viscosidade é a propriedade do fluido que descreve a magnitude da resistência em razão das forças cisalhantes dentro do fluido (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000).

Fluidos altamente viscosos requerem maior força para se mover do que materiais menos viscosos (BRETAS; D'ÁVILA, 2005).

#### **2.4.2 Tipos de fluidos**

Um fluido define-se como uma substância que se deforma continuamente quando se submete a um esforço constante, sem se importar quão pequeno seja este esforço. De todas as propriedades dos fluidos, a viscosidade requer uma maior atenção no estudo do fluxo de um fluido (STREETER, 1996).

De acordo com o seu comportamento os fluidos podem ser classificados como Newtonianos e não-Newtonianos, conforme mostra a Figura 1.

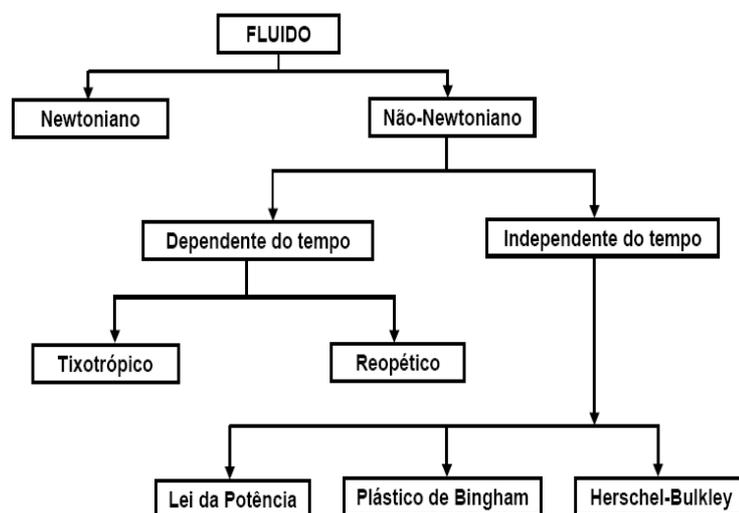


Figura 1 Classificação do comportamento reológico de fluidos  
Fonte: Sato (2002)

#### 2.4.2.1 Fluidos newtonianos

As propriedades reológicas de fluidos newtonianos são independentes da taxa de cisalhamento e do histórico anterior de cisalhamento, e dependentes somente da composição e temperatura (VIDAL BEZERRA, 2000).

Para um fluido newtoniano ideal, a tensão de cisalhamento é uma função linear da taxa de cisalhamento, e a constante de proporcionalidade para esta relação  $\eta$  é chamada de viscosidade newtoniana .

Os fluidos que seguem a Lei de Newton da viscosidade, ou seja, apresentam uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Muitos alimentos, como leite, suco de maçã, suco de laranja, vinho e cerveja exibem um comportamento newtoniano (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000).

#### **2.4.2.2 Fluidos não newtonianos**

Fluidos não newtonianos são caracterizados como todo o fluido cuja relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação não for linear e/ou não passar pela origem, podendo ser classificados como dependentes ou independentes do tempo. No primeiro caso, a viscosidade aparente do fluido varia tanto com a taxa de deformação quanto com a duração de sua aplicação, podendo ser classificados como tixotrópicos ou reopéticos.

A diminuição da viscosidade aparente com o tempo de cisalhamento, a uma condição constante de temperatura e taxa de deformação, caracteriza um material tixotrópico, enquanto que fluidos que têm a sua viscosidade aparente aumentada com o tempo são denominados reopéticos. Grande parte dos fluidos alimentícios como pastas de frutas e vegetais, “ketchup”, mostarda e comida de bebê apresentam comportamento tixotrópico (BARBOSA-CÁNOVAS; IBARZ; PELEG,1993; CHOI; YOO, 2004).

Fluidos não-newtonianos viscoelásticos podem ser descritos como aqueles que apresentam, simultaneamente, propriedades de fluidos (viscosas) e de sólidos (elásticas). Já os fluidos não-Newtonianos inelásticos são todos aqueles que, de alguma maneira não se comportam de acordo com a relação descrita pela Equação 1, quando são submetidos a uma deformação (TONELI; MURR; PARK, 2005).

##### **2.4.2.2.1 Fluidos pseudoplásticos**

Neste grupo encontra-se a maioria dos fluidos de componentes de comportamento não-newtoniano. São fluidos independentes do tempo, sem tensão residual, que começam a escoar sob a ação de tensões de cisalhamento infinitesimais (VIDAL BEZERRA, 2000).

Este tipo de fluido demonstra um decréscimo na viscosidade com um aumento na tensão de cisalhamento (McCLEMENTS, 2005) e a taxa de cisalhamento versus a tensão de cisalhamento forma uma linha convexa (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000). Esses fluidos em repouso apresentam um estado desordenado e, quando submetidos a uma tensão de cisalhamento, suas moléculas tendem a se orientar na direção da força aplicada. Quanto maior a tensão aplicada, maior será a ordenação. Consequentemente, a viscosidade aparente será menor (HOLDSWORTH, 1971).

Alguns exemplos de fluidos pseudoplásticos são: sucos de frutas concentrados, purê de maçã, pasta de amido e proteínas (RHA, 1978). Em geral, os purês de frutas e vegetais são fluidos pseudoplásticos. A consistência desses produtos é um importante parâmetro de qualidade industrial (IBARZ; BARBOSA-CANOVAS, 1996).

#### **2.4.2.2 Fluidos dilatantes**

Os fluidos dilatantes apresentam o comportamento inverso ao fenômeno da pseudoplasticidade, ou seja, a viscosidade do fluido aumenta à medida que aumenta a taxa de cisalhamento. Esse tipo de fluxo somente é encontrado em líquidos que contêm uma alta proporção de partículas rígidas insolúveis em suspensão (BOURNE, 1982). Alguns tipos de mel e suspensões de amido se enquadram nessa categoria (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000; STEFFE, 1996).

#### **2.4.2.3 Fluidos de Bingham**

Segundo McClements (2005), o fluido de Bingham se comporta como um sólido sob condições estáticas. Certa quantidade de força deve ser aplicada

antes que o fluxo seja induzido (tensão inicial). Alguns exemplos de fluidos alimentícios que representam esse comportamento são: molhos de tomate, maionese, clara de ovo batida e margarina (BOURNE, 1982).

No Gráfico 3, temos as curvas de escoamento dos fluidos independentes do tempo, podendo estes apresentar ou não tensão residual para o início do escoamento.

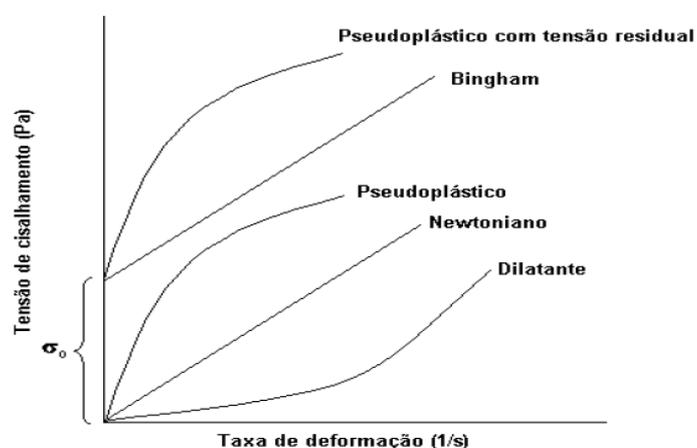


Gráfico 3 Curva de escoamento para vários tipos de fluidos independentes do tempo

Fonte: Sato (2002)

#### 2.4.2.2.4 Fluidos tixotrópicos

De acordo com McClements (2005), fluidos desse grupo apresentam um comportamento reológico dependente do tempo. Um fluido tixotrópico é aquele no qual a viscosidade aparente diminui com o tempo quando o fluido é submetido a uma taxa de cisalhamento constante. Fluidos desse tipo são conhecidos por conter pequenas partículas (cristais ou biopolímeros) que são mantidos juntos por forças fracas. O cisalhamento do material separa as

partículas agregadas e, então, ocorre uma menor resistência ao escoamento e a viscosidade decresce com o tempo até um valor constante ser alcançado.

Exemplos desse fluido são gelatinas, cremes, manteigas, molhos para saladas, entre outros (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000).

#### **2.4.2.2.5 Fluidos reopéticos**

Em alguns alimentos, a viscosidade aparente do fluido aumenta com o tempo quando sujeito a uma taxa constante de cisalhamento. Há diferentes razões para este comportamento. A mais importante é que o cisalhamento aumenta a frequência das colisões entre as moléculas ou partículas dos fluidos, que pode levar para um aumento de agregados e conseqüentemente um aumento na viscosidade aparente (MCCLEMENTS, 2005).

Este tipo de comportamento não é comum em alimentos, mas pode ocorrer em soluções de amido altamente concentradas (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000).

No Gráfico 4, estão representadas curvas de escoamentos para fluidos dependentes do tempo.

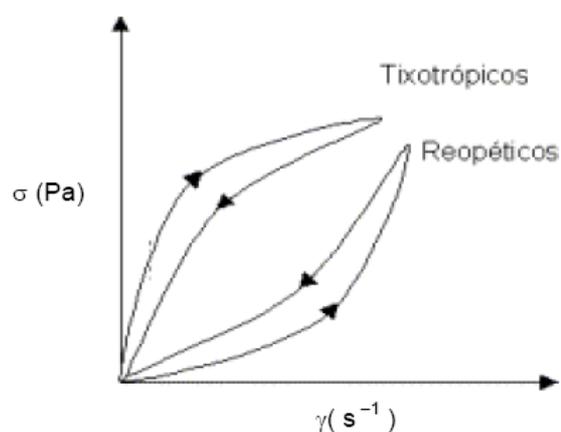


Gráfico 4 Curva de escoamento de fluidos dependentes do tempo  
 Fonte: Haminiuk (2005)

#### 2.4.2.2.6 Fluidos viscoelásticos

Muitos produtos alimentícios não são líquidos puros ou sólidos puros, mas possuem propriedades reológicas que são parcialmente viscosas e parcialmente elásticas (McCLEMENTS, 2005). Quase todas as soluções, de polímeros, mesmo diluídas, apresentam comportamento viscoelástico, e muitas vezes, este comportamento não é detectado por instrumentos não preparados para essas medidas. Clara de ovo é o exemplo típico do comportamento viscoelástico (VIDAL BEZERRA, 2000).

De maneira geral, a maior parte dos alimentos mostra comportamento pseudoplástico e tixotrópico, ou seja, a viscosidade aparente diminui a medida que a taxa de deformação e o tempo de cisalhamento aumentam, em virtude da orientação das moléculas na direção do escoamento e da quebra de agregados, que tornam a resistência ao movimento cada vez menor como mostrado na Figura 2.

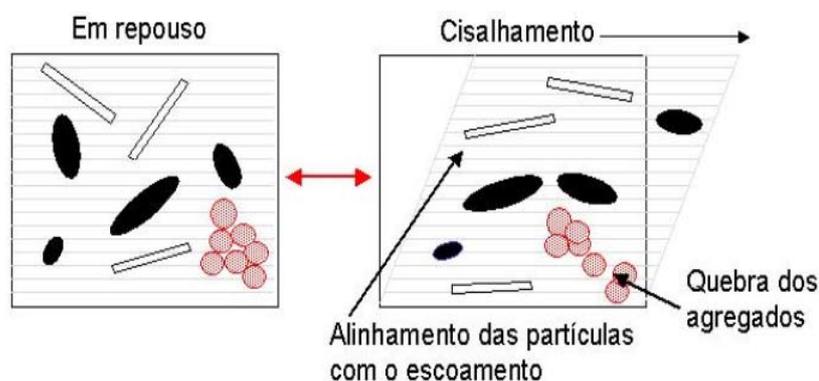


Figura 2 Efeito do cisalhamento sobre o comportamento de partículas e agregados

Fonte: Barnes (1989)

### 2.5 Ora-pro-nóbis (*Pereskia Aculeata* Miller)

Onde se planta, nasce. Quando cresce, serve de proteção e alimento. Repleta de flores, ainda deixa o ambiente mais bonito. Por meio da hortaliça ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata*), a natureza oferece múltiplos benefícios ao ser humano, o que seria motivo suficiente para a escolha de seu nome popular. Mas, conta-se que assim foi batizada pelo costume de ser colhida no quintal de uma igreja, para ser preparada para o almoço, quando o padre iniciava a reza final da missa da manhã (REVISTA GLOBO RURAL, 2010).

A família *Cactaceae* constitui-se de representantes preponderantemente originários de regiões temperadas e tropicais das Américas, particularmente de clima quente e seco (CRONQUIST, 1981; JOLY, 1998), e compreende plantas perenes, suculentas, de hábitos variados e geralmente espinhosos (BARROSO, 1978).

O gênero *Pereskia* é considerado o menos avançado da família, possuindo caule lenhoso bem desenvolvido, folhas suculentas e flores terminais dispostas em cimeiras.

*Pereskia aculeata* Miller é uma espécie pertencente à subfamília *Pereskioideae*, considerada detentora do maior número de caracteres primitivos da família Cactaceae (MAUSETH, 1999). Representantes do gênero ocorrem somente em regiões úmidas ou levemente áridas e consistem de plantas com caules finos, sublenhosos ou lenhosos, onde se inserem folhas largas com poucos espinhos na base e surgem flores terminais solitárias ou em cimeiras curtas (MANKE, 1998).

A Figura 3 mostra um arbusto da espécie, que é utilizada na alimentação humana, como barreira de proteção natural (cerca viva), como planta ornamental e, ainda, usada na medicina popular. Além de ora-pro-nóbis a espécie é conhecida de acordo com a região e cultura como: carne dos pobres, língua-de-vaca, trepadeira-limão, groselha-da-américa, lobodo, rosa-madeira, groselha-de-barbados.

Em Minas Gerais a *Pereskia aculeata* é consumida e apreciada em pratos típicos servidos em restaurantes das cidades históricas, tanto que começa a ser cultivada para fins comerciais, sendo a maior produção na região de Sabará onde garante renda aos produtores de hortaliças (JORNAL ESTADO DE MINAS, 2003).



Figura 3 Arbusto de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller)

Diferentes espécies de *Pereskia* têm sido investigadas sob variados aspectos, tais como relativos à identificação do alcaloide alucinógeno mescalina presente em *P. corrugata* Cutak e *P. tampicana* F.A.C. Weber (DOETSCH; CASSADY; McLAUGHLIN, 1980), à citotoxicidade de *P. bleo* (Kunth) DC, à composição da mucilagem (PINTO et al., 1994) e à diversidade genética (NASSAR; HAMIRCK; FLEMING, 2002) de *P. guamacho* F.A.C. Weber, à identificação de saponinas em *P. grandifolia* Haw. (SAHU; BANERJI; CHAKRAVARTI, 1974), e de esteróides (SALT; TOCKER; ADDLER, 1987) e polissacarídeos (SIERAKOWSKI et al., 1990) presentes na *Pereskia aculeata*.

Dados etnobotânicos revelam que *Pereskia grandifolia* e *Pereskia aculeata* são denominadas popularmente de ora-pro-nóbis e as folhas são empregadas topicamente como emolientes na medicina popular, em razão do seu conteúdo mucilaginoso. Adicionalmente, são consumidas na culinária regional brasileira (CRUZ, 1995), levando indústrias alimentícias a incluí-las em complementos alimentares, em razão de seu alto teor do biopolímero arabinogalactana.

As arabinogalactanas (AGs) são polissacarídeos estruturais, presentes em todos os vegetais superiores (FINCHER; STONE; CLARK, 1983), tendo uma estrutura molecular complexa e de difícil caracterização (ASPINALL,

1982; WHISTLER, 1970). A literatura mostra diversos trabalhos envolvendo a elucidação estrutural destes polímeros, encontrados em folhas, caules, raízes, flores, sementes e, em grande quantidade, em gomas e exsudatos de vegetais (DELGOBO et al., 1998; FINCHER; STONE; CLARK, 1983; MENESTRINA et al., 1998).

Uma vez que estes polissacarídeos geralmente apresentam viscosidade em solução, existe um grande interesse comercial voltado à elucidação destes compostos, descritos desde a década de setenta, por WHISTLER (1970). Dentro do âmbito industrial, pode-se citar o intenso uso de arabinogalactanas da tão conhecida goma arábica (*Acácia Senegal*), proveniente de árvores de diferentes espécies de *Acácia*. Já com enfoque biológico, as principais arabinogalactanas utilizadas são provenientes do lariço (*Larix occidentalis e Larix dahurica*), uma árvore típica da região norte do globo, sendo descrita por apresentar propriedades imunomoduladoras.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Obtenção do hidrocoloide

A matéria prima *Pereskia aculeata* Miller foi colhida em uma propriedade particular, na cidade de Itutinga, MG. Foram colhidas ramas contendo todas as partes da planta (folhas, flores, brotos, espinhos e caule). Para uma melhor uniformidade e diminuição do erro experimental, todas as amostras utilizadas, durante a condução do experimento, foram colhidas do mesmo arbusto, tentando assim, diminuir as interferências causadas pelas alterações da composição da espécie, que podem ser ocasionadas pela variabilidade de nutrientes disponíveis no solo, alterações climáticas, presença de pragas e insetos e injúrias causadas por ordens diversas.

Após a colheita, as ramas foram conduzidas ao Laboratório de Refrigeração de Alimentos, no departamento de Ciência dos Alimentos, da UFLA, em caixas plásticas, onde foram lavadas em água corrente, pré-selecionadas manualmente, sendo eliminadas folhas injuriadas, queimadas pelo sol, atacadas por insetos, e demais sujidades advindas da colheita. Posteriormente, todo material foi acondicionado em porções de 1 kg em sacos plásticos, que foram lacrados, identificados e acondicionados em um freezer doméstico até a condução do experimento.

Para a obtenção do produto final na forma de pó, foi desenvolvido um protocolo de extração com diversas etapas, conforme ilustra o fluxograma da Figura 4.

O detalhamento das etapas e os equipamentos utilizados estão descritos a seguir.

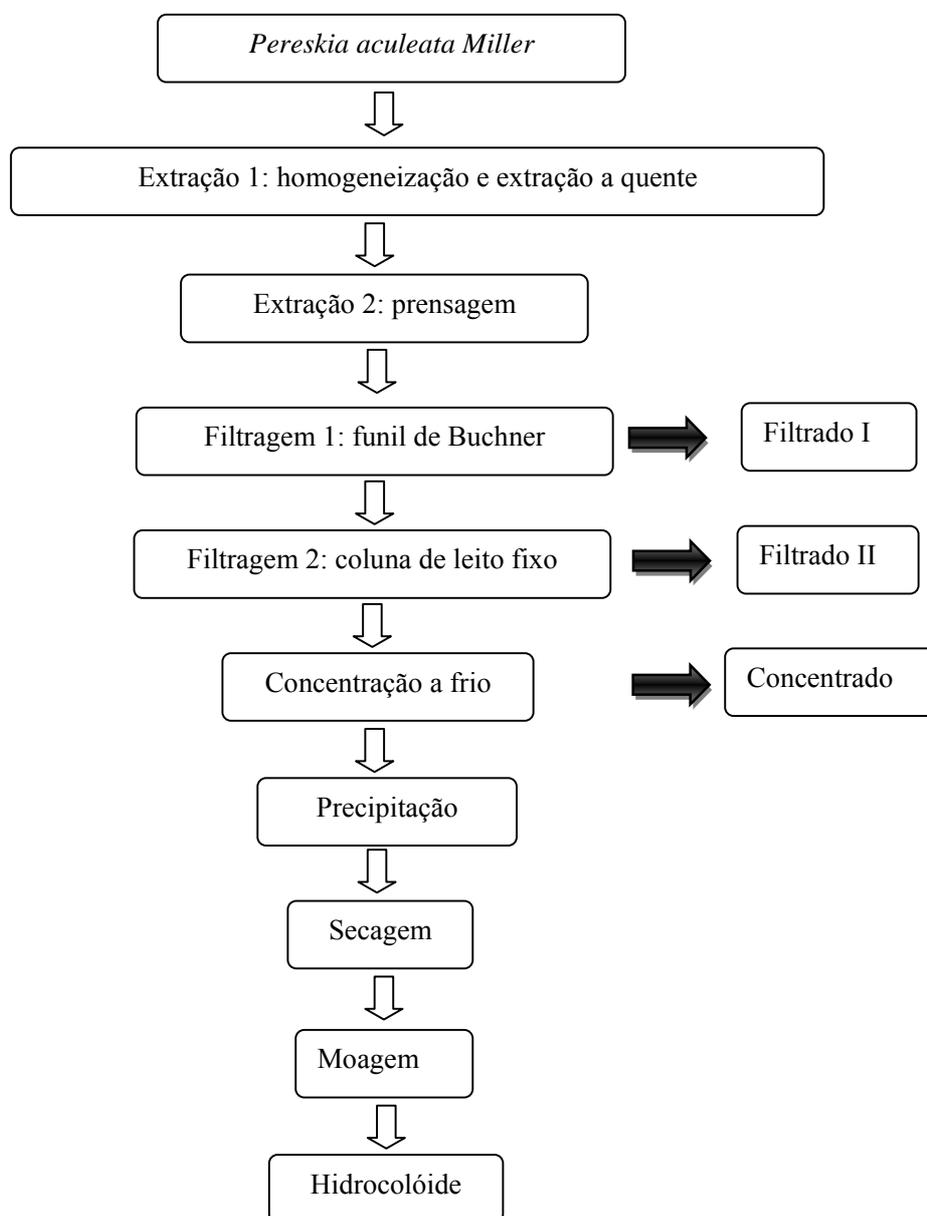


Figura 4 Fluxograma para a obtenção de hidrocolóide de *Pereskia aculeata* Miller

### **3.1.1 Extração 1: homogeneização da amostra e extração a quente**

Todas as partes da matéria prima (folhas, caules, espinhos e brotos) foram homogeneizadas em água a 100°C em diferentes quantidades de água, para cada quilo de matéria prima, de acordo com o planejamento experimental, (Tabela 3) usando um liquidificador industrial (marca: Metvisa, modelo LG10), pelo tempo de 10 minutos, até a trituração de todas as partes. Posteriormente, o material triturado foi transferido para béqueres de vidro e levados ao banho termostático (marca: Quimis modelo q-215-2) com temperaturas controladas de acordo com o planejamento experimental, durante o período de 6 horas. Neste período procedeu-se à agitação da amostra e temperatura do banho foi monitorada com um termômetro digital.

