

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

RAIMUNDO MARCELINO DA SILVA NETO

INOVAÇÃO TECNOLÓGICA PARA O APROVEITAMENTO DO MELÃO AMARELO
COMO SUCO BASE CLARIFICADO DESAROMATIZADO E CONCENTRADO

RIO DE JANEIRO

2016

RAIMUNDO MARCELINO DA SILVA NETO

INOVAÇÃO TECNOLÓGICA PARA O APROVEITAMENTO DO MELÃO AMARELO
COMO SUCO BASE CLARIFICADO DESAROMATIZADO E CONCENTRADO

Tese de doutorado apresentada ao programa de Pós Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau em Doutor em Ciências.

Orientador:

Fernando Luiz Pellegrini Pessoa

D.Sc.

Co-orientador:

Eduardo Mach Queiroz

D.Sc.

Rio de Janeiro

2016

CIP - Catalogação na Publicação

S586i Silva Neto, Raimundo Marcelino
Inovação tecnológica para o aproveitamento do
melão amarelo como suco base clarificado
desaromatizado e concentrado / Raimundo Marcelino
Silva Neto. -- Rio de Janeiro, 2016.
198 f.

Orientador: Fernando Luiz Pellegrini Pessoa.
Coorientador: Eduardo Mach Queiroz.
Tese (doutorado) - Universidade Federal do Rio
de Janeiro, Escola de Química, Programa de Pós
Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e
Bioquímicos, 2016.

1. Melão amarelo. 2. Suco base. 3.
Microfiltração. 4. Desaromatização. 5. Concentração.
I. Pellegrini Pessoa, Fernando Luiz, orient. II.
Mach Queiroz, Eduardo, coorient. III. Título.

Elaborado pelo Sistema de Geração Automática da UFRJ com os
dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Raimundo Marcelino da Silva Neto

INOVAÇÃO TECNOLÓGICA PARA O APROVEITAMENTO DO MELÃO AMARELO
COMO SUCO BASE CLARIFICADO DESAROMATIZADO E CONCENTRADO

Tese de doutorado apresentada ao programa de Pós Graduação em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau em Doutor em Ciências.

Aprovada em 09/09/2016

Fernando Luiz Pellegrini Pessoa, D.Sc. – UFRJ

Peter Rudolf Seidl– UFRJ

M^a Antonieta Peixoto Gimenes Couto, D.Sc. - UFRJ

Jussara Lopes De Miranda, D.Sc. – UFRJ

Lourdes Maria Correia Cabral, D.SC. Embrapa/CTAA

Edwin E. Garcia Rojas, D.Sc. – UFRRJ

Dedicatória

Aos meus primeiros Mestres pelo incentivo contínuo em trilhar o caminho do aprendizado: Juarez (*in memorium*) e Neuma – meus pais.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ter sido concluído sem a ajuda de alguns colaboradores aos quais presto os meus agradecimentos:

Ao Criador pela minha saúde e proteção;

À minha família, Fabiana, Rafael e Vitória pelo amor, apoio e compreensão em todos os momentos distantes da convivência familiar;

Aos meus orientadores, Prof. Fernando Luiz Pellegrini Pessoa e Eduardo Mach Queiroz, pela amizade, por terem aceitado o desafio e pela orientação prestada durante os últimos quatro anos;

À Chefia da Embrapa Agroindústria Tropical pelo incentivo e apoio técnico na disponibilização da estrutura laboratorial da Unidade;

Ao amigo e irmão Fernando Abreu pelo incentivo, apoio moral, técnico e braçal prestado desde a concepção do projeto;

Ao amigo Men de Sá pelas diversas vezes em que me abriu os horizontes;

Ao amigo e conselheiro acadêmico Edy Brito pela orientação, discussões científicas e ensinamentos, bem como todo o apoio técnico prestado pela sua equipe durante as análises realizadas no Laboratório Multiusuário de Química e Produtos Naturais;

Agradeço igualmente ao Dominique Pallet, Manuel Dornier, Adrien Servent e Marc Lebrum, que sem o apoio desses amigos não teria sido possível a obtenção dos conhecimentos técnicos durante o estágio no CIRAD;

À todos aqueles que me incentivaram e contribuíram de alguma forma para a realização desta tese;

RESUMO

SILVA NETO, Raimundo Marcelino **Inovação tecnológica para o aproveitamento do melão amarelo como suco base clarificado desaromatizado e concentrado.** Rio de Janeiro, 2016. Tese (Doutorado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

O melão amarelo (*Cucumis melo var inodora*) é o mais produzido no Brasil, apresenta níveis de 20% de descarte por não atenderem à qualidade de exportação devido, muitas vezes, às desuniformidades físicas do fruto. Nesse contexto, o uso de bases neutras produzidas a partir de frutas de alta capacidade de produção agrícola vem ao encontro de uma necessidade global por produtos mais ricos nutricionalmente e que não façam uso de componentes que não sejam de origem frutífera, como o açúcar de cana ou de fontes amiláceas modificadas. O suco base direcionado à formulação de bebidas de frutas requer algumas características que atualmente o suco de melão ainda não apresenta, tais como, a limpidez, o aroma não acentuado e a estabilidade pós-processamento. O trabalho tem como objetivo desenvolver uma nova rota tecnológica para a utilização do melão amarelo como um suco base, clarificado, desaromatizado e concentrado, estabilizado, natural e rico em açúcares a ser utilizado como um insumo fundamental na composição de sucos, néctares e *blends*. A metodologia compreende a extração da polpa; a microfiltração tangencial antecedida do pré-tratamento enzimático com Celuclast e Pectinex Ultra-SP, utilizando um delineamento Composto Central Rotacional - DCCR; a desaromatização por adsorção em resinas XAD4 e XAD7HP do suco de melão clarificado e a concentração na faixa entre 65 e 70°Brix do suco de melão clarificado e desaromatizado. Foi obtido um rendimento de extração de polpa de 72,2% e uma densidade do fluxo médio do permeado com extração contínua do permeado de aproximadamente 85 L/h/m², alcançando um fator de redução volumétrica de 24,7. Foram identificados 28 compostos aromáticos na polpa e no suco de melão clarificado dos quais 08 são classificados na literatura como descritores do melão. A desaromatização adsorveu esses últimos compostos em um fluxo de 12 (*bed volume*) por hora. O suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado a pressão absoluta de 0,5 bar/82°C apresentou as melhores características físico-químicas. Além de ser tecnicamente viável a aplicação da rota tecnológica desenvolvida, a utilização do melão amarelo apresenta-se muito favorável a ser a primeira, dentre as frutas tropicais, a ingressar

nesse grande mercado mundial de sucos base neutra para suprir à crescente demanda do setor industrial e comercial de sucos de frutas.

Palavras-chave: Melão amarelo, Suco base, Clarificação, Desaromatização, Concentração.

ABSTRACT

SILVA NETO, Raimundo Marcelino **Technological innovation for the use of yellow melon based deflavored clarified and concentrated juice**. Rio de Janeiro, 2016. Thesis (Doctorate in Chemical and Biochemical Process Technology) - Chemical School, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

The yellow melon (*Cucumis melo var inodora*) is the most produced in Brazil, presents levels of 20% for disposal do not meet the export quality because often the physical disuniformities fruit. In this context, the use of neutral bases produced from high-capacity agricultural production fruit comes against a global need for more products rich nutritionally and do not make use of components that are not fruitful source, such as sugar cane or modified starch sources. The juice base directed to formulating fruit drinks requires some characteristics that currently melon juice has not present, such as, clarity, non-sharp flavor and post-processing stability. The work aims to develop a new technological route for the use of yellow melon as a base juice, clarified, deflavored and concentrated, stabilized, natural, rich in sugars to be used as a key input the composition of juices, nectars and blends. The method comprises the extraction of the pulp; tangential microfiltration preceded by enzymatic pretreatment Celuclast Pectinex Ultra SP and using a Central Composite Design Rotational - CCRD; the dearomatization of adsorption resin XAD4 and XAD7HP clarified melon juice and concentration in the range between 65 and 70° Brix deflavored clarified and melon juice. Yield 72.2% pulp extraction medium and a density flow of permeate with continuous extraction of permeate was obtained of approximately 85 L/h/m², achieving a volume reduction factor of 24.7. They identified 28 aromatic compounds in the pulp and clarified melon juice of which 08 are classified in the literature as melon descriptors. The latter compounds adsorbed dearomatization in a flow of 12 bed volumes per hour. The melon juice clarified deflavored and concentrate the absolute pressure of 0.5 bar/82°C presented the best physical and chemical characteristics. In addition to being technically feasible the application of the developed technological route, the use of yellow melon appears very favorable to be the first among the tropical fruits, to join in this great world juice market neutral basis to meet the growing demand of the industrial sector and commercial fruit juices.

Keywords: Yellow melon, Base juice, Microfiltration, Dearomatization, Concentration.

LISTA DE SIGLAS

Abreviações

ANOVA: análise de variância
BV: *bed Volume*
CG-EM: cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa
DCCR: delineamento composto central rotacional -
FRV: fator de redução volumétrica
HFS: *high fructose syrup*
CLAE: cromatografia líquida de alta eficiência
IK: índice de Kovats
MFT: microfiltração tangencial
NTU: unidade de turbidez nefelométrica.
PG: poligalacturonase
PIC: processamento industrial convencional
PIE: processamento integral com pré-tratamento enzimático
PIP: processamento integral da polpa
PM: polpa de melão
PME: pectinametilesterase
PSM: processo de separação por membranas
PVDF: fluoreto dipolivinilidene
MSR: metodologia de superfície de resposta
SMCC: suco de melão clarificado e concentrado
SMCD: suco de melão clarificado e desaromatizado
SMCDC: suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado
MEFS: micro-extração em fase sólida
SST: sólidos solúveis totais
UFC: unidades formadoras de colônias

Siglas

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária
APEXBRASIL - Agência Brasileira de Promoção de Exportações e Investimentos
CEAGESP - Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo
CEASA – Ce – Central de Abastecimento do Ceará S/A
CIRAD - Centro de Cooperação Internacional de Pesquisa Agrônômica para o Desenvolvimento
EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
FAO – Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação
FDA - *Food and Drug Administration*
IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
NIST - *National Institute of Standards and Technology*
SENAR – Serviço Nacional de Aprendizagem Rural

Símbolos

Aw: atividade de água
J: densidade do fluxo de permeado (L/h/m²)
Ptm: pressão transmembranar (bar)
R²: coeficiente de determinação

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diferenças entre a filtração convencional e a tangencial. (R_t) representa a resistência da torta formada na membrana pelos solutos impermeáveis; (R_m) indica a resistência da membrana e (J) relaciona-se ao fluxo do permeado (CHERYAN, 1998).	53
Figura 2. Representação esquemática da prensa helicoidal INCOMAP 300 utilizada na 1 ^o Etapa experimental (ABREU, 2012), traduzido pelo autor.	84
Figura 3. Representação esquemática do piloto de laboratório de microfiltração tangencial utilizado na 2 ^o Etapa experimental (ABREU, 2012), traduzido pelo autor.	86

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Características dos tipos comerciais de melões (SENAR, 2007; CEAGESP, 2014), adaptado pelo autor.	39
Quadro 2. Produção brasileira de melão (DOS SANTOS et al., 2013).....	44
Quadro3. Mapa dos países produtores de melão (FAO, 2013).	45
Quadro 4. Exemplos de aplicação dos PSM (HABERT et al., 2006).....	48
Quadro 5. Características gerais dos processos de separação por membranas (ABREU, 2012), adaptado pelo autor.....	49
Quadro 6. Comparação das propriedades das membranas orgânicas e inorgânicas (CARDOT, 2002).....	50
Quadro 7. Exemplos de aplicação da MFT no segmento agroindustrial de sucos de frutas	61
Quadro 8. Comparação da eficiência energética de diferentes técnicas de evaporação (THIJSSSEN, 1970).....	71
Quadro 9. Açúcares majoritários em sucos de frutos expressos em g/L (HAMMOND, 1996).	75
Quadro 10. Principais características dos açúcares utilizados como ingredientes nas formulações nas indústrias de alimentos (ESTELLER et al., 2004).	76
Quadro 11. Valores utilizados nos níveisno DCCR para avaliação da influência dos parâmetros do pré-tratamento enzimático na densidade do fluxo do permeado.....	104