### **3.1.2 Extração 2: prensagem**

Após a extração 1, o homogenato foi submetido à prensagem em uma prensa hidráulica (marca: Tecnal, modelo TE 058), com capacidade para 2 toneladas. O material foi acondicionado em tecidos de organza, e colocado dentro de uma peça desenvolvida no laboratório para esta etapa, conforme ilustra a Figura 5. Durante a prensagem, a força exercida foi controlada em 1,2 toneladas, sendo o produto obtido nesta etapa denominado extrato.

### **3.1.3 Filtração 1: funil de Buchner com alto de vácuo**

O extrato obtido foi filtrado em funil de Buchner, usando tecidos de organza como elemento filtrante e bomba de duplo estágio (marca: Lokring, modelo VP. 340D), para a produção de alto vácuo, sendo o produto obtido ao fim desta etapa denominado de Filtrado I.



Figura 5 Peça adaptada a prensa em aço inox para a etapa de prensagem

### 3.1.4 Filtração 2: coluna de leito fixo com carvão ativado

O filtrado I foi conduzido a uma coluna de leito fixo, para remoção de alguns pigmentos e retirada de sólidos insolúveis advindos das etapas anteriores. As colunas foram construídas com tubos cilíndricos de policloreto de vinila (PVC) e material acrílico, sendo suas dimensões: 0,5 m de altura e 0.05 m de diâmetro. O recheio da coluna foi composto por 100 gramas de areia lavada, tratada e peneirada com granulometria de 2.36 mm, 300 gramas de carvão ativado (marca: êxodo científico) com granulometria de 1-2 mm e por último 100 gramas de areia com granulometria de 1.18 mm, conforme mostrado na Figura 6.

Foram montadas 5 colunas ligadas em paralelo, conectadas a uma bomba de vácuo com controle de pressão de vácuo (Marca: Primar, modelo 141), obtendo assim o filtrado II.

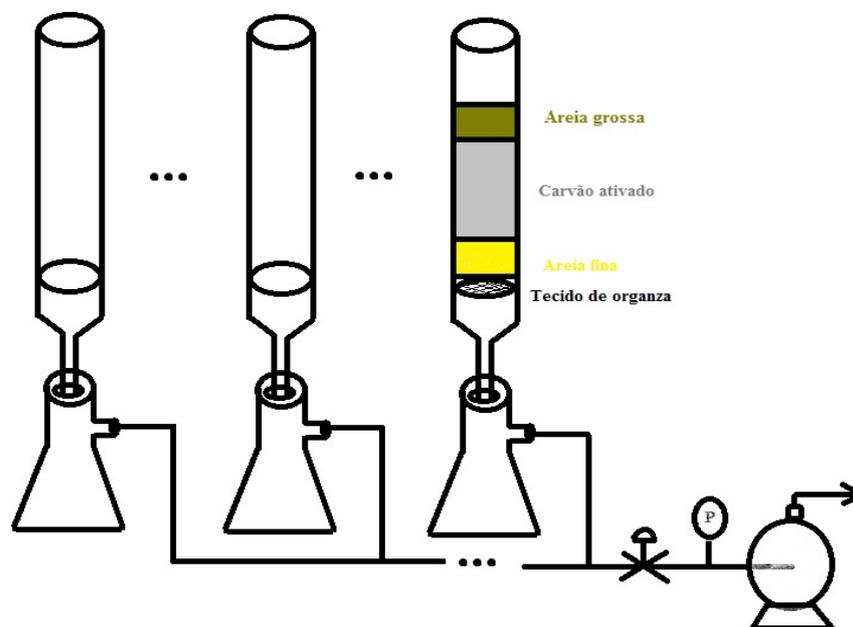


Figura 6 Colunas de leito fixo para etapa de filtração 2

### 3.1.5 Concentração a frio

A concentração do filtrado II foi feita em um concentrador a frio desenvolvido no Laboratório de Refrigeração de Alimentos, conforme ilustrado na Figura 7, para a condução deste trabalho. O concentrador foi feito com materiais de baixo custo adquiridos no comércio local. Foram utilizados um conjunto de latas para mantimentos, mangueiras, torneiras plásticas, abraçadeiras, parafusos, isopor e polipropileno expandido. O refrigerante secundário utilizado para resfriamento/congelamento foi solução alcoólica (0,4 L de etanol/ litro de solução), à  $-15^{\circ}\text{C}$ . O tempo de permanência no crioconcentrador foi mantido constante em 120 minutos, com agitação mecânica (marca IKA Labortechnik, modelo RW.20 ). Para acelerar o processo de remoção do gelo formado, água a  $50^{\circ}\text{C}$  foi circulada através do circuito.

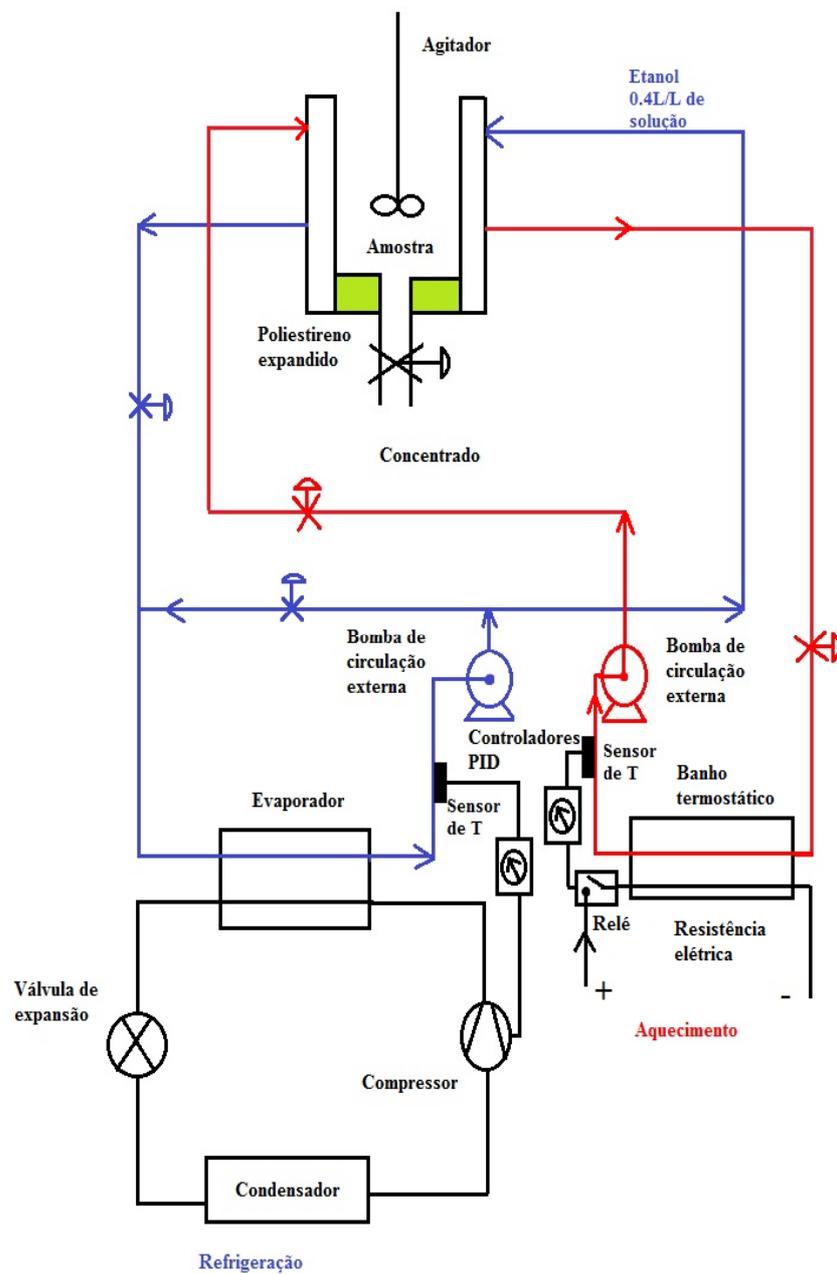


Figura 7 Esquema ilustrativo do concentrador a frio

### **3.1.6 Precipitação**

O crioconcentrado foi submetido à precipitação em álcool etílico absoluto (95%), na proporção de 3:1 de álcool para cada parte de crioconcentrado. O procedimento de lavagem foi efetuado por três vezes e o tempo de precipitação foi fixado em 50 minutos, para cada lavagem. Após a terceira lavagem o precipitado foi separado usando papel de filtro e funil de vidro.

### **3.1.7 Secagem**

Imediatamente após a filtração as amostras de precipitado foram transferidas para placas de Petri, já secas e pesadas, e conduzidas à estufa a vácuo (marca: Nova Ética, modelo 440/2D), regulada a 40° C pelo período de 18 horas, para secagem total do produto.

### **3.1.8 Moagem**

O produto seco foi retirado das placas com auxílio de uma espátula de aço inox, transferidos para um grau de cerâmica e moídos manualmente com auxílio de pistilo, em seguida foram transferidos para frascos de plásticos, que foram envoltos com papel alumínio e acondicionados em dessecador contendo sílica gel para proteção da luz e umidade.

### **3.2 Caracterizações do filtrados I e II e do concentrado obtidos a partir do ora-pro-nóbis**

Para especificar a quantidade de água e a temperatura de extração que determina o tratamento mais eficiente para o processamento e extração, foram realizadas análises de pH, sólidos solúveis totais, comportamento reológico e cor nas etapas de filtragem I e II, e concentração a frio

Além destas análises foi verificado o rendimento após a extração, concentração a frio, precipitação e secagem de casa ensaio.

Na etapa de concentração a frio foram avaliadas a eficiência do processo e a impureza do gelo gerado.

#### **3.2.1 pH**

A determinação do pH foi feita por método eletrométrico, utilizando-se um potenciômetro digital, (marca: Micronal, modelo 320) de acordo com (INSTITUTO ADOLFO LUTZ - IAL, 2008).

#### **3.2.2 Sólidos solúveis totais**

O teor de sólidos solúveis foi determinado utilizando um refratômetro digital ATAGO PR-100, previamente calibrado com água destilada. Os resultados foram expressos em ° Brix de acordo com a Association of Official Analytical Chemists - AOAC (2000).

### 3.2.3 Comportamento reológico

As medidas reológicas foram realizadas por meio de um viscosímetro rotacional de cilindros concêntricos da marca BROOKFIELD DVIII Ultra (Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA), usando o adaptador para pequenas amostras 13R/RP (19,05 mm de diâmetro e 64,77 mm de profundidade) e o sensor de cisalhamento coaxial SC4-18 (17,48 mm de diâmetro e 31,72 mm de comprimento). As amostras foram submetidas a uma rampa crescente de taxa de deformação que variou linearmente de  $6.60 \text{ s}^{-1}$  a  $79.20 \text{ s}^{-1}$  sendo tomados 12 pontos.

Com os valores de tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e taxa de deformação ( $\dot{\gamma}$ ) foram calculados os parâmetros reológicos índice de consistência ( $k$ ) e índice de comportamento do fluido ( $n$ ) e tensão inicial ( $\tau_0$ ) para os modelos de Herschel-Bulkley (Equação 2), lei da potência (equação 3). Para os modelos de Bingham e Casson foram calculadas as viscosidade plástica ( $\eta_p$ ) e tensão inicial ( $\tau_0$ ) de Bingham e Casson (Equações 4 e 5) respectivamente. Todos os parâmetros reológicos foram obtidos usando o software Reocalc (Versão V.3.1, Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA) para captura dos dados.

$$\tau = k_H \cdot \dot{\gamma}^n + \tau_0 \quad (2)$$

onde:  $\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa);

$k_H$  = índice de consistência (Pa.s);

$\dot{\gamma}$  = Taxa de cisalhamento ( $\text{s}^{-1}$ );

$n$  = índice de comportamento do fluido;

$\tau_0$  = tensão de cisalhamento inicial (Pa).

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (3)$$

onde:  $\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa);  
 $k$  = índice de consistência (Pa.s);  
 $\gamma$  = Taxa de cisalhamento ( $s^{-1}$ );  
 $n$  = índice de comportamento do fluido.

$$\tau = \eta_p \gamma + \tau_0 \quad (4)$$

onde:  $\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa);  
 $\eta_p$  = viscosidade plástica de Bingham (Pa.s);  
 $\gamma$  = Taxe de cisalhamento ( $s^{-1}$ );  
 $\tau_0$  = tensão inicial de Bingham (Pa).

$$\tau^{0.5} = \tau_0 + \eta_p \gamma^{0.5} \quad (5)$$

onde:  $\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa);  
 $\eta_p$  = viscosidade plástica de Casson (Pa.s);  
 $\gamma$  = Taxe de cisalhamento ( $s^{-1}$ );  
 $\tau_0$  = tensão inicial de Casson (Pa)

### 3.2.4 Análise de cor

A análise instrumental de cor foi realizada em colorímetro marca Minolta, modelo CR 200 no sistema da Commission International de Eclairage (CIE, 1978). O valor  $L^*$  expressa a luminosidade e quanto mais perto de 100, mais claro o produto. Os valores de  $a^*$  indicam a tendência à coloração que vai

de verde (-) a vermelha (+); já os valores de  $b^*$ , tendência do azul (-) ao amarelo (+).

$\Delta E^*$  é um número que determina a diferença total de cor entre uma referência e a amostra e que pode ser usado como parâmetro de aprovação ou reprovação de cores e foi calculado de acordo com a Equação 6.

$$\Delta E^* = \sqrt{\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}} \quad (6)$$

onde:  $\Delta L^* = L^*_{amostra} - L^*_{padrão}$ ;

$\Delta a^* = a^*_{amostra} - a^*_{padrão}$ ;

$\Delta b^* = b^*_{amostra} - b^*_{padrão}$

A partir dos valores de  $a^*$  e  $b^*$ , foram mensurados o ângulo Hue de cada ensaio, que indica a tonalidade cromática (atributo em que a cor é percebida), por meio da Equação 7 (MCGUIRE, 1992).

$$H^* = \arctg(b^*/a^*) \quad (7)$$

### 3.2.5 Eficiência do processo de concentração a frio

A eficiência do processo de concentração a frio de cada ensaio é uma função do aumento da concentração da solução em relação à quantidade de sólidos retidos no gelo. A eficiência é calculada a partir da Equação 8.

$$Eficiência (\%) = \frac{C_{FE} - C_H}{C_{FE}} \times 100 \quad (8)$$

onde:  $C_{FS}$  é a concentração de sólidos solúveis na solução e  $C_H$  é a concentração de sólidos no gelo no final de cada ensaio

### 3.2.6 Impureza do gelo do processo de concentração a frio

A impureza do gelo refere-se ao teor de sólidos solúveis retida no gelo e que, portanto, diminui a sua pureza. A razão de impureza relativa do gelo é definida como a relação entre a concentração de sólidos no gelo e a concentração final de sólidos na solução em cada teste conforme a Equação 9.

$$\text{Razão de impureza (\%)} = \frac{C_H}{C_{FS}} \times 100 \quad (9)$$

onde:  $C_{FS}$  é a concentração de sólidos solúveis na solução e  $C_H$  é a concentração de sólidos no gelo no final de cada tratamento.

### 3.2.7 Rendimentos

#### 3.2.7.1 Rendimento do concentrado

Nesta etapa foi verificado o rendimento do processo de crioconcentração, sendo o rendimento calculado em litros para cada litro de extrato submetido ao processo de concentração.

#### 3.2.7.2 Rendimento na precipitação

O rendimento da precipitação foi calculado pela quantidade (em gramas) de precipitado gerado por um mesmo volume de crioconcentrado, sendo o resultado expresso em percentagem.

### **3.2.7.3 Rendimento de secagem**

O rendimento da secagem foi calculado pela quantidade de pó (em gramas) gerado pela precipitação de um mesmo volume de crioconcentrado, após a etapa de secagem do precipitado, sendo o resultado expresso em percentagem.

### **3.3 Reconstituições do pó**

Depois de obtido o produto em pó, estes foram reconstituídos em diferentes concentrações para determinação de alguns parâmetros que permitirão inferir algumas características para posterior aplicação do produto.

#### **3.3.1 Elaboração da goma**

Foram preparadas gomas em quatro concentrações diferentes: 0,25; 0,50; 0,75 e 1,0%. As gomas foram preparadas com água deionizada a 80° C, sendo agitadas por 30 minutos com auxílio de uma barra magnética e mantidas em uma BOD regulada a 4°C por uma noite para total hidratação.

#### **3.3.2 Viscosidade**

A viscosidade foi determinada após a hidratação completa da goma por meio de um reômetro rotacional de cilindros concêntricos da marca BROOKFIELD DVIII Ultra (Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA), usando o adaptador para pequenas amostras 13R/RP (19,05 mm de diâmetro e 64,77 mm de profundidade) e o sensor de cisalhamento coaxial SC4-18 (17,48 mm de diâmetro e 31,72 mm de comprimento). As amostras foram

submetidas a mesma velocidade 10RPM, sendo feitas cinco leituras de cada tratamento, e a viscosidade expressa em mPa.s.

### 3.3.3 Capacidade de emulsão

A capacidade de formação de emulsão foi determinada preparando uma emulsão contendo 10g de óleo de milho comercial (Marca Mazola) e 40g de goma. A amostra foi submetida a um agitador mecânico (Marca Ika labortechnik, modelo RW.20) por 3 minutos e em seguida foi homogeneizada em um triturador (Marca Tecnal, modelo TE102) na velocidade de 20500 rpm. A capacidade de emulsão foi determinada pela equação 10.

$$CE(\%) = \frac{\text{Volume de emulsão}}{\text{Volume total de fluido}} \times 100 \quad (10)$$

### 3.3.4 Estabilidade da emulsão

Para verificar a estabilidade da emulsão formada a partir da goma do hidrocolóide de *Pereskia aculeata* Miller, as emulsões preparadas foram deixadas em repouso por 30 minutos em temperatura ambiente e em um banho termostático regulado à temperatura de 80°C. Posteriormente as amostras foram levadas a uma centrífuga (Marca: Fanem, modelo 206 BC) com rotação programada em 2700 rpm (1271g) por 10 minutos e medindo o volume final. A estabilidade de emulsão é dada pela equação 11.

$$EE(\%) = \frac{\text{Volume de emulsão final}}{\text{Volume total de fluido}} \times 100 \quad (11)$$

### 3.4 Planejamento experimental

Para a obtenção do hidrocoloide foi definido o planejamento por meio do método de superfície de resposta. A escolha deste método se deve a sua simplicidade na análise dos resultados e por ter a vantagem de explorar todo espaço experimental com um menor número de ensaios a serem realizados (RODRIGUES; IEMMA, 2005).

Foi feito um delineamento composto central rotacional (DCCR), totalizando onze ensaios com 4 pontos axiais, 4 pontos extremos e 3 pontos centrais, para avaliar a reprodutibilidade do processo, com cálculo do erro experimental. Os níveis utilizados e os ensaios experimentais encontram-se na Tabela 3.

Os resultados de todas as análises foram avaliados pelo método de superfície de respostas, empregando o software Statistica 8.0, sendo o polinômio considerado para o ajuste do modelo definido pela equação 12.

$$y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_2 X_2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \epsilon \quad (12)$$

onde:  $\beta_0, \beta_1, \beta_{11}, \beta_2, \beta_{22}, \beta_{12}$ , são os coeficientes de regressão,  $X_1$  é a temperatura de extração,  $X_2$  é a concentração de água utilizada para homogeneização e  $\epsilon$  é o erro experimental.

Tabela 3 Ensaios experimentais para obtenção do hidrocoloide

Ensaios	Variáveis codificadas		Variáveis reais	
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Temperatura (°C)	Quantidade de água (l/kg)
<b>1</b>	-1	-1	46	1.5
<b>2</b>	-1	+1	46	3.6
<b>3</b>	+1	-1	75	1.5
<b>4</b>	+1	+1	75	3.6
<b>5</b>	-1.41	0	40	2.5
<b>6</b>	+1.41	0	80	2.5
<b>7</b>	0	-1.41	60	1.0
<b>8</b>	0	+1.41	60	4.0
<b>9</b>	0	0	60	2.5
<b>10</b>	0	0	60	2.5
<b>11</b>	0	0	60	2.5

Onde X<sub>1</sub> corresponde a temperatura da água de extração (°C) e X<sub>2</sub> corresponde ao volume de água adicionado em 1 kg de matéria prima

Os critérios utilizados para adequação do modelo foram os valores dos coeficientes de determinação (R<sup>2</sup>), considerados satisfatórios valores acima de 70% e análises de variância.