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Exemplo das medições das densidades dos fluxos dos permeados realizadas nos ensaios do planejamento experimental.	109
Tabela 2. Resultados do planejamento experimental obtidos da microfiltração tangencial da polpa do melão.	110
Tabela 3. ANOVA para as respostas das densidades dos fluxos médios dos permeado obtidos nos ensaios do planejamento experimental.	112
Tabela 4. Análises dos efeitos para a resposta da densidade do fluxo médio do permeado.	112
Tabela 5. Densidades dos fluxos médios dos permeados obtidos nos ensaios do ponto central (Pc) 05 e dos extras planejamento (Ep) 00 e (Ep) 18.	114
Tabela 6. ANOVA para as respostas das densidades dos fluxos médios dos permeados obtidos nos ensaios do ponto central (Pc) 05 e dos extras planejamento (Ep) 00 e (Ep) 18.	114
Tabela 7. Teste de Tukey dos ensaios (Pc)5, (Ep)18 e (Ep)00 da microfiltração tangencial da polpa do melão.	115
Tabela 8. ANOVA para a resposta turbidez da polpa melão após o tratamento enzimático.	115
Tabela 9. Dados da relação entre as variáveis dependentes e independente dos ensaios realizados no ponto central e nos extremos.	116
Tabela 10. Compostos aromáticos orgânicos do melão detectados por micro extração em fase sólida (MEFS) e cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa (CG-EM).	127
Tabela 11. Propriedades dos compostos aromáticos orgânicos descritores de melão e identificados no suco de melão clarificado.	133
Tabela 12. Principais características físico-químicas do suco de melão clarificado e do suco do melão clarificado e concentrado em diferentes condições operacionais (em parênteses o desvio padrão das triplicatas).	136
Tabela 13. Compostos aromáticos orgânicos do melão detectados por micro extração em fase sólida (MEFS) e cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa (CG-EM).	138
Tabela 14. Perfil aromático dos produtos e co-produtos obtidos durante o processamento do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado.	145

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Valores do peso médio obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	40
Gráfico 2. Valores do pH obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	41
Gráfico 3. Valores dos sólidos solúveis (°Brix) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	41
Gráfico 4. Valores da acidez titulável (%) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	42
Gráfico 5. Valores da relação SS/AT obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	42
Gráfico 6. Valores dos açúcares solúveis totais (%) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	43
Gráfico 7. Valores dos açúcares redutores (%) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.	43
Gráfico 8. Participação dos continentes na produção de melão (FAO, 2013).	46
Gráfico 9. Variação esquemática na densidade do fluxo do permeado com o tempo de operação ocasionada por polarização de concentração e incrustação (HABERT <i>et al.</i> , 2006).	56
Gráfico 10. Curva da densidade do fluxo médio do permeado dos ensaios realizados no ponto central(Pc)05, nos extremos(Ep)18 e (Ep)00, e suas respectivas turbidez (NTU).	118
Gráfico 11. Impacto da pressão transmembranar (P _{tm}) sobre a densidade do fluxo do permeado nos ensaios : (Ep) – Extra planejamento; (Pc) - Ponto central.	119
Gráfico 12. Evolução da densidade do fluxo do permeado (J) nas fases do modo de concentração da polpa de melão sem tratamento enzimático (EP)00.	120
Gráfico 13. Evolução do fluxo do permeado (J) nas fases do modo de concentração da polpa de melão com tratamento enzimático (Pc)05.	123
Gráfico 14. Relação entre fluxo de permeado e a pressão de operação para determinação da pressão crítica no processo de microfiltração da polpa do melão com tratamento enzimático, durante o FRV (Pc) 05.	124

Gráfico 15. Variação da densidade do fluxo médio do permeado e da FRV na condução do experimento no modo com concentração. (Ep) - Extra planejamento; (Pc) - Ponto central. 125

LISTA DE FOTOS

Foto 1. Reator enzimático.....	85
Foto 2. Operações e produtos obtidos no Processamento Integral da Polpa (PIP): Prensagem (A), Despoldamento (B) e o produto obtido do triturador que é misturado com a polpa (C).....	91
Foto 3. Modo de condução do experimento sem concentração.	94
Foto 4. Coluna de desaromatização.	99
Foto 5. Concentrador à <i>buller</i> Auriol.	100
Foto 6. Imagens das operações unitárias realizadas no Processo 3 (Processamento Integral da Polpa - PIP): Lavagem e sanitização da matéria-prima (A). Corte dos melões, retidada das sementes e descascamento das fatias (B, C, D). Prensagem (E). Despoldamento (F). Detalhe da extração da polpa (G). Polpa obtida da trituração do resíduo da despoldadeira (H). Polpa de melão envasada em embalagens de polietileno destinada à microfiltração e em vidros para análises, antes do congelamento (I).	106
Foto 7. Imagens das operações unitárias realizadas na microfiltração tangencial da polpa do melão: Pré-tratamento enzimático (A). Microfiltração no modo de condução sem concentração (B). Suco de melão clarificado envasado em embalagens PET e em laminado flexível (C) e (D).....	107
Foto 8. Suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado.....	143

LISTA DE DIAGRAMAS

Diagrama 1. Processamento do melão cantaloupe.....	59
Diagrama 2. Etapas do experimento para a obtenção do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado (CDC).....	88
Diagrama 3. Etapas do Processamento Industrial Convencional da polpa do melão congelada (PIC).	89
Diagrama 4. Etapas do Processamento Integral com Pré-tratamento Enzimático (PIE).	90
Diagrama 5. Etapas do Processamento Integral da Polpa (PIP).....	91
Diagrama 6. Etapas do Processamento Integral da Polpa (PIP).....	105

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	31
2	REVISAO DE LITERATURA	37
2.1	O Melão (<i>Cucumis melo</i> L.)	37
2.1.1	<i>Características físicas e físico-químicas</i>	39
2.1.2	<i>O agronegócio do melão</i>	44
2.2	Processos de Separação por Membranas (PSM)	47
2.2.1	<i>Classificação das membranas</i>	49
2.2.2	<i>Microfiltração tangencial</i>	52
2.2.3	<i>Parâmetros de controle e desempenho de processo de separação por membranas</i>	53
2.2.4	<i>Fenômenos que influenciam o fluxo de permeado</i>	54
2.2.5	<i>Polarização de concentração, incrustações e limpeza das membranas</i>	55
2.3	Clarificação de Sucos de Frutas por Microfiltração Tangencial (MFT) .	58
2.4	Pré-tratamento Enzimático	65
2.5	Desaromatização por Adsorção em Resinas	67
2.6	Tecnologias para a Concentração de Sucos Tropicais.	70
2.7	Principais Fontes dos Açúcares Utilizados nas Indústrias de Alimentos	72
2.7.1	<i>Cana-de-açúcar</i>	72
2.7.2	<i>Beterraba</i>	73
2.7.3	<i>Milho – High Fructose Syrup (HFS)</i>	73
2.7.4	<i>Açúcar invertido</i>	74
2.7.5	<i>Bagaço de maçã</i>	75
2.7.6	<i>Padrão de Identidade e Qualidade dos Adoçantes</i>	76
2.8	Alternativas Para o Aproveitamento dos Resíduos Obtidos no Processamento do Melão (<i>Cucumis melo</i> L.)	77

2.8.1	<i>Aproveitamento do produto ou sub-produto obtido na microfiltração do suco do melão</i>	80
2.9	Considerações Finais da Revisão	81
3	MATERIAL E MÉTODOS	83
3.1	Matéria-prima	83
3.2	Equipamentos	83
3.2.1	<i>Prensa expeller</i>	83
3.2.2	<i>Despolpadeira</i>	84
3.2.3	<i>Triturador</i>	84
3.2.4	<i>Reator enzimático</i>	84
3.2.5	<i>Piloto de microfiltração tangencial</i>	85
3.2.6	<i>Coluna de desaromatização experimental</i>	86
3.2.7	<i>Evaporador</i>	87
3.3	Metodologia Experimental	87
3.3.1	<i>Processamento da polpa do melão congelada (1º Etapa)</i>	88
3.3.2	<i>Microfiltração tangencial da polpa do melão (2º Etapa)</i>	91
3.3.3	<i>Desaromatização do suco de melão clarificado (3º Etapa)</i>	97
3.3.4	<i>Concentração do suco de melão clarificado e do suco de melão clarificado e desaromatizado (4º Etapa)</i>	100
3.4	Métodos Analíticos	101
3.4.1	<i>Análises Físico-Químicas</i>	101
3.5	Análise Estatística	104
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	105
4.1	1º Etapa: Processamento da Polpa do Melão Congelada	105
4.2	2º Etapa: Microfiltração tangencial da polpa do melão para obtenção do suco do melão clarificado	108
4.2.1	<i>Condução do experimento no modo sem concentração</i>	108
4.2.2	<i>Condução do experimento no modo com concentração</i>	119

4.3	3º Etapa: Desaromatização do Suco de Melão Clarificado por Adsorção em Resinas.....	126
4.3.1	<i>Identificação dos compostos aromáticos</i>	126
4.3.2	<i>Desaromatização do suco de melão clarificado</i>	131
4.4	4º Etapa: Concentração do Suco do Melão Clarificado e Desaromatizado.....	135
4.4.1	<i>Suco de melão clarificado e concentrado</i>	135
4.4.2	<i>Suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado.....</i>	143
5	CONCLUSÕES.....	151
5.1	Considerações Finais	154
	REFERÊNCIAS.....	157
	ANEXOS.....	171

Capítulo 1
INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

O Brasil está em um local privilegiado no grande mapa global da fruticultura, sendo o terceiro maior produtor de frutas frescas perdendo para a China e a Índia, países que se encontram em primeiro e segundo lugar, respectivamente. A cadeia produtiva das frutas em 2015 novamente se destacou como sendo um dos maiores segmentos econômicos do agronegócio brasileiro, com a produção estimada de 40,6 milhões de toneladas de frutas apuradas pelo o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística, IBGE (LSPA, 2016), que correspondem ao volume produzido pelas 20 principais espécies plantadas. A laranja e a banana compõem mais de 60% do volume nacional das frutas produzidas e ocupam respectivamente o 1º e 2º lugar enquanto que o melão se posiciona no 13º lugar do *ranking* das principais espécies.

O agronegócio do melão no Brasil vem crescendo significativamente desde o final de 1980. Nesse período a atividade teve uma expansão de nove vezes, o que resultou em uma produção de aproximadamente 500 mil toneladas por ano e quase toda oriunda do Nordeste brasileiro (DE SOUSA NUNES et al., 2011). Em 2013, segundo o IBGE, o País produziu 575.386 toneladas de melão, com uma área cultivada estimada em 22.810 hectares e com um consumo interno de cerca de 350 mil toneladas. O Rio Grande do Norte e o Ceará se destacaram nesse cenário, onde a quantidade produzida em 2013 representou 45% e 38% respectivamente, da produção nacional, seguido pela Bahia, Rio Grande do Sul, Pernambuco e Piauí (CIDADES, 2014).

O Brasil vem aumentando suas áreas cultivadas, elevando sua produtividade, incrementado o volume de produção e colhendo com mais qualidade. Entretanto seus níveis de exportação ainda são muito baixos. Com a quantidade hoje exportada, o Brasil se encontra em 15º no *ranking* dos exportadores mundiais de frutas. Do total produzido, 53% são consumidos *in natura* e 47% são processados. Dos 53% das frutas frescas produzidas apenas 2% são exportados e do total processado 29% são exportados (CARVALHO; MIRANDA, 2009).