Para a etapa de reconstituição do pó, as análises de viscosidade, capacidade e estabilidade de emulsão da goma preparada, foi utilizado um delineamento inteiramente casualizado (DIC) com quatro tratamentos (concentrações) e cinco repetições, sendo os resultados submetidos à análise de variância e as diferenças de médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de significância, utilizando o software Sisvar (FERREIRA, 2000) para o processamento dos dados.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Filtrado I

#### 4.1.1 Caracterização física e cor

Os resultados obtidos para pH, SST, viscosidade, ângulo Hue,  $\Delta E$  para o filtrado I, estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 Valores para pH, SST, viscosidade, ângulo hue,  $\Delta E^*$  e rendimento para o filtrado I

Ensaio	pH	SST (°Brix)	Viscosidade (mPa.s)	Ângulo Hue (°)	$\Delta E^*$
1	4.3	2	131.07	3.821	75.858
2	5.56	1.37	79.63	18.467	75.870
3	5.52	2.3	24.29	12.796	73.332
4	4.41	1.07	48.59	13.431	76.285
5	3.99	1.43	89.08	12.528	73.771
6	4.42	1.3	67.79	4.647	75.197
7	6	3.1	285.64	20.393	74.196
8	4.76	1.03	36.89	17.349	77.954
9	4.89	1.63	80.38	12.846	74.973
10	4.91	1.6	66.44	3.457	76.278
11	4.92	1.57	76.48	9.294	76.915

Os resultados obtidos mostram que a quantidade de água adicionada na homogeneização da amostra interfere no teor em todos os parâmetros, sendo estas influências de maneira positiva ou negativa em cada ensaio.

Para o teor de sólidos solúveis foram observados valores variando de 1.03° Brix até 3.1° Brix, para os tratamentos 7 e 8 respectivamente, que é explicado pela quantidade de água utilizada, que variou de acordo com o delineamento experimental, sendo nestes ensaios os valores, 1 litro e 4 litros respectivamente., valores extremos inferior e superior.

A quantidade de água utilizada na homogeneização, de acordo com o delineamento experimental proposto, provocou nos filtrados uma maior diluição dos sólidos, fazendo com que em etapas subsequentes, ensaios que continham maiores quantidades de água (3,6 litros e 4 litros), apresentassem maior facilidade nas operações envolvidas, como maior facilidade na etapa de filtração II, menor tempo de permanência na coluna de leito fixo.

Ao observar os resultados de viscosidade, além da quantidade de sólidos presentes no filtrado, esta pode ter sido influenciada pelo rompimento de células durante a etapa de prensagem e pela temperatura do banho usado na etapa de extração, o que ocasionou um diferente comportamento reológico para cada ensaio proposto.

O valor de  $\Delta E^*$  no filtrado I, não foi influenciado pelas variáveis analisadas e o ângulo Hue teve um comportamento semelhante, sem grandes alterações nesta primeira etapa.

As cores dos extratos foram visivelmente influenciadas pela proporção entre caules e folhas de matéria prima e se uma determinada quantidade de folha maior for utilizada para extração, a cor do extrato tenderá à cor verde. A presença de caules e brotos tende a gerar um extrato mais escuro, de cor marrom. No entanto, para um maior aproveitamento da planta, não foram feitos fracionamentos durante a condução deste experimento, não sendo possível quantificar a quantidade de folhas e caules em cada ensaio.

A cor do produto em pó obtido é um parâmetro de grande importância para aceitação deste hidrócoloide pela indústria de aditivos, que buscam produtos eficientes, que não afetem as características do produto final.

Na Tabela 5 estão apresentados os coeficientes de regressão para cada parâmetro nesta etapa, para obtenção dos modelos codificados, de acordo com a Equação 12.

Tabela 5 Análise dos coeficientes de regressão para o filtrado I

	pH		SST		Viscosidade	
	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor
$\beta_0$	4.907	0.000*	1.600	0.000*	74.433	0.032*
$\beta_1$	0.085	0.498	-0.023	0.723	-1.890	0.907
$\beta_{11}$	-0.312	0.073	-0.125	0.147	-15.694	0.431
$\beta_2$	-0.200	0.144	-0.598	0.000	-60.863	0.011*
$\beta_{22}$	0.275	0.102	0.225	0.027*	33.221	0.130
$\beta_{21}$	-0.593	0.015*	-0.150	0.144	18.860	0.426

	Ângulo Hue		$\Delta E^*$	
	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor
$\beta_0$	8.532	0.032	76.055	0.000*
$\beta_1$	-0.909	0.630	-0.012	0.974
$\beta_{11}$	-0.369	0.868	-0.772	0.120
$\beta_2$	1.365	0.476	1.035	0.030*
$\beta_{22}$	4.772	0.073	0.024	0.956
$\beta_{21}$	-3.486	0.223	0.735	0.193

\*significativo ao nível de 5% de segurança

Para verificar um bom ajuste do modelo em cada parâmetro analisado nesta etapa, foram realizadas análises de variância, e o valor do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) que indica a variância das respostas, sendo considerados resultados satisfatórios valores superiores a 70%. Estes valores estão apresentados na Tabela 6.

Diante das análises de variância observa-se que para os parâmetros viscosidade, ângulo Hue, e  $\Delta E^*$ , o  $F_{\text{calculado}}$  é menor que o  $F_{\text{tabelado}}$ , que para este experimento foi de 5.05 em todas as etapas. Os coeficientes de determinação foram ligeiramente superiores ao valor considerado satisfatório, sendo assim não foi possível o ajuste ao modelo completo proposto, ficando inviável a geração da superfície de contorno.

A Tabela 6 mostra que para o parâmetro de viscosidade somente a quantidade de água tem efeito negativo significativo na forma linear no modelo proposto.

As variáveis analisadas neste estudo não apresentaram efeitos significativos para o ângulo Hue, no entanto o valor de  $\Delta E^*$  foi influenciado pela quantidade de água na ordem linear, de forma positiva.

Vale destacar que a variação da temperatura, não influenciou nas respostas relativas aos parâmetros de cor do extrato, o que é bastante interessante uma vez que uma maior temperatura promove uma maior facilidade na etapa de prensagem.

Tabela 6 Análise de variância e coeficiente de determinação para filtrado I

<b>Respostas</b>	<b>Fonte de variação</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>Fcal</b>	<b>P-valor</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
<b>pH</b>	Regressão	3.167	5	0.633	5.89	0.037	85%
	Resíduo	0.538	5	0.108			
	Total	3.704	10				
<b>SST</b>	Regressão	3.471	5	0.694	23.10	0.002	95.80%
	Resíduo	0.150	5	0.030			
	Total	3.621	10				
<b>Viscosidade</b>	Regressão	41326.948	5	8265.390	4.35	0.066	81.30%
	Resíduo	9495.046	5	1899.009			
	Total	50821.994	10				
<b>Ângulo Hue</b>	Regressão	218.183088	5	43.636	1.73	0.280	63.41%
	Resíduo	125.8674	5	25.173			
	Total	344.0505	10				
<b><math>\Delta E^*</math></b>	Regressão	14.480	5	2.896081	3.02	0.124	75.16%
	Resíduo	4.784	5	0.956825			
	Total	19.264	10				
<b>Rendimento</b>	Regressão	8.161	5	1.632	199.0	0.000	99.50%
	Resíduo	0.041	5	0.008			
	Total	8.202	10				

Para a viscosidade, ao se aplicar uma força sobre a matéria prima, ao ocorrer a ruptura dos tecidos, expõe-se o material hidrossolúvel antes protegido pela estrutura celular. Assim todo material fica diluído neste extrato e, durante a prensagem ocorre a separação destas partes. A viscosidade deste extrato vai depender da quantidade de água presente em cada ensaio, fazendo com que este seja mais ou menos diluído.

Já para os parâmetros pH e SST o  $F_{\text{calculado}}$  foi maior que o  $F_{\text{tabelado}}$  e os coeficientes de determinação apresentaram valores superiores à 80% o que propicia um bom ajuste do modelo completo, sendo possível gerar as superfícies de contorno para este parâmetro.

No Gráfico 5 está representada a superfície de contorno para o pH do filtrado I.

Pela Tabela 5 e observando o Gráfico 5 pode-se concluir que a temperatura influencia de maneira negativamente na forma quadrática, já a concentração, também, teve efeito negativo, contudo, de ordem linear.

No entanto, somente a interação das variáveis temperatura e quantidade de água apresentou-se significativa, tendo um efeito negativo na geração do modelo proposto.

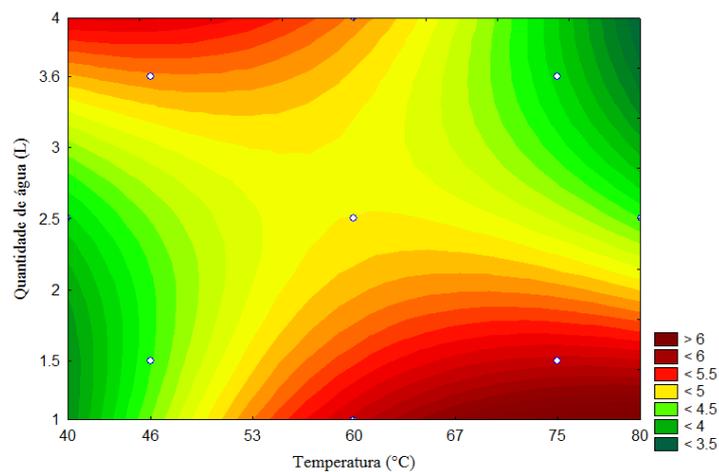


Gráfico 5 Superfície de contorno para o pH do filtrado I

De acordo com o Gráfico 5 pode-se observar que a temperatura influenciou no pH do extrato I e quanto maior a temperatura, maior o pH do extrato obtido. Já a concentração de água comportou-se de maneira semelhante, no entanto, de forma menos expressiva. O uso de menores quantidade de água na homogeneização pode evitar reações que alterem o pH do filtrado.

O uso de todas as partes da planta pode ter influenciado nos valores do pH do extrato, visto que as cactáceas apresentam constituição diferentes para flores, caule e folhas em virtude de seu sistema de condução de seiva e outros aspectos botânicos.

É interessante ressaltar que não foi adicionado nenhum tipo de reagente durante as extrações I e II. As respostas são do extrato puro e a variação nos valores pode ser justificada por interações, quebras ou rearranjos das moléculas em, decorrência do atrito destas durante a homogeneização e extração alterando o pH e outros parâmetros.

Existem estudos onde o controle do pH durante a extração é feito, com a adição de soluções ácidas e/ou alcalinas, visando a um maior rendimento e uma maior facilidade no processo final de diferentes espécies como Koocheki et al. (2010) utilizando sementes de *Alyssum Homolocarpum*, Wu et al. (2007) com sementes de *Sterculia*,

Ao efetuar a extração de mucilagem de sementes da espécie *Alyssum Homolocarpum*, as condições experimentais de temperatura, proporção de sementes e pH foram variáveis obedecendo a um delineamento experimental. Tratando-se do parâmetro pH, foram fixados e ajustados para os valores de 4,0; 7,0 e 10,0 sendo estes ajustes feitos com soluções de NaOH e HCl. Os autores concluíram que o pH influencia em alguns parâmetros como viscosidade, o teor de proteína, e nos parâmetros reológicos da mucilagem extraída, no entanto, não apresentou efeito significativo no rendimento final (KOOCHKEKI et al., 2010).

Já Wu et al. (2007) concluiu que a influência do pH foi significativa nos resultados de rendimento e viscosidade relativa na obtenção de polissacarídeos extraídos de frutos de sementes de *Sterculia* (*Semen Sterculiae Lychnophorae*), onde as condições ótimas foi em pH neutro, ou seja 7,0. Neste caso a faixa de variação do pH no delineamento experimental foi de 3,5 a 9,5, sendo utilizado o método de superfície de resposta para otimização do processo. As outras variáveis envolvidas no processo foram temperatura e tempo de extração e proporção água: semente.

No Gráfico 6 estão representadas as superfícies de contorno SST do filtrado I.

O teor de sólidos sofreu influência significativa somente da quantidade de água, conforme pode ser visto na tabela 3. Esta variável apresentou um comportamento negativo na sua forma linear e efeito positivo na ordem quadrática. A interação das variáveis quantidade de água e temperatura de extração não foi significativa para o teor de sólidos.

Sendo assim, é interessante ressaltar que baixos teores de água dificultam a extração, no processo de prensagem, uma vez que a água faz uma “lavagem” da planta triturada, fazendo com que os compostos sejam extraídos.

O processo aqui desenvolvido visa à extração do hidrocoloide de forma natural, ou seja, sem o emprego de métodos químicos, uma maior quantidade de água, facilita todo o processo.

Mesmo a matéria prima sendo colhida do mesmo local a variação no teor de sólidos do extrato pode ocorrer uma vez que, partes diferentes da planta apresentam teores de sólidos diferentes, em virtude do sistema de condução de seiva da espécie. Como o objetivo do estudo era o total aproveitamento da planta, não houve a preocupação de separar folhas, caules, brotos e flores. A separação das frações da planta pode ocasionar menor variação nos teores de

sólidos solúveis, no entanto, conseqüentemente, irá gerar maiores custos para o processo, bem como diminuir o rendimento.

Pelo Gráfico 6, pode-se concluir que a concentração de água influencia no teor de sólidos solúveis do extrato, obviamente em decorrência da dissolução dos compostos hidrossolúveis presentes no extrato.

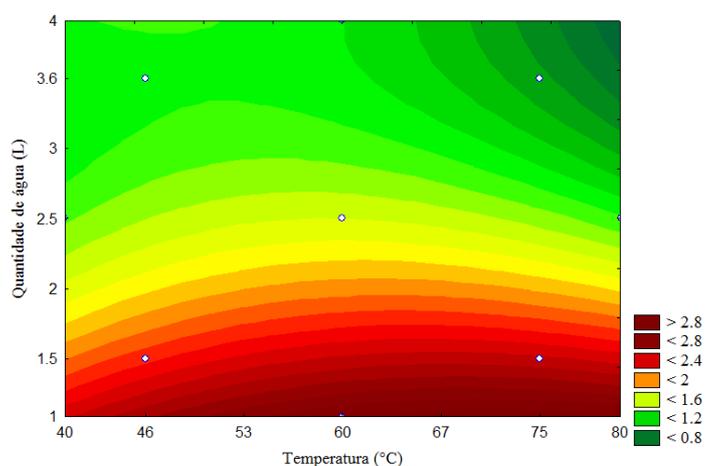


Gráfico 6 Superfície de contorno para SST do filtrado I

Observando a Tabela 4 e a Gráfico 6, verifica-se que à medida que a temperatura aumenta, há um aumento expressivo no teor de sólidos solúveis. Este aumento pode ser consequência de uma maior extração por meio da ação da temperatura nas reações ocorridas ou ainda resultado da evaporação de parte da água, durante o tempo de extração.

#### 4.1.2 Comportamento reológico

Os efeitos da temperatura e da quantidade de água utilizadas na etapa de extração do hidrocoloide foram avaliados nos 11 ensaios propostos pelo

delineamento experimental (Tabela 3), quanto ao comportamento reológico dos extratos obtidos.

Nos Gráficos 7 e 8 estão representados os reogramas obtidos para o filtrado I, onde estão relacionados a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação, e a viscosidade com a taxa de deformação respectivamente.

Observando o Gráfico 8 pode-se constatar a não linearidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. De acordo com Chhabra e Richardson (2008) esta não linearidade caracteriza um fluido não-newtoniano pseudoplástico.

As viscosidades dos ensaios apresentaram valores bastantes variáveis entre eles, fato este, que pode ser explicado em virtude do planejamento experimental adotado apresentar diferentes quantidades de água durante a etapa de homogeneização, no entanto, ao ser submetido à mesma taxa de deformação, o comportamento de todos os ensaios foi semelhante, tendo um decréscimo nos valores de viscosidade à medida que se aumenta a taxa de deformação.

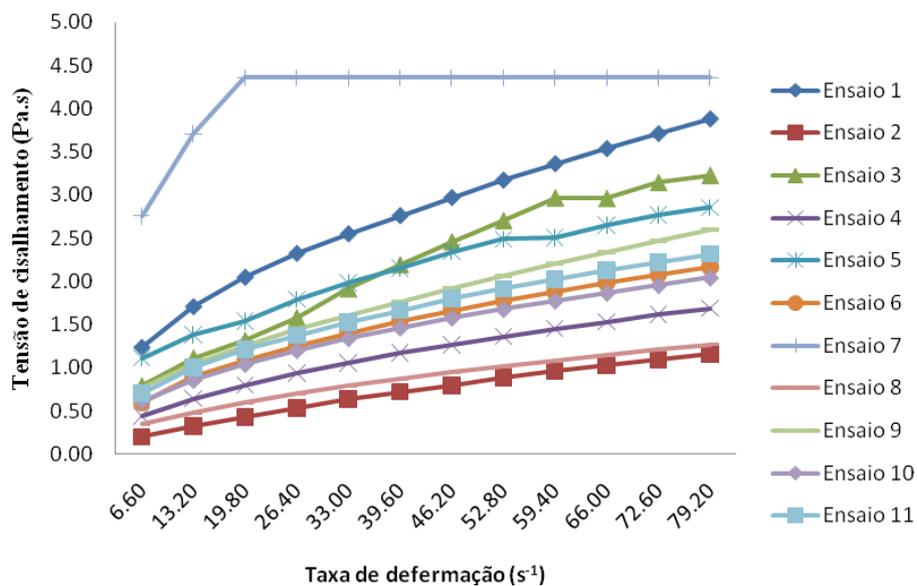


Gráfico 7 Relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento para filtrado I

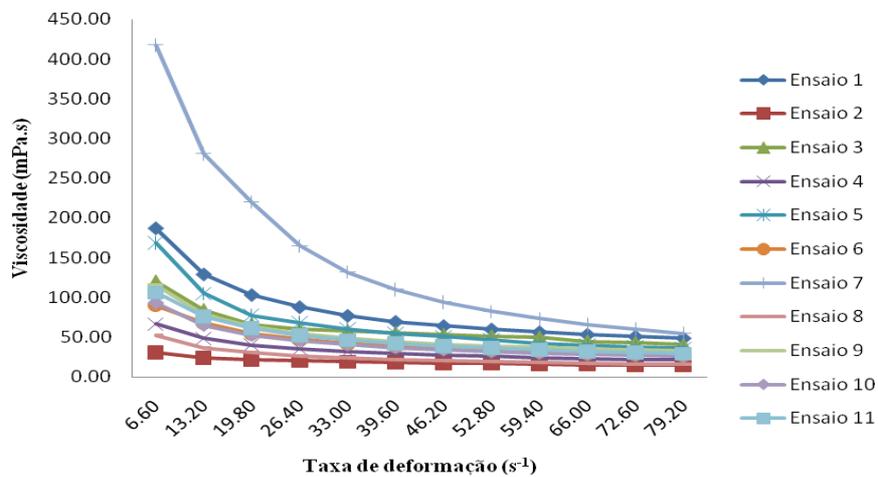


Gráfico 8 Relação entre a taxa de deformação e viscosidade para filtrado I

O comportamento da viscosidade de todos os ensaios, quando submetidos à mesma taxa de deformação foram semelhantes, tendo um queda até a taxa de  $39.60s^{-1}$  e depois um comportamento quase constante.

Com as informações apresentadas pelo Gráfico 8, observa-se que o ensaio 7 ( $60^{\circ}C$  e 1 litro de água), foi o que apresentou uma maior queda na viscosidade seguido pelo tratamento 1 ( $46^{\circ}C$  e 1,5 litros de água). Nestes ensaios por causa da maior concentração de sólidos, das baixas quantidades de água, a taxa de deformação proporcionou uma maior reorganização das moléculas diminuindo mais acentuadamente a viscosidade.

Na Tabela 7 estão os parâmetros reológicos obtidos para o extrato I para os modelos de Herschel-Bulkley (HB), lei da potência (PL), Bingham e Casson.

Marcotte, Taherian e Ramaswamy (2001), observaram a existência de uma tensão residual nas soluções de goma xantana e carragena em diferentes concentrações mantendo a temperatura constante. Com os resultados, o comportamento reológico dessas soluções foi representado pelo modelo de Herschel-Bulkley.

Rao e Kenny (1975) e Marcotte, Taherian e Ramaswamy (2001) ressaltam que a tensão residual é uma propriedade desejável em gomas por auxiliar na manutenção de diversos ingredientes, utilizados na formulação de alimentos, mantendo assim as características do produto, durante toda sua vida de prateleira, sem que haja transformações indesejáveis e/ou de deterioração.

O índice de consistência ( $k$ ) no modelo de Herschel-Bulkley do filtrado I para os 11 ensaios foi bastante variável, visto que este parâmetro é um informativo sobre as propriedades viscosas do produto, percebe-se que cada ensaio gerou filtrado com características diferentes.