Os sucos, néctares e as bebidas não carbonatadas são as três categorias de bebidas consumidas no mundo e respondem por quase a metade do mercado das bebidas

32 Introdução

não alcoólicas, ou seja, os refrigerantes e águas. Elas têm em comum em suas composições, em níveis diferentes, o extrato da fruta, vegetal ou erva. A tecnologia de processamento dos sucos, néctares e das bebidas não carbonatadas produzidas com a matéria-prima oriunda da fruticultura tropical, utilizam como insumo um suco base em sua formulação, a fim de atender os mercados mais exigentes como o europeu e norte-americano. Atualmente a maçã é muito utilizada na produção desse insumo que é bastante procurado em todo o mundo como fonte de um açúcar natural das frutas.

Segundo EMBRAPA (2008), as tecnologias voltadas para a agregação de valor e diversificação de produtos entre outras, influenciarão o desenvolvimento da agricultura brasileira até 2023. Considerando essa afirmativa, faz-se necessário ampliar e reforçar as estratégias das inúmeras possibilidades da exploração da matéria-prima oriunda da fruticultura tropical, por meio da pesquisa, desenvolvimento e inovação de processos e produtos derivados.

O uso de sucos clarificados como uma base neutra para a formulação de *blends* com frutas exóticas vem ganhando força no mercado internacional de bebidas prontas para o consumo. Nessas bebidas são adicionadas uma base de sabor e aroma neutro com a finalidade de suprir uma demanda de bebidas mais saudáveis e de maior valor nutricional, frente aos denominados néctares de frutas. Estes produtos nada mais são do que uma diluição de sucos de frutas em água, complementado com as características de acidez, pH e teor de sólidos solúveis, obtendo dessa forma, bebidas com valores nutricionais comprometidos pelos altos níveis de diluição, sendo assim, são regulamentadas e comercializadas.

A tecnologia utilizada para a elaboração das chamadas bases neutras a partir de sucos de grande capacidade de produção agrícola surgiu da necessidade do mercado de bebidas de frutas por produtos mais saudáveis. Os nutrientes presentes na composição nutricional do suco responsável pelas características desejáveis de sabor aroma e a base rica em açúcares, além de vitaminas hidrossolúveis e minerais, neste caso se complementam, sem a necessidade de uso de açúcares de outras fontes. Assim, o produto final é classificado como um *blend* de sucos naturais e não uma diluição, como é o caso dos néctares comerciais.

Existem atualmente barreiras comerciais internacionais, tais como às existentes na Comunidade Europeia, que tratam do consumo e comercialização de sucos e néctares. Essas barreiras tratam dos níveis de taxaço de impostos, com altas incidências de sobretaxas e impostos sobre os néctares que variam de 17 a 23%, enquanto que para sucos mistos ou integrais as taxaçoes não passam de 3 a 4%.

Dessa forma, o uso de bases neutras a partir de frutas de alta capacidade de produço agrícola como a maçã, pera e a que aqui está sendo proposta a partir do melão amarelo, vem ao encontro a uma necessidade global por produtos mais nutritivos e que não façam uso de componentes que não sejam de origem frutífera, como o açúcar de cana ou de fontes amiláceas modificadas.

O suco de melão apresenta-se atualmente como um alternativo potencial para o suprimento do suco base direcionado à formulaço de bebidas de frutas, suprindo um mercado em plena expansço. Este tipo de mercado requer algumas características que atualmente o suco de melão ainda não apresenta, tais como, a limpidez, o aroma não acentuado da fruta e a estabilidade pós-processamento.

A fim de atender esse mercado é fundamental estabelecer um processo que associe as operaçoes unitárias de extraço da polpa, clarificaço por meio do pré-tratamento enzimático acoplado à microfiltraço tangencial, desaromatizaço e concentraço do suco de melão clarificado e desaromatizado para a obtenço do suco base de melão natural e rico em açúcares vitaminas e minerais.

Este processo será capaz de separar da polpa extraída do melão os sólidos insolúveis em suspensço dos outros componentes presentes na polpa, obtendo um suco clarificado límpido, conservando as características nutricionais e os aromas presentes na matéria prima; adsorver os compostos aromáticos do suco de melão clarificado utilizando resinas poliméricas de grau alimentício, necessária para impedir que esses compostos presentes na base interfira nos aromas dos sucos, néctares e outras bebidas, e por fim, concentrando entre 65° - 70° Brix o suco clarificado e desaromatizado por meio da evaporaço térmica, possibilitando a sua estabilidade e reduzindo o custo de transporte.

34 Introdução

O melão da variedade comercial amarelo foi utilizado neste estudo por ser o mais produzido no Brasil, pertencer à variedade *inodoro* e por apresentar níveis de 20% de descarte por não atender à qualidade de exportação devido, muitas vezes, às desuniformidades físicas do fruto, ou seja, frutos maiores ou menores daqueles exigidos pelos importadores.

O presente estudo tem como objetivo geral desenvolver uma nova rota tecnológica para a utilização do melão amarelo (*Cucumis melo var inodoro*) como um suco base, clarificado, desaromatizado e concentrado, rico em açúcares naturais, a ser utilizado como um insumo fundamental na composição de sucos, néctares e *blends*.

Os objetivos específicos contemplam: a) Definir as melhores condições operacionais de extração da polpa do melão que possibilite um alto rendimento de polpa e de densidade de fluxo do permeado (suco clarificado), durante a microfiltração tangencial da polpa; b) Avaliar e definir os parâmetros de concentrações de enzimas e o tempo de pré-tratamento enzimático da polpa do melão que confira a maior densidade de fluxo do permeado; c) Identificar as principais características físico-químicas e o perfil aromático da polpa, suco clarificado, suco clarificado e desaromatizado e do suco clarificado desaromatizado e concentrado de melão; d) Avaliar a eficiência de duas resinas poliméricas na captura dos compostos aromáticos durante a desaromatização do suco de melão clarificado e definir os parâmetros operacionais; e) Avaliar o impacto das condições operacionais da concentração do suco de melão clarificado e desaromatizado realizado à pressão atmosférica e à vácuo, nas características físico-químicas e no perfil aromático do suco base clarificado, desaromatizado e concentrado entre a faixa de 65 - 70° Brix.