Tabela 7 Parâmetros reológicos para o filtrado I

	Herschel Bulkley				Lei da Potência		
	<b>k</b>	<b>n</b>	<b><math>\tau_0</math></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>k</b>	<b>n</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
1	487.1	0.45	0.06	100	520.8	0.43	99.5
2	35.8	0.79	0.07	99.7	55.2	0.7	97.6
3	567.8	0.45	-0.78	96.6	223.2	0.6	93.7
4	264.8	0.45	-0.16	99.9	174.7	0.53	98.6
5	123.8	0.61	0.16	99.9	203.3	0.52	98.8
6	230.3	0.51	0.02	100	235.8	0.51	99.3
7	286	0.93	0.00	95.7	1676	0.24	93.1
8	71.1	0.64	0.12	100	116	0.55	98.7
9	209.4	0.56	0.17	99.9	287.5	0.5	98.8
10	172.7	0.55	0.16	99.9	243.5	0.49	99
11	276.5	0.48	0.04	100	292.4	0.47	99.4
	Bingham			Casson			
	<b><math>\eta_p</math></b>	<b><math>\tau_0</math></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b><math>\eta_p</math></b>	<b><math>\tau_0</math></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	
1	18	2.03	88.9	8.19	1.15	96.2	
2	11.2	0.26	94.3	8.41	0.07	98.6	
3	24	1.07	88.1	16.1	0.38	96.1	
4	11.9	0.65	93	7.01	0.29	98.1	
5	15.5	1.24	90	7.8	0.65	95.8	
6	14.8	0.88	93.2	8.35	0.41	98.2	
7	2.83	4.02	95.5	0.24	3.72	97.8	
8	9.74	0.45	94.4	5.94	0.19	98.8	
9	17.9	1.03	94	10.1	0.48	98.6	
10	14	0.86	94	7.64	0.41	98.5	
11	14.9	1.01	93.5	7.93	0.5	98.3	

Este comportamento pode ter sido influenciado pela temperatura de extração, que pode ter provocado alterações durante o tempo de extração, fazendo com que os extratos obtidos tivessem tal comportamento. No entanto, não é possível determinar a relação da temperatura com o comportamento, visto que nos pontos centrais do experimento, ou seja, onde as características são mantidas as mesmas, houve uma variação dos parâmetros  $n$  e  $k$ .

Assim da mesma forma que nos demais parâmetros a composição da planta, e as partes que foram utilizadas podem ter influenciado no comportamento do extrato.

Observando os resultados, pode-se concluir que os extratos obtidos têm comportamento pseudoplástico, ou seja, o índice de comportamento de fluido ( $n$ ) para todos os ensaios foram menores que 1.

Na Tabela 8 estão às análises de variância para o modelo de Herschel-Bulckley para o filtrado I.

Tabela 8 Análise de variância para os parâmetros reológicos do modelo de Herchel-Bulkley do filtrado I

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
<b>K</b>	Regressão	175349.52	5	35069.905	2.038	0.227	
	Erro	86024.56	5	17204.913			67.08%
	Total SS	261374.09	10				
<b>N</b>	Regressão	0.121	5	0.024	1.035	0.485	
	Erro	0.117	5	0.023			50.86%
	Total SS	0.238	10				
<b><math>\tau_0</math></b>	Regressão	0.475	5	0.095	1.986	0.235	
	Erro	0.239	5	0.048			66.50%
	Total SS	0.714	10				

Ao verificar os coeficientes de determinação e o  $F_{\text{calculado}}$  dos parâmetros índice de consistência ( $k$ ), índice de comportamento do fluido ( $n$ ) e tensão inicial ( $\tau_0$ ),conclui-se que estes não se ajustaram ao modelo proposto no delineamento experimental, não sendo viável a geração das superfícies de contorno. Além do que, neste modelo os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) apresentaram-se inferiores ao valor considerado satisfatório (acima de 70%) para a geração da superfícies

Na Tabela 9 estão apresentadas as análises de variância para o modelo da lei da potência para o filtrado I.

Tabela 9 Análise de variância para o modelo da lei da potência para o filtrado I

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
<b>K</b>	Regressão	1462972	5	292594.33	2.598	0.159	72.20%
	Erro	563184	5	112636.76			
	Total SS	2026155	10				
<b>N</b>	Regressão	0.095458	5	0.0190	3.00	0.126	75.01%
	Erro	0.031796	5	0.006			
	Total SS	0.127255	10				

Para o modelo da lei da potência, o filtrado I não apresentou um bom ajuste ao modelo proposto pela equação 12 e seus coeficientes de determinação estão ligeiramente acima do valor considerado satisfatório para que as respostas sejam válidas, no entanto, ao se observar os valores de  $F_{\text{calculado}}$ , (Tabela 9), estes são menores que o  $F_{\text{tabelado}}$  (5,05), pode-se concluir que não é viável a geração da superfície de contorno.

Na Tabela 10 estão apresentadas as análises de variância para o modelo de Bingham, para o filtrado I.

Observando os valores da tabela 10, conclui-se que para o modelo de Bingham não é possível a geração das superfícies de resposta e de contorno, já que os de  $F_{\text{calculado}}$  (0.609 e 4.709) foram inferiores ao  $F_{\text{tabelado}}$ , para viscosidade plástica e tensão de cisalhamento, respectivamente.

Tabela 10 Análise de variância para o modelo de Bingham para o filtrado I

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
<b><math>\eta_p</math></b>	Regressão	109.757	5	21.951	0.609	0.700	
	Erro	180.266	5	36.053			37.84%
	Total SS	290.023	10				
<b><math>\tau_0</math></b>	Regressão	8.812	5	1.762	4.709	0.057	
	Erro	1.871	5	0.374			82.48%
	Total SS	10.683	10				

Os resultados para a análise de variância do filtrado I para o modelo de Casson estão apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 análise de variância para o modelo de Casson para o filtrado I

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
$\eta_p$	Regressão	54.642	5	10.928	0.672	0.663	
	Erro	81.313	5	16.263			40.19%
	Total SS	135.955	10				
$\tau_0$	Regressão	7.4601	5	1.492	2.469	0.172	
	Erro	3.0219	5	0.604			71.17%
	Total SS	10.4820	10				

Os dados da Tabela 11 mostram que não é possível a geração das superfícies de resposta e de contorno para o modelo de Casson para o filtrado I, em razão dos valores de  $F_{\text{calculado}}$  serem inferiores ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$ . Neste caso o valor do coeficiente de determinação do parâmetro viscosidade plástica de Casson estar bem abaixo do valor considerado bom para o ajuste ao modelo proposto.

Para o filtrado I o modelo de Herschel-Bulkley apresentou melhores coeficientes de determinação (acima de 95%), no entanto, este modelo apresentou para alguns ensaio tensão inicial ( $\tau_0$ ) negativa, não sendo viável a escolha deste modelo .

Assim os demais modelos estudados, apresentaram, também, um coeficiente de determinação alto e o modelo da lei da potencia foi o que apresentou os melhores R<sup>2</sup>, seguido pelo modelo de Casson e Bingham.

Christianson e Bageley (1984) avaliaram as tensões residuais em dispersões de grãos de amido intumescidos e deformáveis e observaram que o valor determinado, experimentalmente, para a tensão residual depende do método de avaliação e das condições experimentais.

Para mucilagem obtida de sementes da espécie *Alyssum Homolocarpum*, o modelo utilizado foi o da lei da potência, que melhor se ajustou aos dados. O que diferencia estes dois modelos é a presença de uma tensão inicial, que no caso da lei da potência é igual a zero (KOOCHKEI et al., 2010).

## 4.2 Filtrado II

### 4.2.1 Caracterização física e cor

Na Tabela 12 estão apresentados os valores obtidos para pH, SST, viscosidade, ângulo Hue e  $\Delta E^*$  para o filtrado II após a passagem pela coluna de leito fixo.

Tabela 12 Valores obtidos para valores para pH, SST, viscosidade, ângulo hue, e  $\Delta E^*$  para o filtrado II

Ensaio	pH	SST (°Brix)	Viscosidad e (mPa.s)	Ângulo Hue	$\Delta E^*$
1	7.370	1.160	8.850	76.354	42.231
2	9.740	0.730	35.690	88.725	22.514
3	6.760	0.630	1.230	84.141	42.285
4	7.320	0.300	16.800	75.308	49.561
5	6.750	0.470	1.950	73.860	39.698
6	7.420	0.830	67.040	68.240	59.342
7	6.720	0.700	23.580	65.304	64.000
8	8.360	0.670	11.700	68.346	27.326
9	7.750	0.300	7.700	40.462	28.304
10	7.640	0.330	17.400	57.934	42.359
11	7.720	0.300	2.550	58.969	47.686

Pode-se observar uma aumento expressivo nos valores de pH do filtrado II. O que pode ser justificado pela retenção de partículas suspensas no material na coluna aumentando o pH. Estes valores tendem da neutralidade a valores básicos (Gráfico 9).

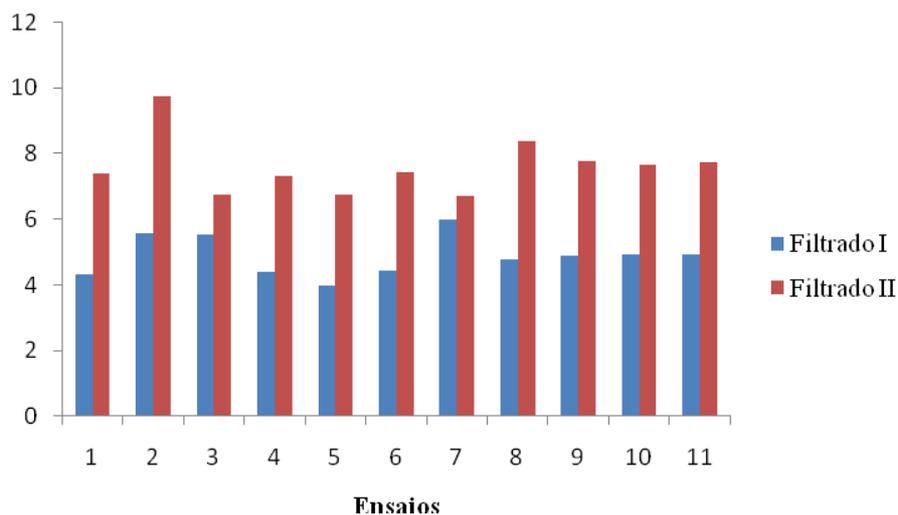


Gráfico 9 Valores de pH dos filtrados I e II

Os valores observados de pH do filtrado II estão próximos dos valores ótimos obtidos em estudos com sementes, que proporcionaram melhores resultados. O controle do pH na etapa de filtração I, mostra-se de grande interesse e importância para a melhoria do desempenho do processo.

Esta elevação do pH pela passagem do filtrado I pela coluna, pode ser justificada pela adsorção de íons  $H^+$  pela sílica contida na areia, por meio da interação de cargas presente nas camadas.

Comportamento oposto foi verificado para os parâmetros SST e viscosidade. Durante a corrida do extrato pela coluna, além da remoção de pigmentos, teores de sólidos solúveis podem ter retidos pela extensão da coluna, reduzindo sua concentração e interferindo nos valores de diversos parâmetros.

No parâmetro de viscosidade do filtrado II, ao conduzir o filtrado I pela coluna de leito fixo, houve a eliminação de partículas sólidas inicialmente suspensas e que ficaram retidas na coluna, diminuindo assim a viscosidade.

Após a passagem do filtrado I pela coluna de leito fixo, foi verificada visualmente uma clarificação do produto bastante significativa e para o parâmetro relativo ao ângulo Hue houve um aumento quando comparado ao extrato inicial.

Para o parâmetro  $\Delta E^*$ , houve uma grande redução, em todos os ensaios, quando comparado ao extrato do filtrado I, como mostra o Gráfico 10. Este parâmetro indica o quanto mais perto das cores neutras (branco, cinza ou preto) está o extrato analisado.

Já para o parâmetro ângulo Hue, os ensaios tiveram um aumento expressivo. Valores próximos de zero para este ângulo estão relacionados com cores próximas ao vermelho, que tem valor angular igual a  $0^\circ$ . Já a cor amarela apresenta valor angular igual a  $90^\circ$  e ao se passar o filtrado pela coluna de leito fixo, todos os ensaios apresentaram mais próximos da cor amarela.

Portanto, como o objetivo principal desta etapa é a redução nos teores de pigmento do extrato, a coluna de leito fixo se mostrou eficiente. É interessante ressaltar que, ao se conduzir o extrato pela coluna de leito fixo, podem ter ocorrido perdas de componentes desejáveis no produto final, sendo, portanto, a determinação do tempo de residência ótimo do produto na coluna e estudos na variação na configuração do recheio, fundamentais para a minimização das perdas.

A Tabela 13 apresenta os coeficientes de regressão para cada ordem e seus respectivos p-valor para a etapa de filtragem II para obtenção do modelo completo codificado, quando substituídos na Equação 12.

Observando os dados da Tabela 13, pode-se concluir que a pH do filtrado II foi influenciado significativamente pela quantidade de água usada na homogeneização, de forma positiva na ordem linear, ou seja quanto maior a quantidade de água, maior é o pH do filtrado.

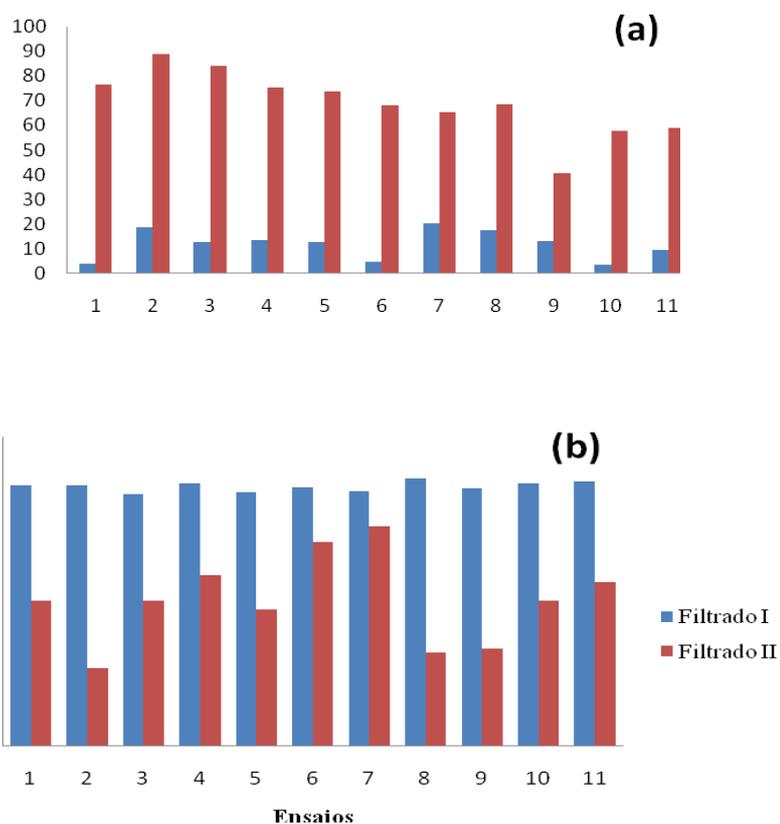


Gráfico 10 Valores para ângulo Hue (a) e  $\Delta E^*$ (b) para os filtrados I e II

O ângulo Hue foi significativamente influenciado pela temperatura na forma quadrática e quanto maior a temperatura maior o ângulo hue observado.

Já a viscosidade foi influenciada pela temperatura na forma linear, também, de forma positiva e quanto maior a temperatura utilizada na extração, maior será a viscosidade do filtrado II.

Tabela 13 Análise dos coeficientes de regressão para o filtrado II

	pH		SST		Viscosidade	
	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor
$\beta_0$	7.703	0.000*	0.310	0.094	9.217	0.221
$\beta_1$	-0.260	0.346	-0.056	0.566	16.808	0.009*
$\beta_{11}$	-0.188	0.556	0.179	0.162	10.033	0.091
$\beta_2$	0.656	0.047*	-0.100	0.325	-5.414	0.237
$\beta_{22}$	0.040	0.899	0.197	0.132	1.605	0.752
$\beta_{21}$	-0.453	0.257	0.025	0.855	-2.818	0.642
Ângulo Hue			$\Delta E^*$			
	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor		
$\beta_0$	52.455	0.000*	39.450	0.001*		
$\beta_1$	-1.697	0.655	6.860	0.120		
$\beta_{11}$	12.346	0.034*	2.924	0.532		
$\beta_2$	0.979	0.795	-8.038	0.080		
$\beta_{22}$	10.233	0.061	0.996	0.829		
$\beta_{21}$	-5.301	0.343	6.748	0.250		

\*significativo ao nível de 5% de confiança

Na Tabela 14 estão apresentadas as análises de variância para cada parâmetro avaliado, e os seus respectivos coeficientes de determinação para a etapa de filtragem II.

Novamente quando se compara o valor do  $F_{\text{tabelado}}$  (5.05), com o valor do  $F_{\text{calculado}}$  apresentado na tabela 14, aliando estes valores aos seus coeficientes de determinação ( $R^2$ ), pode se concluir que não foi possível o ajuste do modelo para os parâmetros de pH, SST, viscosidade e  $\Delta E^*$ , não sendo possível a geração da superfície de contorno.

Tabela 14 Análise de variância e coeficiente de determinação para filtrado II

Respostas	Fonte de variação	SQ	GL	QM	Fcal	P-valor	R <sup>2</sup>
pH	Regressão	5.061	5	1.012	2.023	0.229	66.92%
	Resíduo	2.501	5	0.500			
	Total	7.562	10				
SST	Regressão	0.418	5	0.084	1.240	0.410	55.35%
	Resíduo	0.338	5	0.068			
	Total	0.756	10				
Viscosidade	Regressão	3105.828	5	621.166	4.772	0.056	82.60%
	Resíduo	650.887	5	130.177			
	Total	3756.714	10				
Ângulo Hue	Regressão	1273.4	5	254.675	2.475	0.171	71.28%
	Resíduo	514.446	5	102.889			
	Total	1787.811	10				
$\Delta E^*$	Regressão	1123.950	5	224.790	2.091	0.219	67.65%
	Resíduo	537.446	5	107.489			
	Total	1661.396	10				

#### 4.2.2 Comportamento reológico

Os efeitos da temperatura e da quantidade de água utilizadas na etapa de extração do hidrocoloide foram avaliados nos 11 tratamentos propostos pelo delineamento experimental, após a passagem destes pela coluna de leito fixo.

Na coluna de filtração houve uma redução da viscosidade, isto em virtude da interação com o carvão ativado e a retenção de partículas nas camadas formadoras da coluna, alterando assim os parâmetros reológicos dos modelos utilizados.

Nos Gráficos 11 e 12 estão representados os reogramas obtidos para o extrato na etapa de filtragem II, onde estão relacionados a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação, e a viscosidade com a taxa de deformação, respectivamente.

A maioria dos fluidos não newtonianos apresenta um comportamento pseudoplástico em relação à taxa de deformação. Com relação à dependência da

viscosidade com o tempo de aplicação de uma tensão de cisalhamento, a grande maioria apresenta um comportamento tixotrópico; o que nada mais é do que uma quebra reversível na estrutura, evidenciada pela diminuição da viscosidade com o tempo, em consequência do novo rearranjo molecular da mesma (MARCOTTE; TAHERIAN; RAMASWAWY, 2001).

A tensão de cisalhamento nestes ensaios apresentaram um comportamento mais linear quando comparado ao filtrado I, o que mostra uma menor pseudoplasticidade deste filtrado II, ou seja, valores obtidos de  $n$  para os modelos de Herschl-Bulkley e lei da potencia, mais próximo de 1, que é característico de fluido newtoniano.

Nesta etapa de filtração o comportamento reológico dos ensaios foi semelhante ao comportamento obtido para o filtrado I. No entanto os valores apresentados para viscosidade foram bastante inferiores, decorrente da remoção de partículas, durante toda a filtração.

Os ensaios 6 e 7 apresentaram as maiores viscosidades iniciais, e suas variações com o aumento da taxa de deformação foram mais expressivas. Isto pode ser explicado pela quantidade de sólidos solúveis presentes no filtrado, que ao serem submetidos a uma taxa de deformação, necessitam de um rearranjo molecular mais intenso, promovendo assim maior redução de viscosidade.

Outro fator que interfere na viscosidade é retenção de partículas sólidas do filtrado ao passar pelas colunas. De acordo com o planejamento experimental apresentado na Tabela 3, o teor de sólidos apresenta maior diluições do sólidos em tratamento com maiores quantidades de água.

Esse comportamento pode ser explicado pela reorganização das estruturas das moléculas provocadas pelo aumento do gradiente de velocidade. Essas cadeias tendem a se alinhar paralelamente a linha de correntes, diminuindo a resistência ao escoamento (VIDAL BEZERA, 2000).

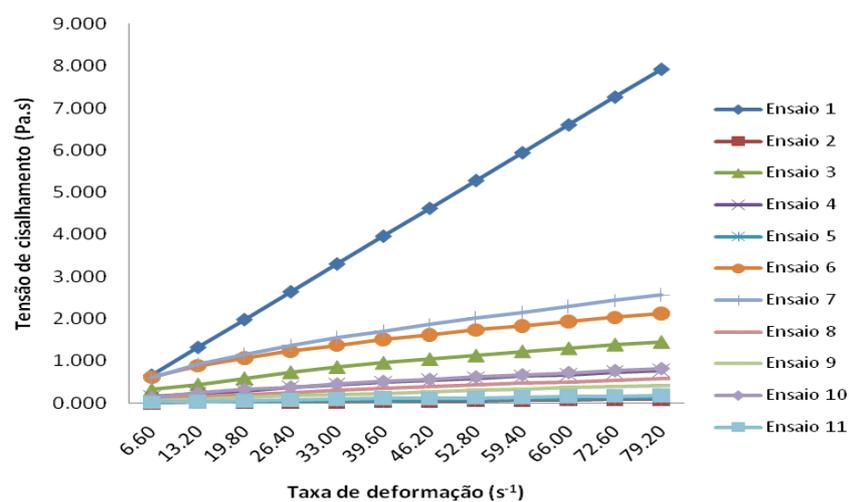


Gráfico 11 Relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento para filtrado II

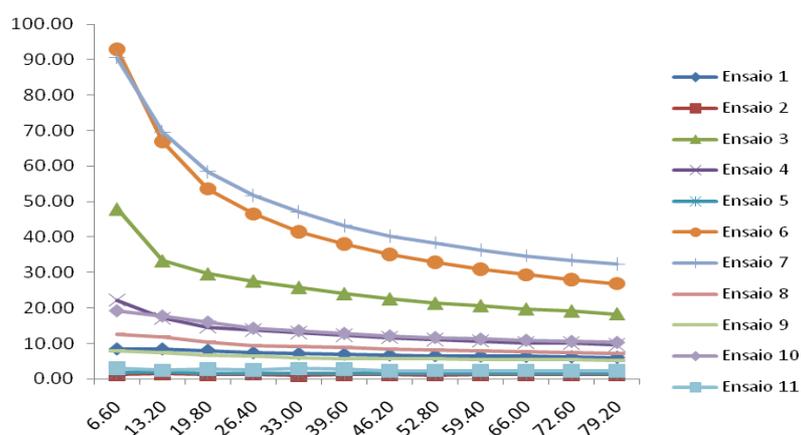


Gráfico 12 Relação entre a taxa de deformação e viscosidade para filtrado II

Na Tabela 15 estão os parâmetros reológicos obtidos para o filtrado II para os modelos de Herschel-Bulkley (HB), lei da potência (PL), Bingham e Casson.

Tabela 15 Parâmetros reológicos para o filtrado II

	Herschel- Bulkley				Lei da potência		
	K	n	$\tau_0$	R <sup>2</sup>	k	n	R <sup>2</sup>
1	15.6	0.79	-0.01	10	14.1	0.81	98.3
2	1.16	0.99	0	99.6	1.37	0.96	95
3	87.9	0.64	0.03	99.9	99.9	0.61	98.7
4	44.8	0.65	-0.02	100	38.5	0.68	98.9
5	1.21	1.04	0	99.9	1.35	1.02	93.7
6	127.6	0.62	0.25	99.9	226	0.52	98.5
7	177.5	0.61	0.07	99.9	202.5	0.58	99
8	27.4	0.7	-0.01	100	22.3	0.74	98.4
9	14.4	0.78	-0.01	99.9	12.7	0.8	97.6
10	44.3	0.67	-0.02	100	35.7	0.72	98.6
11	3.66	0.89	0	99.9	3.65	0.89	98.1
	Bingham			Casson			
	$\eta_p$	$\tau_0$	R <sup>2</sup>	$\eta_p$	$\tau_0$	R <sup>2</sup>	
1	4.98	0.07	93.8	4.2	0.01	98.6	
2	1.14	0	95.1	1.11	0	97.6	
3	11.8	0.45	93.2	7.92	0.16	98.3	
4	6.7	0.2	92.4	4.91	0.06	98.1	
5	1.49	0	93.9	1.48	0	97.2	
6	15.5	0.83	94.6	8.93	0.37	98.8	
7	20.3	0.87	93.4	13	0.33	98.4	
8	5.36	0.12	92.3	4.19	0.03	98.1	
9	4.28	0.07	93.4	3.59	0.01	98.3	
10	7.43	0.19	92.2	5.65	0.05	98.1	
11	2.05	0.02	95.2	1.87	0	98.6	

Mesmo após a passagem do filtrado I pela coluna os modelos que proporcionaram os melhores coeficientes de determinação continuaram os mesmos. Os modelos da lei da potência e Casson mostraram um melhor coeficiente de determinação, sendo o modelo de Bingham o que apresentou os menores valores de R<sup>2</sup>. Este resultado mostra que mesmo com uma mudança nos valores dos parâmetros reológicos o extrato II, cada tratamento teve um comportamento distinto, definido pelas variáveis do processo.

Na Tabela 16 estão apresentadas as análises de variância para o modelo de Herschel-Bulckley para o filtrado II.

Para os parâmetros reológicos de índice de consistência ( $k$ ) e tensão inicial, os valores de  $F_{\text{calculado}}$  foram 2.905 e 1.325 respectivamente, sendo estes inferiores ao  $F_{\text{tabelado}}$  (5.05) não sendo viável a geração das superfícies de resposta e contorno. Já para o parâmetro índice de comportamento do fluido ( $n$ ), o valor de  $F_{\text{calculado}}$  foi superior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , sendo gerada a superfície de contorno representado no Gráfico 14.

Tabela 16 Análise de variância para o modelo de Herschel-Bulckley para o filtrado II

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
<b>k</b>	Regressão	25030.4	5	5006.09 9	2.905	0.133	74.39%
	Erro	8616.3	5	1723.26			
	Total SS	33646.8	10				
<b>n</b>	Regressão	0.202	5	0.040	7.308	0.024	60.04%
	Erro	0.028	5	0.006			
	Total SS	0.230	10				
<b><math>\tau_0</math></b>	Regressão	0.035	5	0.007	1.325	0.383	56.98%
	Erro	0.027	5	0.005			
	Total SS	0.062	10				

O Gráfico 13 mostra que os maiores valores observados para o índice de comportamento do fluido encontram-se em ensaios que foram conduzidos em baixas temperaturas e com altas concentrações de água, fazendo com que estes ensaios apresentassem um comportamento bem próximo aos fluidos newtonianos, ou seja, com  $n$  igual a 1.

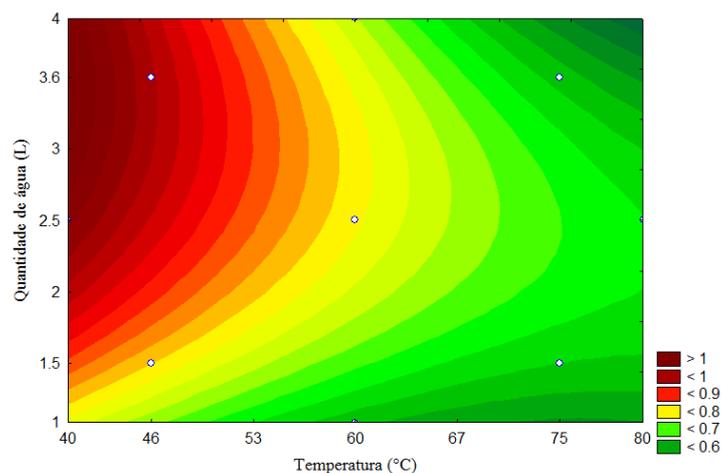


Gráfico 13 Superfície de contorno para índice de comportamento do fluido, para o modelo de Herschel-Bulkley no filtrado II

O Gráfico 13 leva a inferir que quando quantidades intermediárias de água são utilizadas na homogeneização (2,5L) e altas temperaturas (acima de 67°C), os valores do parâmetro  $n$  encontram-se mais distante de fluidos newtonianos. Valores baixos de  $n$  estão relacionados com altos valores de  $k$ , o que resulta em uma maior viscosidade do filtrado II.

As baixas temperaturas durante o processo de extração podem ter mantido as estruturas de compostos e moléculas presentes no extrato, que ao passar pela coluna de leito fixo, não sofreram drásticas mudanças em suas estruturas, fazendo com que este extrato se comportasse desta maneira.

A concentração de macromoléculas hidrossolúveis no fluido está diretamente relacionada com o seu comportamento. As baixas temperaturas à solubilidade é menor. Fluidos newtonianos são dependentes exclusivamente da composição e da temperatura.

Ensaio que foram realizados com altas temperaturas durante a etapa de extração mostram-se mais distantes dos fluidos newtonianos, tendendo à pseudoplasticidade.

Na Tabela 17 estão apresentadas as análises de variância para o modelo da lei da potência para o filtrado II.

Tabela 17 análise de variância para o modelo da lei da potência para o filtrado II

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
<b>k</b>	Regressão	45833.1	5	9166.62	2.237	0.199	69.10%
	Erro	20491.5	5	4098.31			
	Total SS	66324.6	10				
<b>n</b>	Regressão	0.223	5	0.045	8.623	0.017	89.60%
	Erro	0.026	5	0.005			
	Total SS	0.249	10				

Pelos dados da Tabela 17, pode-se concluir que para o parâmetro índice de consistência (*k*) não houve um bom ajuste do modelo completo, já que os valores de  $F_{\text{calculado}}$  e do coeficiente de determinação foram 2.237 e 69.10%, respectivamente, e os dois apresentam menores que os valores desejáveis para a geração da superfície de contorno.

Já para o parâmetro de índice do comportamento do fluido (*n*), foi possível a geração das superfícies de contorno, já que o valor do coeficiente de determinação foi de 89.60% e o valor  $F_{\text{calculado}}$  foi de 8.623.

O Gráfico 14 representa a superfície de contorno para o índice de comportamento do fluido para o extrato II ajustado ao modelo da lei da potência.

O comportamento dos ensaios quando ajustados ao modelo da lei da potência, são bastante semelhantes ao comportamento destes quando ajustados ao modelo de Herschel-Bulkley. O que diferencia os dois modelos é a presença de uma tensão inicial, que é necessária no modelo de HB para que o fluido comece a escoar.

É interessante ressaltar que o ensaio 5, no qual foi empregado a menor temperatura (40°C) tem um comportamento inverso ao comportamento do ensaio 6, onde foi empregada a maior temperatura durante a extração (80°C).

Nos dois modelos analisados, estes ensaios apresentaram os menores e maiores índices de comportamento do fluido. Isto vem elucidar que a temperatura provoca modificações nos arranjos moleculares, fazendo com que estes após passar pela coluna de leito fixo sofram mudanças, tendendo a uma maior pseudoplasticidade.

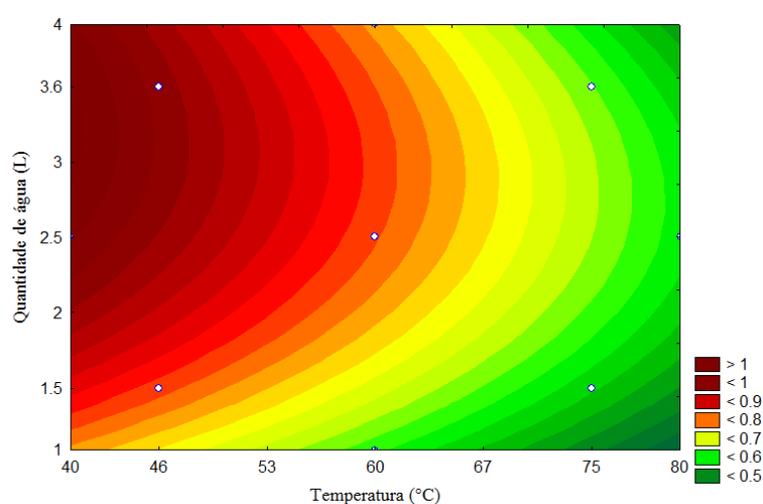


Gráfico 14 Superfície de contorno para índice de comportamento do fluido, para o modelo da lei da potência para o filtrado II

Para o modelo da lei da potência, altas temperaturas resultam em valores menores para o índice de comportamento do fluido ( $n$ ) e, conseqüentemente, maiores valores de  $k$ , que nos reporta a um filtrado mais viscoso. A temperatura é uma variável que influencia no comportamento dos fluidos, mostrando que, com o aumento da temperatura há uma diminuição da viscosidade e um aumento do parâmetro  $n$ , o que neste caso não é desejável, já que se objetiva um fluido com maior viscosidade.

Pode-se observar no Gráfico 15, que a variável quantidade de água tem um comportamento inverso ao da temperatura, ou seja elevadas quantidades de água resultam em valores de  $n$  maiores, ou seja, mais próximos de 1, tendo

menores valores de índice de consistência, resultando em fluidos com menor viscosidade.

Na Tabela 18 estão apresentados os coeficientes de regressão para o índice de comportamento de fluido ( $n$ ) para os modelos de Herschel-Bulkley e Lei da potência, para o ajuste ao modelo proposto pela Equação 12.

Tabela 18 Análise dos coeficientes de regressão para o índice de comportamento de fluido, para o modelo de Herschel-Bulkley e lei da potência do filtrado II

	Herschel Bulkley		Lei da potência	
	Coef. De regressão	p-valor	Coef. De regressão	p-valor
$\beta_0$	0.780	0.000*	0.803	0.000*
$\beta_1$	-0.135	0.004*	-0.148	0.002*
$\beta_{11}$	0.031	0.364	-0.004	0.896
$\beta_2$	0.042	0.170	0.056	0.080
$\beta_{22}$	-0.056	0.132	-0.059	0.108
$\beta_{21}$	-0.048	0.258	-0.020	0.602

\*significativo ao nível de 5% de confiança

Pode-se verificar que em ambos os modelos a temperatura na forma linear têm uma influência de forma negativa para o parâmetro de índice de comportamento de fluido, já que ao se aumentar a temperatura durante o processo de extração, há uma diminuição da viscosidade, em virtude da diminuição do atrito entre as moléculas nas camadas de fluido, diminuindo assim o valor de  $n$ .

Pela Tabela 18 nota-se que, mesmo não sendo significativa a concentração de água e a interação das variáveis temperatura de extração e concentração de água, tiveram efeito negativo para os dois modelos.

Na Tabela 19 estão apresentadas as análises de variância para o filtrado II para o modelo de Bingham.

Tabela 19 Análise de variância para o modelo de Bingham para o filtrado II

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
$\eta_p$	Regressão	293.625	5	58.725	3.637	0.091	
	Erro	80.724	5	16.145			78.43%
	Total SS	374.349	10				
$\tau_0$	Regressão	0.747	5	0.149	2.675	0.152	
	Erro	0.279	5	0.056			72.49%
	Total SS	1.026	10				

Mesmo com os valores dos coeficientes de determinação superiores ao valor considerado satisfatório para a geração da superfície, os valores de  $F_{\text{calculado}}$  apresentados na Tabela 19 mostram-se inferiores ao valor do  $F_{\text{tabelado}}$ , para os dois parâmetros (viscosidade plástica de Bingham e tensão inicial), não sendo possível o ajuste destes ao modelo proposto pela equação 12, ficando inviável a geração da superfície de contorno para o modelo de Bingham.

Por meio dos resultados obtidos pelas análises de variância para os parâmetros viscosidade plástica de Casson e tensão inicial (Tabela 20) concluiu-se que não é viável a geração da superfície de contorno para todos os parâmetros do modelo de Casson.

Tabela 20 Análise de variância para o modelo de Casson para o filtrado II

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
$\eta_p$	Regressão	104.153	5	20.831	4.244	0.069	80.93%
	Erro	24.542	5	4.908			
	Total SS	128.694	10				
$\tau_0$	Regressão	0.127	5	0.025	2.214	0.202	68.88%
	Erro	0.057	5	0.011			
	Total SS	0.184	10				

Nesta etapa pode-se verificar um comportamento pseudoplástico dos ensaios com exceção do ensaio 5 (40°C e 2,5 litros de água), que apresentou-se como um fluido próximo do comportamento newtoniano. Este ensaio foi executado na menor temperatura proposta no planejamento experimental (40°C),

no qual se obteve a menor solubilidade das macromoléculas, alterando assim os parâmetros reológicos.

### 4.3 Concentrado a frio

#### 4.3.1 Caracterização física e cor

Os resultados obtidos para pH, SST, viscosidade, ângulo Hue,  $\Delta E^*$  e rendimento, na etapa de concentração a frio, estão apresentados na Tabela 21.

O objetivo da concentração neste estudo foi melhorar o rendimento final do produto, promovendo um maior teor de sólidos e outros componentes através da eliminação parcial da água.

Neste caso, o concentrador utilizado foi desenvolvido no próprio laboratório, sendo o tempo de permanência do material determinado por meio de pré-testes realizados.

Tabela 21 Valores para pH, SST, viscosidade, ângulo hue,  $\Delta E^*$ , rendimento para o concentrado a frio

Ensaio	pH	SST (°Brix)	Viscosidade (mPa.s)	Ângulo Hue	$\Delta E^*$	Rendimento (%)
1	7.22	1.4	11.55	87.089	31.381	72.7
2	7.32	0.90	1.63	78.242	58.156	65.0
3	7.75	0.70	1.50	81.356	48.098	63.6
4	8.98	0.63	10.5	79.887	55.574	72.7
5	6.66	0.53	2.40	80.372	47.888	54.5
6	7.45	0.86	5.55	86.103	49.510	76.3
7	6.41	1.10	6.00	72.657	63.649	65.5
8	7.54	0.97	4.35	75.756	39.321	72.7
9	8.32	0.57	1.35	72.306	33.701	77.2
10	7.00	0.53	0.90	86.584	42.963	77.2
11	6.65	0.60	2.10	81.042	38.668	75.0

O tempo de concentração, o tipo e a temperatura do refrigerante utilizado são fatores que interferem na eficiência e no teor de impureza do gelo. Neste caso, foram mantidas as condições para todos os ensaios, e os valores para eficiência e impureza do gelo obtidos na concentração a frio, estão apresentados na Tabela 22.

Tabela 22 Eficiência e impureza de gelo no concentrador a frio

<b>Ensaio</b>	<b>Eficiência (%)</b>	<b>Impureza (%)</b>
<b>1</b>	31.42	68.57
<b>2</b>	13.33	86.67
<b>3</b>	16.66	81.11
<b>4</b>	15.87	84.13
<b>5</b>	18.87	81.13
<b>6</b>	30.23	69.77
<b>7</b>	18.18	81.82
<b>8</b>	34.71	65.29
<b>9</b>	41.58	58.42
<b>10</b>	37.10	62.90
<b>11</b>	45.00	55.00

O Gráfico 15 mostra que ocorreu um aumento no teor de sólidos solúveis, no entanto, de forma distinta ao longo dos 11 ensaios, podendo ser consequência de flutuações na capacidade térmica do banho que alimenta a circulação e o resfriamento do refrigerante, bem como as influências da temperatura do ambiente ou ainda do tempo de concentração relativamente pequeno para o efeito ótimo da operação.

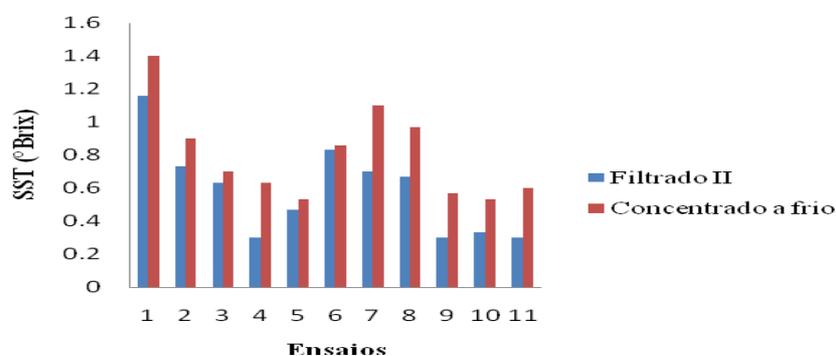


Gráfico 15 Teores de sólidos solúveis do filtrado II e concentrado a frio

Na Tabela 23 estão os coeficientes de regressão e seus respectivos p-valores para o crioconcentrado do extrato de ora-pro-nóbis. Os coeficientes apresentados para o modelo completo proposto na Equação 12.

Tabela 23 Análise dos coeficientes de regressão para etapa de concentração a frio

	pH		SST		Viscosidade		Ângulo Hue	
	Coefi. de regressão	p-valor						
$\beta_1$	7.323	0.000*	0.567	0.009*	1.450	0.150	1.347	0.000*
$\beta_{11}$	0.306	0.307	-0.063	0.488	0.407	0.472	0.003	0.954
$\beta_2$	0.066	0.844	0.075	0.488	1.694	0.042*	-0.006	0.929
$\beta_{22}$	0.474	0.138	-0.094	0.313	-0.404	0.475	-0.010	0.861
$\beta_{21}$	0.026	0.937	0.245	0.058	2.294	0.014*	-0.040	0.564
$\beta_{21}$	0.283	0.491	0.108	0.407	4.725	0.001*	0.054	0.517

	$\Delta E^*$		Rendimento		Eficiência		Impureza	
	Coefi. de regressão	p-valor						
$\beta_1$	38.444	0.002*	0.765	0.000*	41.227	0.001*	58.773	0.000*
$\beta_{11}$	2.054	0.634	0.037	0.112	0.481	0.889	0.632	0.851
$\beta_2$	4.680	0.376	-0.052	0.070	-9.883	0.053	9.743	0.050
$\beta_{22}$	-0.019	0.996	0.014	0.483	0.562	0.871	-1.672	0.622
$\beta_{21}$	6.073	0.263	-0.034	0.198	-8.935	0.071	8.795	0.068
$\beta_{21}$	-4.825	0.438	0.042	0.181	4.325	0.394	-3.770	0.441

\*significativo ao nível de 5% de confiança

Na Tabela 24 estão apresentadas as análises de variância e os seus coeficientes de determinação para o concentrado a frio.