O primeiro capítulo deste trabalho se encerra com esta introdução, em seguida o segundo capítulo reagrupa os dados bibliográficos sobre a matéria-prima e sua importância sócio-econômica para o Brasil e para os países produtores de melão. Uma parte mais técnica desta revisão aborda os processos de separação por membranas, a aplicação do pré-tratamento enzimático e da microfiltração tangencial na clarificação de sucos de frutas, a desaromatização por adsorção em resinas e as tecnologias existentes para a concentração de sucos tropicais. São igualmente abordadas as principais fontes de açúcares utilizados nas indústrias de alimentos bem

como as alternativas existentes para o aproveitamento dos resíduos obtidos no processamento do melão, finalizando com as considerações finais da revisão bibliográfica. O terceiro capítulo apresenta as instalações, a matéria-prima e os equipamentos utilizados no processamento, a descrição da metodologia experimental e os métodos analíticos e estatísticos utilizados. Os resultados obtidos acompanhados com suas devidas discussões são apresentados no capítulo quarto e finalizando o trabalho, o capítulo cinco apresenta as conclusões.

Capítulo 2

REVISÃO DA LITERATURA

2 REVISAO DE LITERATURA

Este capítulo inicia-se com a apresentação de dados referentes às características da matéria-prima e a sua importância sócio-econômica no Brasil. Em seguida são abordados os processos de separação por membranas e as operações que envolvem a clarificação, desaromatização e a concentração de sucos tropicais. Finalizando este capítulo são apresentadas as revisões referentes às principais fontes de açúcares utilizados nas indústrias de alimentos e um levantamento das alternativas existentes para o aproveitamento dos resíduos obtidos durante o processamento do melão.

2.1 O Melão (*Cucumis melo* L.)

A introdução dos melões na Ásia e no Oriente Médio ocorreu por volta de 2000 a 1500 a.C., e sua exploração resultou na formação de vários centros de origem secundários, como a Índia, Irã, Turquia, China e as repúblicas asiáticas (KARCHI, 2000).

Documentos que datam do século IX sugerem a presença do *Cucumis melo* na Ásia Central, onde a mais antiga descrição é encontrada na metade do século X em relatos de viagem naquela região. No final daquele século uma antiga cópia de um documento sobre ervas encontrada em Khorasan, atual Afeganistão na Ásia Central, indicava que frutos como melões maduros e redondos eram familiares na região. A Ásia Central, especificamente Khorasan e a Pérsia, atual Irã, é susceptível de ser o berço de onde melões doces surgiram (JANICK; PARIS; PARRISH, 2007).

O melão é membro da tribo Melotricae, subtribo Curcumerinae, família Cucurbitaceae, gênero *Cucumis* e espécie *Cucumis melo*, a qual compreende duas subespécies: *C. melo* ssp *melo*, com ovário piloso, e *C. melo* ssp *agrestis*, com ovário ceroso (JEFFREY, 1980). A classificação mais utilizada na literatura atual divide a espécie *Cucumis melo* em seis variedades ou grupos botânicos: *cantaloupensis*, *inodoros*, *conomon*, *dudaim*, *flexuosus* e *mormodica* (ROBINSON; DECKER-WALTERS, 1997).

Conforme Bergh *et al.*, (2012), o agrupamento dos melões cultivados em uma classificação denominada “tipo”, facilita a sua comercialização. Esta classificação define um grupo de cultivares com características semelhantes, facilmente identificadas e diferenciadas das demais por meio dos aspectos físicos que os frutos

apresentam, tais como: características de casca, cor, presença ou ausência de suturas quando maduros, cicatrizes, reticulado ou rendilhado, formato do fruto e a cor da polpa.

Segundo Aragão (2010), especificamente para o mercado brasileiro, esta classificação comercial denominada por “tipo” compreende principalmente as seis variedades abaixo:

1. Melão Amarelo: Inodoro, introduzido da Espanha e por isso também conhecido como Melão Amarelo Espanhol ou Melão Amarelo Valenciano.
2. Melão Pele de Sapo: Inodoro, fruto de tamanho grande com polpa verde e consistência firme.
3. Melão Honey Dew: Inodoro, compreende tres tipos, Honey Dew Yellow, White e Green, correspondendo a coloração das suas polpas amarela, branca e verde.
4. Melão Cantaloupe: Aromático, origem americana, sendo os mais produzidos no mundo.
5. Melão Gália: Aromático, origem israelense e com peso médio variando de 0,7 a 1,3 kg.
6. Melão Charentais: Aromático, origem francesa. Esses três últimos tipos fazem parte da variedade botânica *cantalupensis*.

Outras características dos tipos comerciais de melões estão descritas no (Quadro 1).

O melão do tipo Amarelo ainda é o preferido no Brasil, totalizando mais de 70% da área plantada. Esse tipo de melão pertence à variedade botânica *Inodorus* Naud., tendo como principais características a ausência de aroma, casca espessa e firme, conferindo aos frutos considerável resistência à pressão e à perda de água, aumentando sua conservação pós-colheita (MOTA et al., 2002; TOMAZ et al., 2009).

O melão Amarelo é a principal variedade cultivada pelos pequenos produtores do Agropolo Mossoró-Assú, no Rio Grande do Norte, que não têm condições de adotar uma estrutura de cadeia de frio para armazenar a produção. Assim, eles são obrigados a armazenar seus frutos em condições ambientes por períodos relativamente prolongados até a comercialização. Esta variedade atende às condições desses produtores, pois a vida útil pós-colheita à temperatura ambiente ultrapassa quinze dias de armazenamento (MENDONÇA et al., 2004; SOUZA; MENEZES; ALVES, 1994).