Tabela 24 Análise de variância e coeficiente de determinação para etapa de concentração a frio

<b>Respostas</b>	<b>Fonte de variação</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>F<sub>cal</sub></b>	<b>P-valor</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
<b>pH</b>	Regressão	2.887	5	0.577	0.999	0.500	50.00%
	Resíduo	2.889	5	0.578			
	Total	5.775	10				
<b>SST</b>	Regressão	0.487	5	0.097	1.724	0.282	63.28%
	Resíduo	0.283	5	0.057			
	Total	0.770	10				
<b>Viscosidade</b>	Regressão	128.065	5	25.613	11.706	0.009	92.13%
	Resíduo	10.940	5	2.188			
	Total	139.005	10				
<b>Ângulo Hue</b>	Regressão	72.773	5	15.554	0.182	0.957	15.46%
	Resíduo	398.373	5	79.674			
	Total	471.147	10				
<b>ΔE*</b>	Regressão	386.903	5	77.381	0.590	0.712	37.09%
	Resíduo	656.105	5	131.221			
	Total	1043.009	10				
<b>Rendimento</b>	Regressão	0.037	5	0.007	2.539	0.165	71.74%
	Resíduo	0.015	5	0.003			
	Total	0.052	10				
<b>Eficiência</b>	Regressão	855.402	5	171.080	1.985	0.235	66.49%
	Resíduo	430.930	5	86.186			
	Total	1286.332	10				
<b>Impureza</b>	Regressão	815.469	5	163.094	1.910	0.247	65.63%
	Resíduo	426.928	5	85.386			
	Total	1242.398	10				

De acordo com os resultados das análises de variância, excetuando-se o parâmetro de viscosidade, para todos os demais o valor de  $F_{\text{calculado}}$  foi menor que o  $F_{\text{tabelado}}$  (5.05), levando a concluir o não ajuste do modelo proposto para esta etapa, impedindo a geração das superfícies de contorno.

Para o parâmetro viscosidade, obteve-se um coeficiente de determinação de 92.13% e o  $F_{\text{calculado}}$  (11.706) este maior que o  $F_{\text{tabelado}}$ , sendo viável a geração da superfície de contorno, que é representada no Gráfico 16.

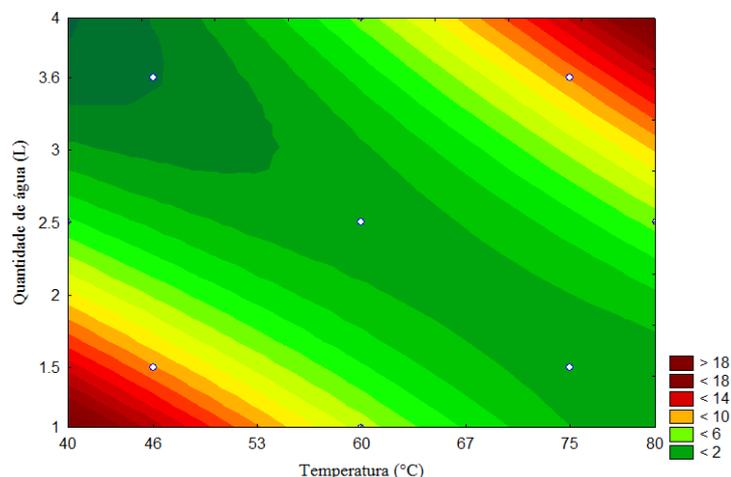


Gráfico 16 Superfície de contorno para viscosidade do concentrado a frio

Pelos dados da Tabela 24 e pelo Gráfico 16, conclui-se que as variáveis analisadas apresentam efeito significativo positivo na viscosidade do concentrado, sendo a temperatura na forma quadrática, a que mais contribui seguida da interação dos fatores e por fim a quantidade também interfere na ordem quadrática. A temperatura na ordem linear, mesmo não sendo significativa apresentou um efeito negativo na viscosidade,

Observa-se na superfície de contorno (Gráfico 16), que os extremos de quantidade de água e temperatura apresentaram maiores valores para viscosidade no concentrado, ou seja, quanto menor a quantidade de água e menor temperatura ou quanto maior a quantidade e maior a temperatura, maior a viscosidade do concentrado a frio.

Este efeito pode ser explicado uma vez, que ao se homogeneizar a matéria prima com baixas quantidades de água, em baixas temperaturas, mesmo tendo um decréscimo no rendimento, uma maior transferência de sólidos se dá durante as demais etapas, culminando em um concentrado mais viscoso.

A eficiência do concentrador e a impureza do gelo também apresentaram uma alta variabilidade, o que pode ter sido causado pelas condições de operação do equipamento. Para todos os ensaios, as condições de operação foram mantidas, no entanto, fatores externos como umidade relativa e temperatura do ambiente não são passíveis de controle.

No Gráfico 17 estão apresentados os valores para eficiência e impureza de cada ensaio.

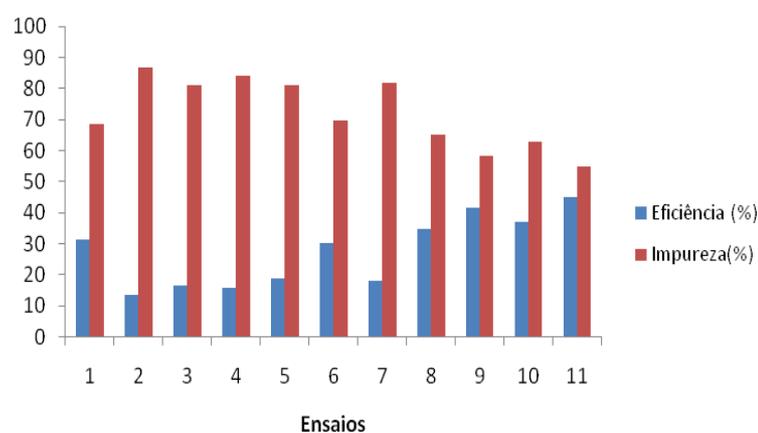


Gráfico 17 percentual de impureza do gelo e eficiência do concentrador a frio

Observando o Gráfico 17, conclui-se que a eficiência do concentrador a frio, foi muito baixa, sendo necessários ajustes no equipamento, o que conseqüentemente vai reduzir a porcentagem de impureza do gelo formado. É importante ressaltar que uma vez que o equipamento foi desenvolvido para execução do estudo, ainda se fazem necessários alguns ajustes para seu funcionamento ótimo.

Outros fatores podem interferir na eficiência do concentrador a frio como: a quantidade de material, que pode ser muito alta, sobrecarregando o sistema de refrigeração; a perda de calor para o meio pode proporcionar uma menor

eficiência; a composição do material a ser crioconcentrado, a agitação do material, entre outros.

Nos resultados desta etapa de concentração a frio não se esperavam efeitos significativos das variáveis propostas no delineamento experimental inicial do estudo, uma vez que a amostra levada ao concentrador a frio estaria nas mesmas condições para todos os ensaios. Entretanto, foram mantidos os 11 ensaios a fim de ter uma resposta para todos no produto final, levando-se em consideração todas as etapas e todos os parâmetros físicos e visuais.

Uma técnica que vem sendo bastante estudada e desenvolvida é a crioconcentração e trata-se de um tipo de concentração, onde grande parte das características do produto é conservada já que se utilizam de baixas temperaturas, não provocando deteriorações na estruturas celulares como o rompimento e o inchamento, não promovendo a desnaturação de enzimas e evitando o escurecimento do produto.

A concentração de soluções aquosas de glicose, frutose e sacarose, utilizando um crioconcentrador de multiplacas, foi estudada por Raventós et al. (2007). Soluções aquosas de sacarose, glicose e frutose, foram preparadas, com um teor de sólidos solúveis inicial de 5° Brix. Diferentes parâmetros foram estudados para permitir o acompanhamento do processo de crioconcentração, como a impureza do gelo e eficiência de concentração;

Os resultados mostraram que a impureza do gelo aumenta com o aumento da concentração da solução e inversamente a eficiência diminui. Os resultados obtidos mostram uma impureza variando de 0 a 70% e a eficiência do processo variando de 98% a 30%.

De acordo com Raventós et al. (2007), soluções de glicose e frutose apresentaram comportamentos semelhantes, enquanto nas soluções de sacarose foi observado uma ligeira diferença da anterior: há formação de gelo mais rapidamente, mas, contém mais sólidos em suspensão.

#### 4.2.2 Comportamento reológico

Os efeitos da temperatura e da quantidade de água utilizadas na etapa de extração do hidrocoloide foram avaliados nos 11 ensaios propostos pelo delineamento experimental, após a concentração a frio, quanto ao seu comportamento reológico.

Os Gráficos 18 e 19 representam os reogramas obtidos para o concentrado a frio, onde estão relacionados a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação, e a viscosidade com a taxa de deformação respectivamente.

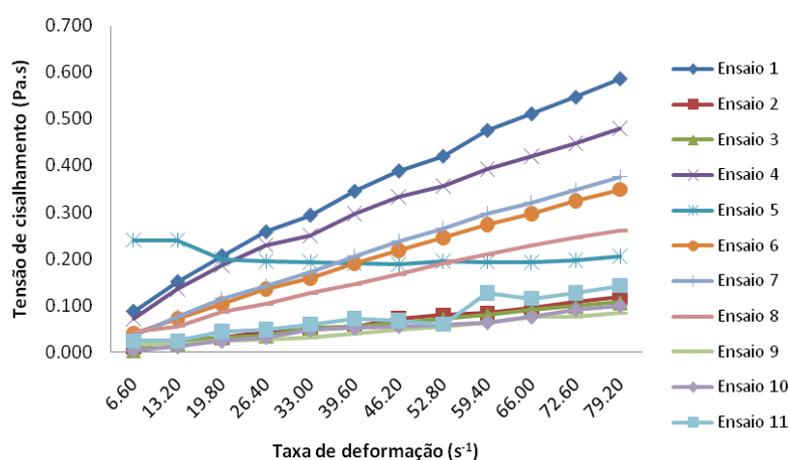


Gráfico 18 Relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento para o concentrado a frio

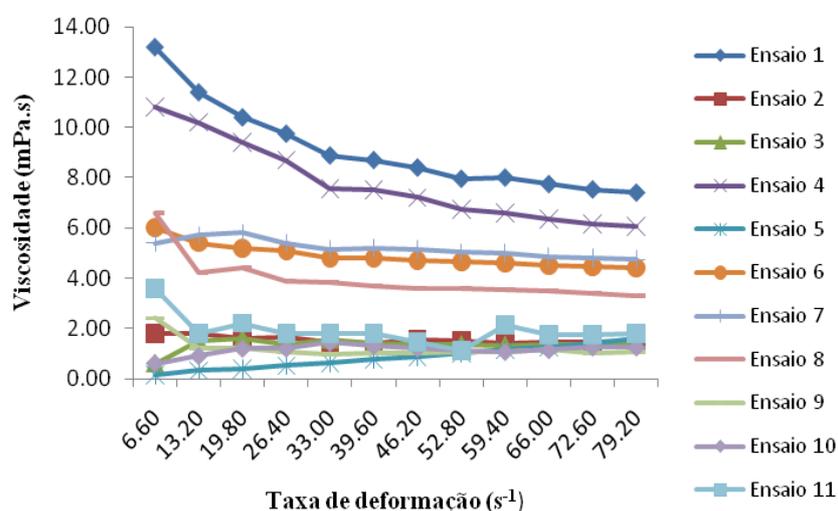


Gráfico 19 Relação entre a taxa de deformação e viscosidade para o concentrado a frio

Ao se observar o Gráfico 18 nota-se que, o ensaio 5, apresentou um comportamento inverso aos demais ensaios, apresentando uma redução na tensão de cisalhamento com o aumento da taxa de deformação.

Durante o processo de concentração a frio, houve uma retenção de sólidos na fração de gelo de cada ensaio de maneira diferente para cada ensaio, mesmo quando estes foram submetidos as mesmas condições de operação. Isto pode ser explicado visto que cada ensaio apresentou um teor de sólidos antes da operação, que pode ter facilitado ou dificultado a retenção destes na fração de gelo. Isto fica evidenciado pela alta taxa de impureza do gelo, o que não é benéfico ao processo de concentração a frio.

Na Tabela 25 estão os parâmetros reológicos obtidos para o concentrado a frio para os modelos de Herschel-Bulkley, lei da potência, Bingham e Casson.

Tabela 25 Parâmetros reológicos para o concentrado a frio

	Herschel Bulkley				Power Law		
	<b>k</b>	<b>n</b>	<b><math>\tau_0</math></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>k</b>	<b>n</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
1	22.4	0.75	0	100	21.9	0.75	99.3
2	1.4	1	0	99.8	1.93	0.93	96.6
3	0.99	1.07	0	99.8	1.27	1.02	94
4	24.1	0.69	0	99.9	21.4	0.71	98
5	1.48	1.06	0.01	99.9	2.35	0.97	96.1
6	7.76	0.87	0	100	7.37	0.88	99.2
7	8.23	0.87	0	100	8.43	0.87	96.4
8	5.09	0.9	0.01	100	6.59	0.85	97.9
9	0.75	1.06	0	99.6	1.31	0.95	92.3
10	1.34	0.98	0	99.6	0.84	1.08	93.7
11	6.3	0.73	-0.02	98.1	2.96	0.87	91.5
	Bingham			Casson			
	<b><math>\eta_p</math></b>	<b><math>\tau_0</math></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b><math>\eta_p</math></b>	<b><math>\tau_0</math></b>	<b>R<sup>2</sup></b>	
1	5.62	0.12	93.6	4.46	0.03	98.5	
2	1.38	0	97	1.31	0	98.5	
3	1.4	0	94.2	1.39	0	97.3	
4	4.34	0.12	92.3	3.27	0.03	98	
5	2.07	0	95.9	2.04	0	98.2	
6	3.83	0	95.5	3.52	0	99	
7	4.13	0.04	95.5	3.7	0	99	
8	2.98	0.03	96.5	2.63	0	99	
9	1.04	0	92.8	1	0	96.4	
10	1.2	0	93.8	1.24	0	97	
11	1.42	0.02	88.7	1.29	0	95.5	

Na Tabela 26 estão apresentadas as análises de variância para o modelo de Herschel-Bulkley (HB), para o concentrado a frio. Os resultados apresentados indicam que fica inviável a geração da superfície de contorno para os parâmetros índice de consistência, índice de comportamento do fluido e tensão inicial para o modelo de Herschel-Bulkley, que apresentaram valores de  $F_{\text{calculado}}$  de 4.977; 1.503 e 0.637, respectivamente, sendo estes inferiores ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$  (5.05).

Neste caso ao observar o coeficiente de determinação para os parâmetros índice do comportamento do fluido e tensão inicial, estes mostram valores inferiores a 70%, o que confirma a inviabilidade.

Tabela 26 Análise de variância para o modelo de HB para o concentrado a frio

		SQ	GL	QM	Fcal	P-valor	R <sup>2</sup>
<b>K</b>	Regressão	586.304	5	117.261	4.977	0.051	
	Erro	117.810	5	23.562			83.26%
	Total SS	704.114	10				
<b>N</b>	Regressão	0.116	5	0.023	1.503	0.333	
	Erro	0.077	5	0.015			60.04%
	Total SS	0.193	10				
<b><math>\tau_0</math></b>	Regressão	0.000	5	0.000	0.637	0.684	
	Erro	0.000	5	0.000			38.89%
	Total SS	0.001	10				

Os dados das análises de variância para o modelo da lei da potência estão representados na Tabela 27.

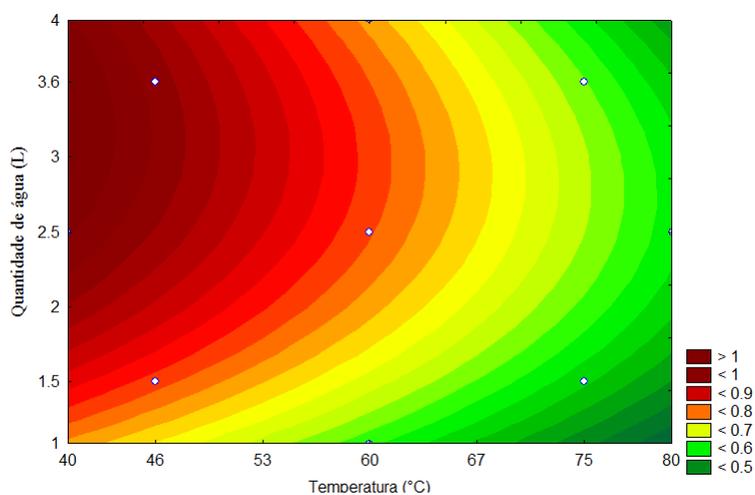
Observando os dados da Tabela 27 pode-se concluir através do  $F_{\text{calculado}}$  e do coeficiente de determinação que fica inviável a geração das superfícies de resposta e de contorno para o índice de consistência ( $k$ ) no modelo da lei da potência.

Já para o parâmetro que indica o comportamento do fluido ( $n$ ) os valores de  $F_{\text{calculado}}$  e coeficiente de determinação foram de 8,623 e 89,60, respectivamente, sendo assim geradas a superfície de contorno para este parâmetro no modelo da lei da potência, que está representada no Gráfico 20.

O parâmetro  $n$  para o modelo da lei da potência foi influenciado pela temperatura e pela concentração de água utilizada durante a extração. Este comportamento foi semelhante ao mesmo parâmetro ( $n$ ) no extrato II para este modelo, mantendo assim boa parte de suas características mesmo após o processo de concentração a frio.

Tabela 27 Análise de variância para o modelo da lei da potência para o concentrado a frio

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
<b>K</b>	Regressão	45833.129	5	9166.626	2.237	0.199	
	Erro	20491.545	5	4098.309			69.10%
	Total SS	66324.673	10				
<b>n</b>	Regressão	0.223	5	0.045	8.623	0.017	
	Erro	0.026	5	0.005			89.60%
	Total SS	0.249	10				

Gráfico 20 Superfície de contorno para o índice de comportamento de fluido ( $n$ ) para o modelo da lei da potência no concentrado a frio

Os ensaios que continham maior quantidade de água e maior temperatura de extração apresentaram valores de  $n$  bastante afastados do comportamento newtoniano ( $n = 1$ ).

Nesta etapa observa-se o mesmo resultado observado nos ensaios para o filtrado II, onde quantidades intermediárias de água utilizadas durante a extração submetidas a altas temperaturas proporcionam um menor valor do parâmetro reológico  $n$ , sendo assim o valor do índice de consistência ( $k$ ) maior, podendo inferir uma maior viscosidade para estes ensaios.

O processo de concentração a frio visa à remoção de água por meio da formação de gelo, no entanto, sólidos são removidos, uma vez que a impureza do gelo é consideravelmente alta. Ao se eliminar água e sólidos, a solução tende a ter uma maior facilidade de ordenação das moléculas e ao ser aplicada uma tensão estas se organizam mais facilmente diminuindo a viscosidade.

Na tabela 28 estão apresentados os coeficientes de regressão para o modelo codificado proposto pela equação 11, para o parâmetro de índice de comportamento do fluido ( $n$ ) para o modelo da lei da potência, para o concentrado a frio.

Tabela 28 Análise dos coeficientes de regressão para o índice de comportamento de fluido, para modelo da lei da potência do concentrado a frio

	Lei da potência	
	Coef. De regressão	p-valor
$\beta_0$	0.803	0.000*
$\beta_1$	-0.148	0.002*
$\beta_{11}$	-0.004	0.895
$\beta_2$	0.055	0.079
$\beta_{22}$	-0.059	0.108
$\beta_{21}$	-0.020	0.602

\*significativo ao nível de 5% de confiança

Para o modelo da lei da potência para o concentrado, somente a temperatura de extração em sua forma linear, apresentou efeito significativo, sendo que, quanto maior a temperatura menor será o valor de  $n$  tendo o fluido a ter mais características mais pseudoplásticas. É interessante ressaltar que os dados da Tabela 28 mostram que, mesmo quando não significativos, a quantidade de água utilizada na extração e temperatura (na forma quadrática) e a interação das variáveis, tem efeito negativo, ou seja, quanto maior os valores destas variáveis, menores serão os valores do índice de comportamento do fluido, fazendo com que este se afaste do comportamento newtoniano.

Na Tabela 29 estão as análises de variância para os parâmetros de viscosidade plástica de Bingham e tensão inicial para o modelo de Bingham.

Tabela 29 Análise de variância para o modelo de Bingham para o concentrado a frio

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	R <sup>2</sup>
$\eta_p$	Regressão	23.230	5	4.646	12.542	0.007	
	Erro	1.852	5	0.370			92.61%
	Total SS	25.082	10				
$\tau_0$	Regressão	0.018	5	0.004	4.584	0.060	
	Erro	0.004	5	0.001			82.09%
	Total SS	0.022	10				

Os resultados para o modelo de Bingham mostram que só é possível a geração das superfícies de contorno para o parâmetro viscosidade plástica de Bingham (Gráfico 22) que apresenta valores de  $F_{\text{calculado}}$  de 12.542 e coeficiente de determinação de 92,61%. Já o parâmetro de tensão inicial, mesmo apresentando um coeficiente de determinação aceitável para o ajuste ao modelo, o valor de  $F_{\text{calculado}}$  (4.584) é inferior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$  (5.05).

Para o modelo de Bingham para o concentrado, o Gráfico 21 mostra que as maiores viscosidades plásticas de Bingham são obtidas em condições extremas do processo, ou seja, quando se tem a menor temperatura e menor quantidade de água ou ainda quando se tem maior temperatura e uma elevada quantidade de água.

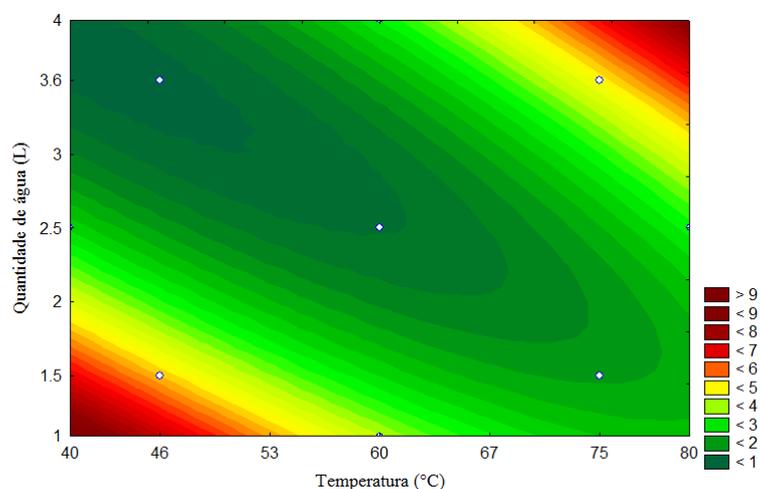


Gráfico 21 Superfície de contorno para viscosidade plástica de Bingham do concentrado a frio

Na Tabela 30 estão apresentadas as análises de variância para o modelo de Casson, para o concentrado.

Os resultados da análise de variância mostram que somente o parâmetro viscosidade plástica de Casson possibilita a geração da superfície de resposta e de contorno, em razão de seu alto coeficiente de determinação (89.19%) e de seu valor de  $F_{\text{calculado}}$  (8.254) ser maior que  $F_{\text{tabelado}}$  (5.05). O Gráfico 22 mostra a superfície de contorno para o concentrado a frio para o modelo de Casson.

Tabela 30 Análise de variância para o modelo de Casson para o concentrado a frio

		SQ	GL	QM	Fcal	p-valor	$R^2$
$\eta_p$	Regressão	13.241	5	2.648	8.254	0.018	89.19%
	Erro	1.604	5	0.321			
	Total SS	14.846	10				
$\tau_0$	Regressão	0.001	5	0.000	2.273	0.194	69.44%
	Erro	0.000	5	0.000			
	Total SS	0.001	10				

Para a tensão inicial, os valores de  $F_{\text{tabelado}}$  (2,273) e do coeficiente de determinação (69,44%), são inferiores aos valores que possibilitam um bom ajuste ao modelo, ficando inviável a geração da superfície de resposta e de contorno.

O comportamento do modelo de Casson para o concentrado a frio é bastante semelhante ao comportamento do modelo de Bingham, que apresenta maiores valores de viscosidade plástica de Casson nos pontos extremos (maiores temperaturas e maiores concentrações ou menores temperaturas e menores quantidades de água).

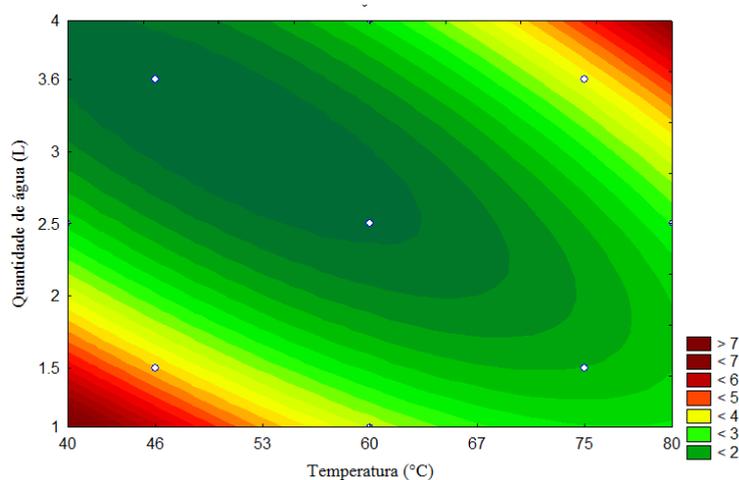


Gráfico 22 Superfície de contorno para a viscosidade plástica de Casson do concentrado a frio

Na Tabela 31 estão apresentados os coeficientes de regressão e seus respectivos p-valores para a viscosidade plástica de Bingham e Casson, para o concentrado a frio.

Para os modelos de Bingham e Casson no concentrado, a viscosidade plástica é influenciada pela temperatura e quantidade de água na forma quadrática e pela interação destas duas variáveis, todas de forma positiva, ou

seja, ao promover o aumento da temperatura de extração ou a quantidade de água utilizada na homogeneização, os valores de viscosidade plástica tanto para o modelo de Bingham, tanto para o modelo de Casson aumentarão.

Tabela 31 Análise dos coeficientes de regressão para a viscosidade plástica de Bingham e Casson do concentrado

	Bingham		Casson	
	Coef. De regressão	p-valor	Coef. De regressão	p-valor
$\beta_0$	1.220	0.017*	1.176	0.015*
$\beta_1$	0.153	0.500	0.122	0.56
$\beta_{11}$	0.848	0.021	0.710	0.030*
$\beta_2$	-0.363	0.149	-0.347	0.142
$\beta_{22}$	1.125	0.006*	0.902	0.012*
$\beta_{21}$	1.795	0.002*	1.257	0.006*

\*significativo ao nível de 5% de confiança.

A partir dos dados da Tabela 31 verifica-se que a interação é que mais influencia no modelo completo proposto. O mesmo acontece para o modelo de Casson, mostrando que a temperatura e a quantidade de água são fundamentais para obtenção de um produto final com boa qualidade.

Ainda pelos resultados obtidos na Tabela 31, observa-se que a concentração na ordem linear tem efeito negativo na viscosidade plástica dos modelos. No entanto ao se observar o p-valor conclui-se que esta não é significativa.

Os ensaios 3 (75°C e 1,5 litros de água), 5 (40°C e 2,5 litros de água) e 9 (60°C e 2,5 litros de água) apresentaram comportamento diferentes aos demais ensaios, mostrando um aumento da viscosidade com um o aumento da taxa de deformação, sendo este comportamento diferente dos filtrados I e II, que apresentaram comportamento pseudoplástico.

Com a formação de gelo durante o resfriamento, ocorre a separação da água estrutural, a redução na temperatura leva a uma redução nas distâncias

moleculares em função do aumento das forças intermoleculares. O resultado é que no crioconcentrado haverá menos solvente e estruturas moleculares mais agregadas.

Segundo Rao (1977), a viscosidade aumenta com a concentração por duas razões. Primeiro a redução de solvente reduz a lubrificação intermolecular de tal forma que o atrito (fricção) aumenta. Segundo, a quantidade de solvente não é suficiente para saturar todas as moléculas com altas concentrações e então elas começam a formar agregados. Assim o aumento nos valores dos parâmetros reológicos pode ser atribuído à redução do solvente e ao tamanho das partículas suspensas no sistema.

Os demais ensaios apresentaram características semelhantes ao comportamento de seus extratos, dentro da classificação de pseudoplásticos com o valor de  $n$  menor 1.

#### **4.4 Precipitação e secagem**

Na Tabela 32 estão os resultados obtidos para o rendimento da precipitação e da secagem em porcentagem.

Para os resultados do rendimento na precipitação, os valores apresentaram uma grande variação, que pode explicada pela presença remanescente de álcool e água utilizados na precipitação e extração. Durante a precipitação foi observado visualmente a formação de redes, o que pode ter provocado a retenção de água e álcool, que posterior fora eliminado na etapa de secagem.

Tabela 32 Valores para o rendimento nas etapas de precipitação e secagem

	<b>Rendimento Precipitação (%)</b>	<b>Rendimento secagem (%)</b>
1	2.11	0.31
2	8.15	0.22
3	2.30	0.12
4	8.62	0.67
5	4.72	0.14
6	5.21	0.40
7	1.58	0.09
8	3.53	0.15
9	4.21	0.14
10	5.12	0.13
11	2.22	0.12

Na Tabela 33 estão apresentados os coeficientes de regressão e seus respectivos p-valores, para o modelo proposto no delineamento experimental para posterior substituição na equação 11, para o rendimento nas etapas de precipitação e no rendimento da secagem.

Tabela 33 Análise dos coeficientes de regressão para o rendimento na precipitação e na secagem

	<b>Rendimento Precipitação</b>		<b>Rendimento Secagem</b>	
	Coefi. de regressão	p-valor	Coefi. de regressão	p-valor
$\beta_0$	3.852	0.022*	0.128	0.092
$\beta_1$	0.167	0.825	0.078	0.095
$\beta_{11}$	0.941	0.321	0.104	0.068
$\beta_2$	1.891	0.046*	0.067	0.136
$\beta_{22}$	-0.264	0.770	0.030	0.539
$\beta_{21}$	0.073	0.946	0.159	0.031*

\* significativo ao nível de 5% de confiança

Na Tabela 34 estão apresentadas as análises de variância e os coeficientes de determinação para os rendimentos nos 11 ensaios nas etapas de precipitação e secagem

Tabela 34 Análise de variância e coeficientes de determinação para rendimentos de precipitação e secagem

Respostas	Fonte de variação	SQ	GL	QM	Fcal	P-valor	R <sup>2</sup>
<b>Rendimento precipitação</b>	Regressão	35.652	5	7.130	1.726	0.282	63.32%
	Resíduo	20.656	5	4.131			
	Total	56.308	10				
<b>Rendimento secagem</b>	Regressão	0.247	5	0.049	4.337	0.067	81.26%
	Resíduo	0.057	5	0.011			
	Total	0.304	10				

Diante dos resultados obtidos na tabela 15 pode-se concluir por meio dos valores de  $F_{\text{calculado}}$  e dos coeficientes de determinação para o rendimento da precipitação e rendimento de secagem, que a geração das superfícies de resposta e de contorno, não é viável.

As variáveis analisadas não apresentaram efeitos significativos no rendimento final do produto.

Os resultados para os 11 ensaios apresentaram uma grande variabilidade no rendimento da precipitação, e foi possível observar visualmente que em alguns destes ensaios, o precipitado formado assemelhava-se a redes, e em outros ensaios o precipitado era formado em forma de pequenas partículas sem aglomeração.

Wu et al. (2009) mostraram que no fracionamento de polissacarídeos não pécnicos de mucilagem de mostarda amarela, a precipitação com etanol a 75% foi mais eficiente no rendimento de precipitação, quando comparado a precipitação feita em solução de sulfato de amônio  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , sendo os rendimentos deste de 15.6% e 32.4% respectivamente.

Em estudos semelhantes outros solventes foram testados como reporta Sepuvela et al. (2007), ao estudar a mucilagem extraída de *Opuntia SSP*. Para chegar a um produto final, os autores utilizaram na etapa de precipitação dois tipos de agente precipitante, álcool etílico e álcool iso-propílico, em diferentes

proporções. O resultado deste estudo mostrou que não houve diferenças significativas no rendimento alterando o agente precipitante e a proporção deste.

Os valores obtidos para rendimentos de produtos obtidos a partir de sementes são superiores, aos obtidos no presente estudo, no entanto, não existe uma grande variação dependente de condições experimentais, condições climáticas, época de colheita e morfologia e composição da matéria prima utilizada.

Em gomas obtidas a partir de frutas de Malva nut (*Scaphium scaphigerum*) o resíduo insolúvel em água quente foi submetido à extração com solução de HCL 0,05 e posteriormente o resíduo ácido foi extraído com solução alcalina de NaOH 0,05M. Em seguida foi feito o ajuste do pH, seguindo para a etapa de precipitação e secagem. Verificou que a extração em solução alcalina, promoveu um maior rendimento quando comparado aos rendimentos em água quente e solução ácida. Claramente, a maioria dos polissacarídeos ou são covalentemente ligados a outros componentes ou fisicamente preso na parede da célula matriz, que só pode ser eficazmente lançado sob condições alcalinas (SOMBOONPANYAKUL et al.,2006).

Os resultados obtidos por Somboonpanyakul et al. (2006), mostram que o rendimento para a extração em água quente foi de aproximadamente 1%, e de 6% e 20% para extrações ácidas e alcalinas, respectivamente, deixando evidente que a presença de agentes ácidos ou alcalinos, favorecem a extração, culminando em um maior rendimento.

Temperatura e proporção de semente: água tem efeitos lineares similares no rendimento de mucilagem obtida de sementes de Qodume Shirazi (*Alyssum Homolocarpum*). Já o pH não teve efeito linear significativo. A interação entre os termos, pH e proporção de água:sementes foi significativa ( $P < 0,05$ ) no rendimento e a proporção água:sementes teve coeficientes de efeito quadrático altamente significativo ( $P < 0,01$ ) (KOOCHKEKI et al., 2010). Neste trabalho a

extração tem seu desempenho ótimo em pH 4, com proporção de água : semente de 40:1 e temperatura de 36,3°C, sendo que o rendimento nestas condições foi de 28,73%.

O rendimento de extração de frutos de sementes de *Sterculia* foi influenciado pelas quatro variáveis estudadas (temperatura de extração, pH, tempo de extração e proporção de semente:água) e os efeitos lineares e quadráticos foram significativos. Entre os termos de interação, temperatura com pH foi significativo. Neste trabalho o rendimento variou entre 10,24% a 19,02%.

É importante destacar que este trabalho é uma etapa inicial para o desenvolvimento do protocolo de extração do hidrocoloide do ora-pro-nóbis, onde as variáveis envolvidas no processo podem ser alteradas.

A metodologia desenvolvida para a obtenção deste produto, foi executada de forma totalmente natural, não sendo empregado durante todo o processo nenhum tipo de reagentes químicos para facilitar a extração, e nem mesmo foi feito o ajuste do pH. Todo o álcool utilizado na etapa de precipitação foi recuperado com auxílio de um evaporador rotativo.

Nos dias atuais, onde existe uma grande preocupação com o meio e a responsabilidade ambiental, o consumidor e as empresas vêm buscando matérias primas e produtos obtidos de forma consciente.

## **4.5 Reconstituições do hidrocoloide**

### **4.5.1 Viscosidade**

Os hidrocoloides possuem diversas funções na indústria de alimentos, que podem variar de acordo com a concentração utilizada, da temperatura do processo, das operações unitárias empregadas e do sinergismo destes com outros ingredientes e aditivos.

Assim para se ter uma idéia do comportamento do produto obtido, os ensaios submetidos à mesma temperatura foram escolhidos para reconstituição e posterior análise. Foi feito um blend dos produtos obtidos nos ensaios 3 e 4 propostos no delineamento experimental inicial, que corresponde à temperatura de 75°C nas quantidade de água 1,5L e 3,6L, respectivamente.

A escolha destes ensaios se deu analisando os parâmetros de rendimento e aspectos visuais, levando em consideração a cor, a facilidade de extração, reconstituição e retirada da placa posteriormente a etapa de secagem, a granulometria obtida após a moagem e por meio de pré-testes realizados.

Gomas em quatro diferentes concentrações (0.25%; 0.50%; 0.75% e 1.00%) foram obtidas e, após a sua completa hidratação foram submetidas à análise de viscosidade. Os valores médios destas viscosidades estão apresentados na Tabela 35.

A concentração de hidrocoloide adicionada à composição de um determinado alimento é definida de acordo com as características desejáveis do produto utilizado, das operações unitárias envolvidas no processamento, além de respeitar a portaria que disponibiliza as quantidades permitidas para o uso.

Tabela 35 Valores médios obtidos para viscosidade da goma

Concentração (%)	Viscosidade (mPa.s)
0.25	3.068 <sup>a</sup>
0.50	4.428 <sup>b</sup>
0.75	6.112 <sup>c</sup>
1.00	7.306 <sup>d</sup>

\*médias seguidas da mesma letra na mesma coluna não diferem entre si (P<0.05)

A linha de tendência linear para viscosidade, tendo em vista os resultados obtidos para esta análise está representada no Gráfico 23.

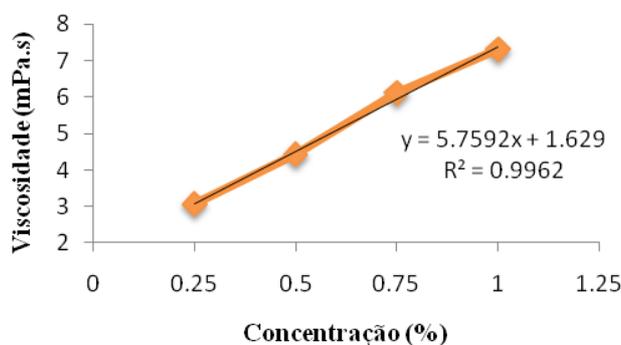


Gráfico 23 Relação da concentração e viscosidade das gomas obtidas em diferentes concentrações

Observando a Tabela 35 e o Gráfico 23 pode-se concluir que o resultado obtido é satisfatório, verificou-se que com o aumento da concentração de hidrocoloide ocorreu um aumento da viscosidade, o que é de grande interesse para a utilização deste produto em diversos tipos de alimentos.

Estes resultados são semelhantes aos resultados obtidos por Monego (2009) em gomas obtidas a partir de sementes e farelos de linhaça. Ao aumentar a concentração, observou-se um aumento da viscosidade, sendo que gomas obtidas da semente proporcionaram o dobro da viscosidade quando comparada a gomas obtidas do farelo.

Pela análise de regressão pode-se verificar um comportamento linear deste parâmetro, sendo seu coeficiente de regressão alto ( $R^2 = 99.62$ ), considerado satisfatório para o ajuste dos dados a reta.

O uso deste hidrocoloide pode ser bastante diversificado, sendo necessário estudos para sua aplicação de acordo com sua composição química. Uma característica que deve ser ressaltada é a ausência de odor, que é de grande importância para a indústria.

Por se tratar de um produto obtido de forma natural, o hidrocoloide de ora-pro-nóbis pode ser bem quisto pelas indústrias, além de ter uma boa imagem perante os consumidores.

#### 4.5.2 Capacidade e estabilidade de emulsão

Para verificar a possibilidade de utilização do produto obtido como agente emulsificante foram realizados testes para verificar a capacidade de formação de emulsão e sua estabilidade quando submetida a diferentes temperaturas.

Na Tabela 36 estão apresentados os valores para a capacidade de formação de emulsão, e suas respectivas estabilidades em temperatura ambiente e a 80°C.

Tabela 36 Valores para capacidade e estabilidade de emulsão de gomas

Concentração (%)	Capacidade de emulsão (%)	Estabilidade	
		Temperatura ambiente	Temperatura 80°C
0.25	52.4 <sup>a</sup>	76.00 <sup>a</sup>	71.43 <sup>a</sup>
0.5	72.8 <sup>b</sup>	80.56 <sup>b</sup>	72.97 <sup>b</sup>
0.75	79.2 <sup>c</sup>	82.50 <sup>c</sup>	79.49 <sup>c</sup>
1	83.2 <sup>d</sup>	85.71 <sup>d</sup>	80.49 <sup>d</sup>

\*médias seguidas da mesma letra na mesma coluna não diferem entre si (P<0.05)

Uma das formas do uso de hidrocoloides na indústria alimentos é como emulsificante, promovendo aumentando assim a mistura de ingredientes imiscíveis, contribuindo para melhorar a qualidade dos produtos e podendo ainda contribuir para redução dos custos da produção, ocasionar menores perdas e promover uma maior facilidade no processamento.

No pó obtido foi possível verificar esta propriedade e sua capacidade de emulsão teve um comportamento crescente com o aumento da concentração de pó utilizado no preparo da goma, o que pode ser verificado pelo Gráfico 24.

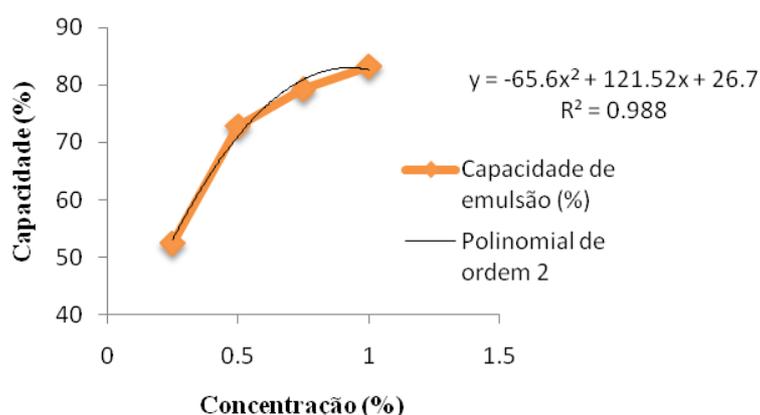


Gráfico 24 Relação da concentração e capacidade de formação de emulsão

O melhor ajuste da linha de tendência para a capacidade de formação de emulsão foi de ordem polinomial de grau 2, tem um coeficiente de 98.8%.

Wu et al. (2009) compararam a capacidade e estabilidade de diferentes gomas comerciais que continham galactomananas, sendo elas goma guar (GG), goma locusta (LBG), goma tara (TG) e gomas de feno verde (FG). As gomas foram preparadas na concentração de 1% e a emulsão feita com óleo de canola, e os resultados mostraram que capacidade de formação de emulsão destes hidrocoloides está entre 40 e 80%, sendo a goma guar a que apresenta maior capacidade.