Tipos	Nomes comuns	Textura da casca	Cor da casca	Cor da polpa e °Brix	Formato
 <p>Amarelo</p>	Amarelo, Espanhol amarelo, Melão comum	De pouco rugosa a rugosa	Amarelada, variando do amarelo esverdeado ao amarelo intenso	De branca esverdeada a creme (10 a 12 °B)	Entre oval a elíptica
 <p>Pele de Sapo</p>	Espanhol, Espanhol verde, Melão sapo	Levemente rugosa podendo ser escriturada	Verdes com manchas escuras tendendo ao amarelado	Esverdeada (11°B)	Elíptica
 <p>Honey Dew</p>	Pingo de mel, Orange, Orange verde	Lisa	Amarela, Branca a branca amarelada	Branca, Alaranjada, Verde (10 a 13°B)	Esférica
 <p>Cantaloupe</p>	Cantaloupe	Intensamente reticulada	Verde claro acinzentado	Salmão (10°B)	Esférica
 <p>Gália</p>	Gália	Entre escriturada e finamente reticulada	Entre o amarelo acinzentado e o alaranjado	De branca esverdeada a branca rosada (12 a 14°B)	Esférica
 <p>Charentais</p>	Melão Francês, Melão costilhado	Intensamente reticulada	Verde clara	Salmão (13°B)	Esférica

Quadro 1. Características dos tipos comerciais de melões (SENAR, 2007; CEAGESP, 2014), adaptado pelo autor.

2.1.1 Características físicas e físico-químicas

O melão é um fruto constituído de 90% de água, rico em vitaminas A, B, B2, B5 e C, com um valor energético de 20 a 62 kcal/100 g de polpa. Contêm minerais como potássio, sódio e fósforo, propriedades antioxidantes além de pequenas quantidades de ácidos cítricos e málico. Seu principal açúcar é a sacarose, mas também contém frutose, glicose e rafinose em menores quantidades. A caracterização do sabor do melão é mensurada pelo conteúdo de sólidos solúveis, pois devido à variação nos níveis de acidez ter pouco significado em função da sua baixa concentração, a intervenção da acidez no sabor não é muito representativa. Portanto, seu sabor é uma combinação de açúcares com inúmeros compostos aromáticos, como álcoois, ésteres e cetonas (PADUAN; CAMPOS; CLEMENTE, 2007; DE ALMEIDA MELO et al., 2008).

O grau de aceitação do consumidor por um fruto é influenciado pela sua qualidade pós-colheita. Esta é definida como um conjunto de características que permitem diferenciar um produto de outro. Dentre estes componentes devem ser considerados

40 Revisão da Literatura

uma série de fatores, alguns dos quais são subjetivos, ou seja, são percebidos e não podem ser medidos (sabor, aroma, etc.) e outros, porém, são mensuráveis e, portanto, objetivos (teor de açúcar, acidez, concentração de polifenóis, antioxidantes, vitaminas, e outros) (CHITARRA; CHITARRA, 1990).

Os (Gráficos 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7) apresentam os valores médios das principais características física e físico-químicas para os diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões produzidos na safra de 2009/2010 nos estados do Ceará e Rio Grande do Norte.

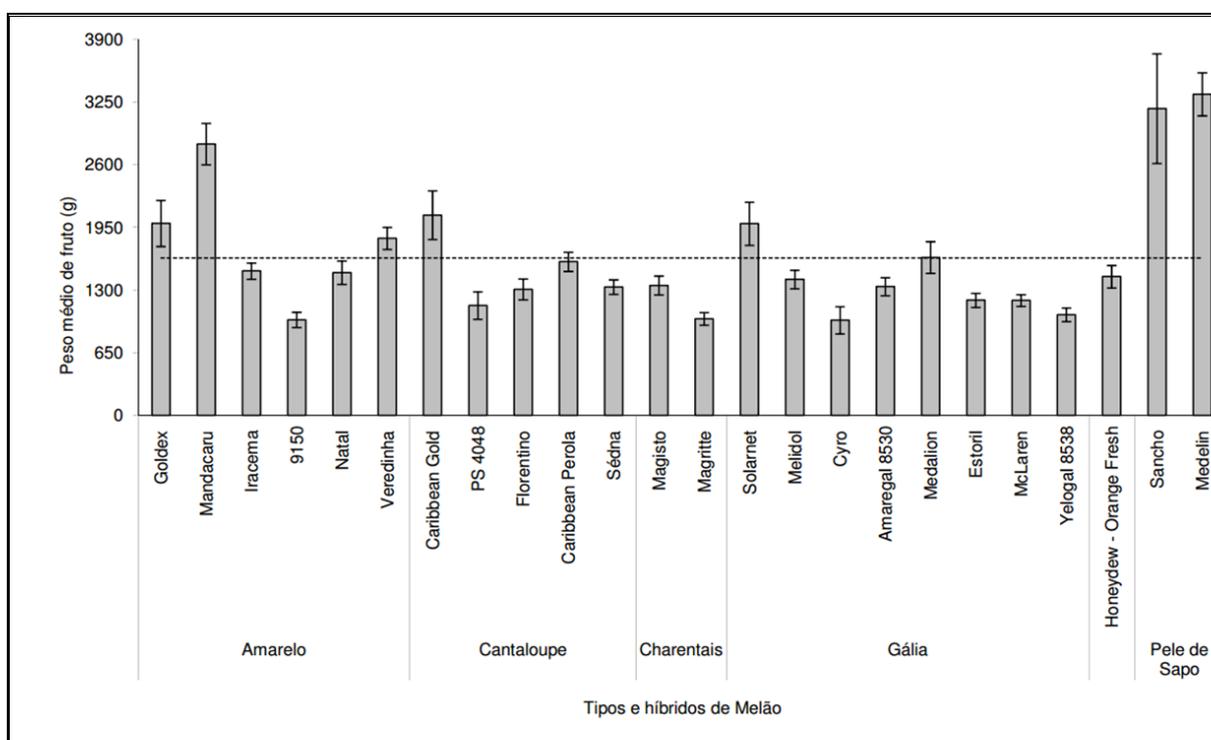


Gráfico 1. Valores do peso médio obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