As gomas obtidas a partir do hidrocoloide do ora-pro-nóbis apresentaram comportamento semelhante e a uma concentração de 1%, apresentou a maior capacidade de formação de emulsão, aproximadamente 83%. Estudos sobre a composição do hidrocoloide obtido se faz necessário, para

verificar estas e outras possíveis funcionalidades do pó, no entanto, fica clara uma excelente capacidade de formação de emulsão, o que possibilita o uso deste produto em diversos segmentos da indústria alimentícia.

O aumento da estabilidade de emulsão em diferentes temperaturas pode ser observado por meio do Gráfico 25.

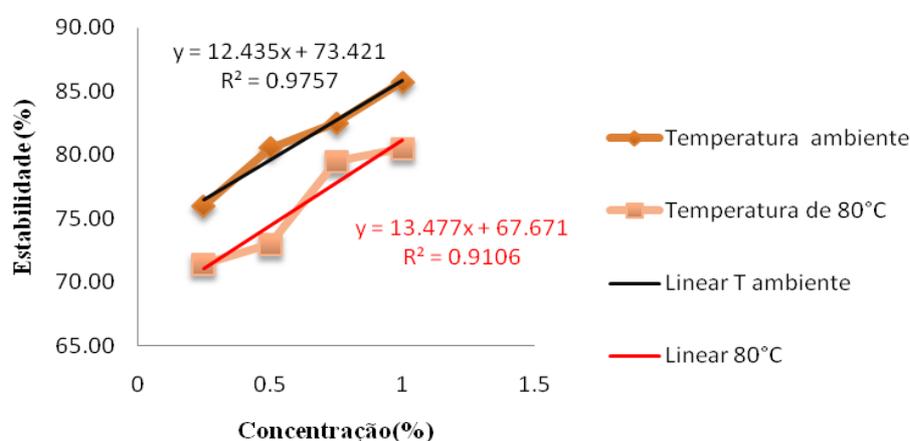


Gráfico 25 Relação da concentração e estabilidade de emulsão em diferentes temperaturas

Quanto maior a temperatura que a emulsão é submetida, maior é sua desestabilização. À temperatura ambiente este comportamento sofreu uma menor oscilação. Quando submetida a uma variação maior de temperatura, as proteínas presente na emulsão, podem sofrer alterações em suas conformações, provocando mudanças na emulsão, assim como em suas propriedades .

A estabilidade de emulsão teve um comportamento um pouco superior quando comparado ao trabalho de Wu et al. (2009), que encontraram valores entre 40 e 60% para soluções preparadas a 1% de goma locusta (LBG), goma guar (GG), goma tara e goma de feno verde.

Já Koocheki et al. (2009) encontraram valores próximos em gomas obtidas de sementes de (*Lepidium perfoliatum*) preparadas na concentração de 0.25%. Os valores encontrados pelos autores de estabilidade de emulsão variam entre 44% a 80%. Esta variação está relacionada com o planejamento experimental adotado para otimização do processo, onde as variáveis analisadas foram tempo e temperatura de extração.

Durante este mesmo estudo, gomas obtidas em diferentes pH e proporções de sementes e água apresentaram estabilidade de emulsão menores, quando comparadas às anteriores, sendo estes valores entre 52 % e 68%.

A estabilidade de emulsão das gomas preparadas com o hidrocoloide de ora-pro-nóbis, é bastante satisfatória, já que um dos maiores objetivos da indústria é que haja o menor número de reações durante a vida de prateleira do produto, diminuindo assim perdas e aumentando a satisfação do cliente.

Diante destes resultados, o processo de extração de hidrocoloides do ora-pro-nóbis (*Pereskia aculleata* Miller) mostrou extremamente satisfatório e o produto obtido pode ser utilizado em diversos setores da indústria de alimentos em várias formas e com diversas funções, fazendo-se necessária sua caracterização química.

#### 4 CONCLUSÃO

O processo desenvolvido, envolvendo diversas operações, sem o emprego de agentes químicos apresentou resultados satisfatórios para obtenção do hidrocoloide de forma natural, podendo ser utilizado e adaptado para diversas espécies. Trata-se de um processo simples, sem grandes custos iniciais e pequena manutenção, gerando bons rendimentos e funcionalidade desejável.

A espécie *Pereskia Aculleata Miller*, conhecida popularmente como ora-pro-nóbis, mostrou-se uma fonte alternativa de hidrocoloides, com viabilidade de seu processamento industrial. Seu fácil cultivo e sua grande adaptação aos diversos tipos de solos aliados aos baixos custos de produção, fazem desta espécie uma fonte alternativa para a obtenção deste tipo de aditivos.

As condições que apresentaram maior rendimento, melhores características visuais e maiores facilidades nas etapas de extração foram: temperatura de homogeneização de 75°C utilizando uma quantidade de água de 3,6 litros.

O produto obtido em pó mostrou-se visualmente apresentável, com cor clara, semelhante à cor de hidrocoloides comerciais como a pectina, e com algumas propriedades que podem ser empregadas na indústria (espessante, gelificante, emulsificante), se fazendo necessário o conhecimento de sua composição química, seus sinergismos com outros hidrocoloides e seu comportamento na presença de sais, sacarose e diferentes temperaturas.

Gomas elaboradas utilizando baixas concentrações do produto obtido, apresentaram propriedade espessantes, como o aumento de viscosidade, e excelente capacidade de formar emulsão, bem como uma alta estabilidade desta emulsão em diferentes condições de temperatura.

## REFERÊNCIAS

- AGUILERA, J. M. Generation of engineered structures in gels.  
SCHWARTZBERG, H. G; HARTEL, R. W. (Ed.). **Physical chemistry of foods**. New York: M. Dekker, 1992. p. 387- 421.
- ARAÚJO, L.; ALVES, F. Aditivos e ingredientes: ao gosto do consumidor. **Brasil Alimentos**, São Paulo, n. 19, p. 18-24, 2003.
- AROCKIASAMY, S.; BANIK, R. M. Optimization of gellan gum production by *Sphingomonas paucimobilis* ATCC 31461 with noionic surfactants using central composite design. **Journal of Bioscience and Bioengineering**, Osaka, v. 105, n. 3, p. 204-210, 2008.
- ASPINALL, G. O. Gums and mucilages. **Advances in Carbohydrate Chemistry & Biochemistry**, New York, v. 24, p. 333- 379, 1969.
- ASPINALL, G. O. **The polysaccharides**. New York: Academic, 1982. 503 p. v. 1.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods o the association of the agricultural chemists**. 17. ed. Washington, 2000. 1410 p.
- BARBOSA, A. M. et al. Structural characterization of Botryosphaeran: a (1→3; 1→6)-β-D-glucan produced by the ascomyceteous fungus, *Botryosphaeria* sp. **Carbohydrate Research**, Kidlington, v. 338, p. 1691-1698, 2003.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V; IBARZ, A.; PELEG, M. Propriedades reológicas de alimentos fluidos: revision. **Alimentaria**, Porto Alegre, n. 241, p. 39-49, 1993.
- BARROSO, G. M. **Sistemática de angiospermas do Brasil**. São Paulo: Livros Técnicos e Científicos, 1978. v. 1, p. 108-113.
- BRETAS, R. E. S.; D'ÁVILA, M. A. **Reologia de polímeros fundidos**. 2. ed. São Carlos: EdUFSCar, 2005.
- BUREY, P. et al. Hydrocolloid gel particles: formation, characterization and application. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 48, p. 361–377, 2008.

CANILHA, L. et al. Aditivos alimentares produzidos por via fermentativa parte 3: polissacarídeos e enzimas. **Revista Analytica**, São Paulo, v. 20, p. 32-41, 2006.

CHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. **Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications**. 2<sup>nd</sup> ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2008. 518 p.

CHOI, Y. H.; YOO, B. Characterization of time-dependent flow properties of food suspensions. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 39, p. 801-805, 2004.

CHRISTIANSON, D. D.; BAGLEY, E. B. Yield stresses in dispersions of swollen, deformable cornstarch granules. **Cereal Chemistry**, Fargo, v. 61, n. 6, p. 500-503, 1984.

CRONQUIST, A. **An integrated system of classification of flowering plants**. New York: Columbia University, 1981. p. 257-261.

CRUZ, G. L. **Dicionário das plantas úteis do Brasil**. 5. ed. Rio de Janeiro Bertrand Brasil, 1995. p. 478-479.

CRUZ PRADELLA, J. G. **Biopolímeros e intermediários químicos**. São Paulo: Centro de Tecnologia de Processos e Produtos, 2006. Relatório Técnico nº 84 396-205.

CUNHA, M. A. A. et al. Goma curdlana: propriedades e aplicações. **Biotecnologia Ciência e Desenvolvimento**, Brasília, v. 33, p. 55-61, 2004.

CUNHA, P. L. R.; PAULA, R. C. M.; FEITOSA, J. P. A. Polissacarídeos da biodiversidade brasileira: uma oportunidade de transformar conhecimento em valor econômico. **Química Nova**, São Paulo, v. 32, n. 3, p. 649-660, 2009.

DAK, M.; VERMA, R. C.; JAAFREY, S. N. A. Effect of temperature and concentration on rheological properties of “Kesar” mango juice. **Journal of Food Engineering**, Davis, v. 80, p. 1011-1015, 2007.

DELGOBO, C. L. et al. Gum heteropolysaccharides and free reducing mono- and oligosaccharides of *Anadenanthera colubrina*. **Phytochemistry**, New York, v. 47, p. 1207-1214, 1998.

DIAZ, P. S.; VENDRUSCOLO, C. T.; VENDRUSCOLO, J. L. S. Reologia de xantana: uma revisão sobre a influência de eletrólitos na viscosidade de soluções aquosas de gomas xantana. **Semina: ciências exatas e tecnológicas**, Londrina, v. 25, n. 1, p. 15-28, 2004.

DOETSCH, P. W.; CASSADY, J. M.; McLAUGHLIN, J. L. Cactus alkaloids. XL. Identification of mescaline and other  $\beta$ -phenethylamines in *Pereskia*, *Pereskopsis* and *Islaya* by use of fluorescamine conjugates. **Journal Chromatography**, Amsterdam, v. 189, p. 79-85, 1980.

FERREIRA, D. F. **Programa Sisvar**: sistema de análise de variância, versão 3.04. Lavras: UFLA, 2000.

FINCHER, C. B.; STONE, B. A.; CLARKE, A. E. Arabinogalactan-proteins: structure, biosynthesis and function. **Annual Review of Plant Physiology**, Palo Alto, v. 34, p. 47-70, 1983.

FREITAS, C. A. S. et al. Estabilidade do suco tropical de acerola (*Malpighia emarginata* d.c.) adoçado envasado pelos processos *hot-fill* e asséptico. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, p. 544-549, 2006.

FREITAS, F. et al. Characterization of an extracellular polysaccharide produced by a *Pseudomonas* strain grown on glycerol. **Bioresource Technology**, New York, v. 100, p. 859-865, 2009.

GIBINSKI, M. et al. Thickening of sweet and sour sauces with various polysaccharide combinations. **Journal of Food Engineering**, London, v. 75, p. 407-414, 2006.

GÓMEZ, M. et al. Functionality of different hydrocolloids on the quality and shelf-life of yellow layer cakes. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 21, n. 2, p. 167-173, 2007.

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. 124 p. Dissertação (Doutorado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2007.

HOLDSWORTH, S. D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behaviour of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, New Jersey, v. 2, n. 4, p. 393-418, 1971.

IBARZ, A.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. **Operaciones unitarias en la ingeniería de alimentos**. Pennsylvania: Technomic, 1996. p. 85-204.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico químicos para análise de alimentos**. São Paulo, 2008. 1020 p.

JOLY, A. B. **Botânica**: introdução à taxonomia vegetal. 12. ed. São Paulo: Nacional, 1998. p. 280-281.

JONES, J. K. N.; SMITH, F. Plant gums and mucilages. **Advances in Carbohydrate Chemistry & Biochemistry**. New York, v. 4, p. 243-251, 1949.

JORNAL ESTADO DE MINAS. Belo Horizonte, 28 jul. 2003. Caderno Agropecuário, p.12.

KOOCHEKI, A. et al. Optimizaton of mucilage extraction from Qodume Shirazi seed (*Alyssum Homocarpum*) using response surface methodology. **Journal of Food Process Engineering**, London, v. 33. p. 861-882, 2010.

KOOCHEKI, A. et al. Response surface methodology for optimization of extraction yield, viscosity, hue and emulsion stability of mucilage extracted from *Lepidium perfoliatum* seeds. **Food hydrocolloids**, Oxford, v. 23, p. 2369-2379, 2009.

KUMAR, A. S.; MODY, K. J. H. A. B. Review article: bacterial exopolysaccharides: a perception. **Journal of Basic Microbiology**, Wheinhein, v. 47, p. 103-107, 2007.

KUMAR, C.G. et al. Purification and characterization of an extracellular polysaccharide from haloalkalophilic *Bacillus* sp. I- 450. **Enzime and Microbial Technology**, New York, v. 34, p. 673-681, 2004.

LANIER, T. C.; LEE, C. M. **Surimi techonology**. New York: M. Dekker, 2000. 536 p.

LIVI, C. P. **Fundamentos de fenômenos de transporte**: um texto para cursos básicos. Rio de Janeiro: LCT, 2004. 224 p.

LOPES, L.; ANDRADE, C. T.; MANO, E. B. O valor das gomas para as indústrias. **Ciência Hoje**, São Paulo, v. 12, p. 65-66, 1991.

MAIA, L. H.; PORTE, A.; SOUZA, V. F. Filmes comestíveis: aspectos gerais, propriedades de barreira a umidade e oxigênio. **Boletim CEPPA**, Curitiba, v. 18, p. 105- 128, 2000.

MARCOTTE, M.; TAHERIAN, H. A. R.; RAMASWAWY, H. S. Rheological properties of selected hydrocolloids as function of concentration and temperature. **Food Research International**, Essex, v. 34, n. 8, p. 695-703, 2001.

MATOS, V. C. **Gomas endospérmicas de *Delonix regia* e *Schizolobium parahybae***. 2000. 113 p. Tese (Doutorado em Bioquímica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2000.

MAUSETH, J. D. Anatomical adaptations to xeric conditions in *Maihuenia* (Cactaceae), a relictual, leaf-bearing cactus. **Journal of Plant Research**, New York, v. 112, p. 307-315, 1999.

MCCLEMENTS, J. **Food biopolymers and colloids research laboratory**. Disponível em: <<http://www.unix.oit.umass.edu/~mcclemen/581Rheology.html>>. Acesso em: 9 jun. 2009.

MCGUIRE, R. G. Reporting of objective color measurements. **Horticultural science**, London, v. 27, n. 12, p. 1254-1255, Dec.1992.

MENESTRINA, J. M. et al. Similarity of monosaccharide, oligosaccharide and polysaccharide structures in gum exudate of *Anacardium occidentale*. **Phytochemistry**, New York, v. 47, p. 715-721, 1998.

MONEGO, M. A. **Goma da linhaça (*Linum usitatissimum* L.) para uso como hidrocolóide na indústria alimentícia**. 2009. 87 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2009.

NASSAR, J. M.; HAMIRCK, J. L.; FLEMING, T. H. Allozyme diversity and genetic structure of the leafy cactus (*Pereskia guamacho* Cactaceae). **Journal of Heredity**, Oxford, v. 9, p. 193-200, 2002.

PIERMARIA, J. A.; CANAL, M. L.; ABRAHAM, A. G. Gelling properties of kefiran, a food-grade polysaccharide obtained from kefir grain. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 22, n. 8, p. 1520-1527, 2008.

- PINTO, G. L. et al. Composition of *Pereskia guamacho* gum exudates. **Biochemical Systematics and Ecology**, Surrey, v. 22, p. 291-295, 1994.
- RAO, M. A. Rheology o liquid foods: a review. **Journal of texture Studies**, Westport, v. 8, p. 135-168, 1977.
- RAO, M. A.; KENNY, J. F. Flow properties of selected food gums. **Canadian Institute of Food Science and Technology Journal**, Ottawa, v. 8, n. 3, p. 142-148, 1975.
- RAVENTÓS, M. et al. Concentration of aqueous sugar solutions in a multi-plate cryoconcentrator. **Journal of Food Engineering**, London, v. 79, p. 577-585, 2007.
- REVISTA GLOBO RURAL. 2010. Disponível em <<http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,EMI160017-18293,00-ORAPRONOBIS.html>>. Acesso em: 10 fev. 2011.
- RODRIGUES, J. F.; PAULA, R. C. M.; COSTA, S. M. O. Métodos de isolamento de gomas naturais: comparação através da goma do cajueiro (*Anacardium occidentale*L.). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 3, n. 1, p. 31- 36, 1993.
- RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. Campinas: Casa de Pão, 2005. 326 p.
- ROSS-MURPHY, S. B. Globular protein gelatin - theory and experiment. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 15, p. 383-400, 2001.
- SAHU, N. P.; BANERJI, N.; CHAKRAVARTI, R. N. A new saponin of oleanolic acid from *Pereskia grandifolia*. **Phytochemistry**, New York, v. 13, p. 529-530, 1974.
- SALT, T. A.; TOCKER, J. E.; ADDLER, J. H. Dominance of  $\Delta^5$ -sterols in eight species of the cactaceae. **Phytochemistry**, New York, v. 26, p. 731-733, 1987.
- SARA, D.; BHATTACHARYA, S. Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. **Journal of Food Science and Techonology**, Índia, v. 47, n. 6, p. 587-597, Nov./Dec. 2010.

SAUDE, N.; JUNTER, G. A. Production and molecular weight characteristics of alginate from free and immobilized-cell cultures of *Azotobacter inelandii*. **Process Biochemistry**, Vandoeuvre-les-Nancy, v. 37, p. 895- 900, 2002.

SCHRAMM, G. **Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos**. São Paulo: Artliber, 2006.

SEPÚVELDA, E. et al. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia spp.* **Journal of Arid Environments**, Chubut, v. 68, p. 534–545, 2007.

SHARMA, S. K.; MULVANEY, S. J.; RIZVI, S. S. H. **Food processing engineering : theory and laboratory experiments**. Hoboken: Wiley-Interscience, 2000. 348 p.

SIERAKOWSKI, M. R. et al. Location of *O*-acetyl groups in the heteropolysaccharide of the cactus *Pereskia aculeata*. **Carbohydrate Research**, Amsterdam, v. 201, p. 277-284, 1990.

SINGH, R. S.; SAINI, G. K.; KENNEDY, J. F. Pullulan: microbial sources, production and applications. **Carbohydrate Polymers**, New York, v. 73, p. 515–531, 2008.

SOMBOONPANYAKUL, P. et al. Malva nut gum: extraction and physicochemical characterization. **Carbohydrate Polymers** , New York, v. 64, p. 247–253. 2006.

SOUZA, D. M.; GARCIA-CRUZ, C. H. Produção fermentativa de polissacarídeos extracelulares por bactérias. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 25, p. 331-340, 2004.

STEPHEN, A. M.; PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. **Food Polysaccharides and their applications**. 2<sup>nd</sup> ed. Boca Raton: CRC, 2006.

STREETER, V. L. **Mecânica de fluidos**. México : McGraw Hill, 1996. 594 p.

SUTHERLAND, I. W. Microbial polysaccharides from Gram-negative bacteria. **International Dairy Journal**, Oxford, v. 11, p. 663-674, 2001.

TAVARES, R. O. **Galactomanana de *Adenanthera pavonina* L. aplicação para o isolamento de lectinas galactose-específicas**. 1998. 95 f. Dissertação (Mestrado em Bioquímica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 1998.

TONELI, J. T. C. L.; MURR, F. E. X.; PARK, K. J. Estudo da reologia de polissacarídeos utilizados na indústria de alimentos. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 7, p. 181-204, 2005.

VIDAL BEZERRA, J. R. M. **Comportamento reológico da polpa de manga (*Mangifera indica* L-Keitt)**. 2000. 159 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

VRIES, J. Hydrocolloid gelling agents and their applications. **Gums and stabilizers for the food industry**, Oxford, v. 12, p. 22–30, 2004.

VRIESMANN, L. C. **Extração, caracterização e aspectos reológicos de polissacarídeos da polpa dos frutos de *Theobroma grandiflorum* (cupuaçu)**. 2008. 117 p. Dissertação (Mestrado em Bioquímica) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

WHISTLER, R. L.; BEMILLER, J. N. (Ed.). **Industrial gums: polysaccharides and their derivatives**. 3. ed. New York: Academic, 1993. 215 p.

WHISTLER, R. L.; BEMILLER, J. N. (Ed.). **Polysaccharides and their derivatives: industrial gums**. 3. ed. New York: Academic, 1993. p. 619.

WHISTLER, R. L. **The carbohydrates: chemistry and biochemistry**. London: Academic, 1970. p. 447-458.

WILLIAMS, P. A. An overview of the structure-function relationship of hydrocolloids. **Gums and stabilizers for the food industry**, Oxford, v. 13. p. 15–29, 2006.

WU, Y. et al. Fractionation and partial characterization of non-pectic polysaccharides from wellow mustard mucilage. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 23, p. 1535-1541, 2009.

WU, Y. et al. Optimization of extraction process of crude polysaccharides from boat-fruited *sterculia* seeds by response surface methodology. **Food Chemistry**, Barking, v. 105, p.1599-1605, 2007.