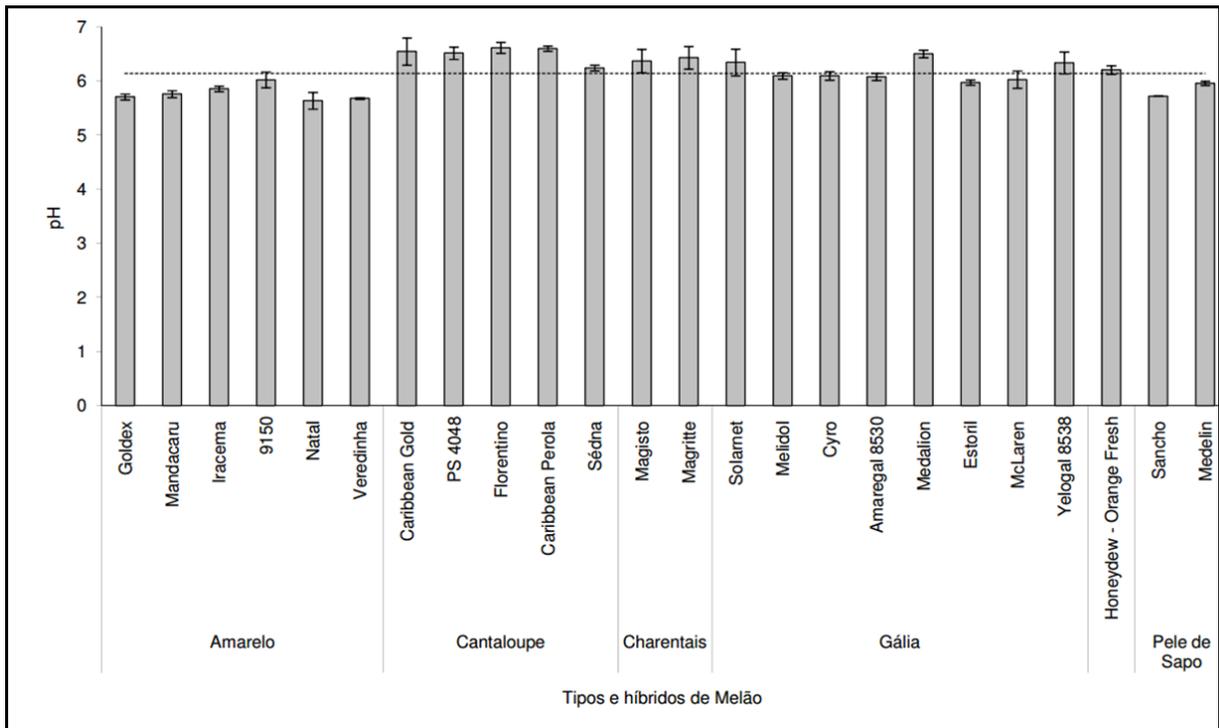


Gráfico 2. Valores do pH obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

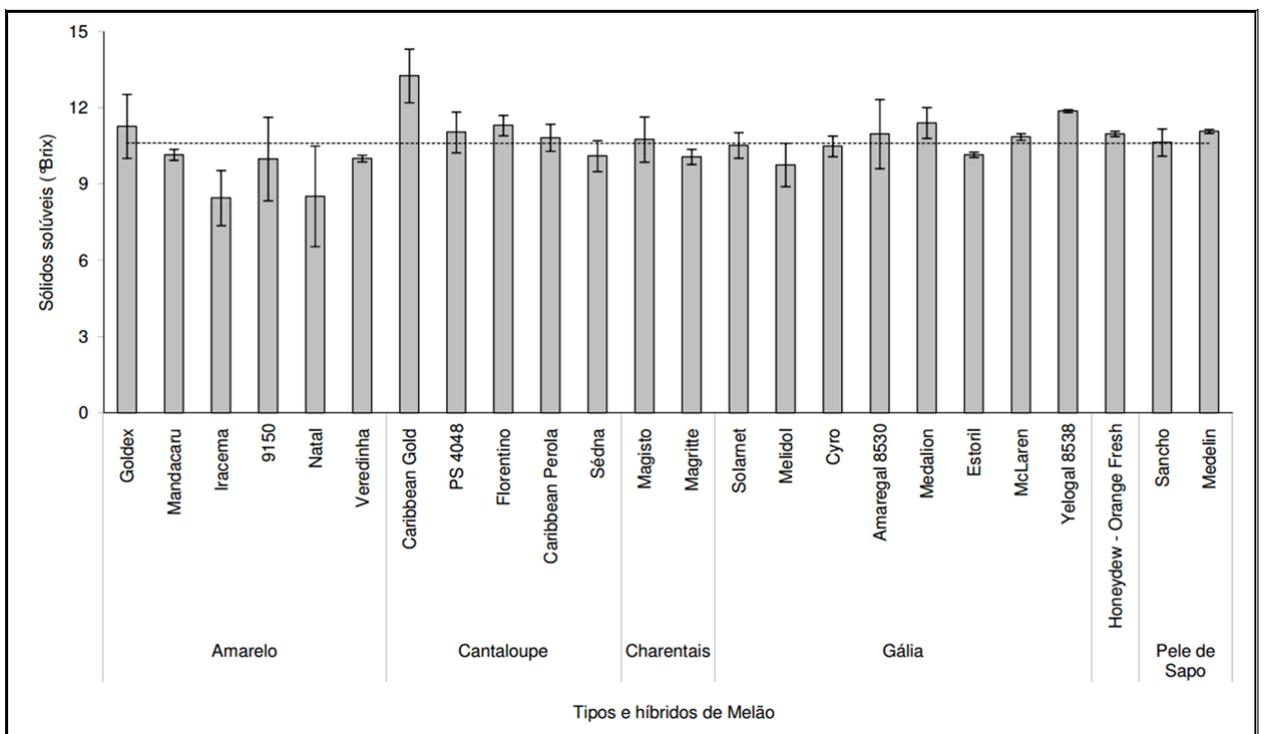


Gráfico 3. Valores dos sólidos solúveis (°Brix) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

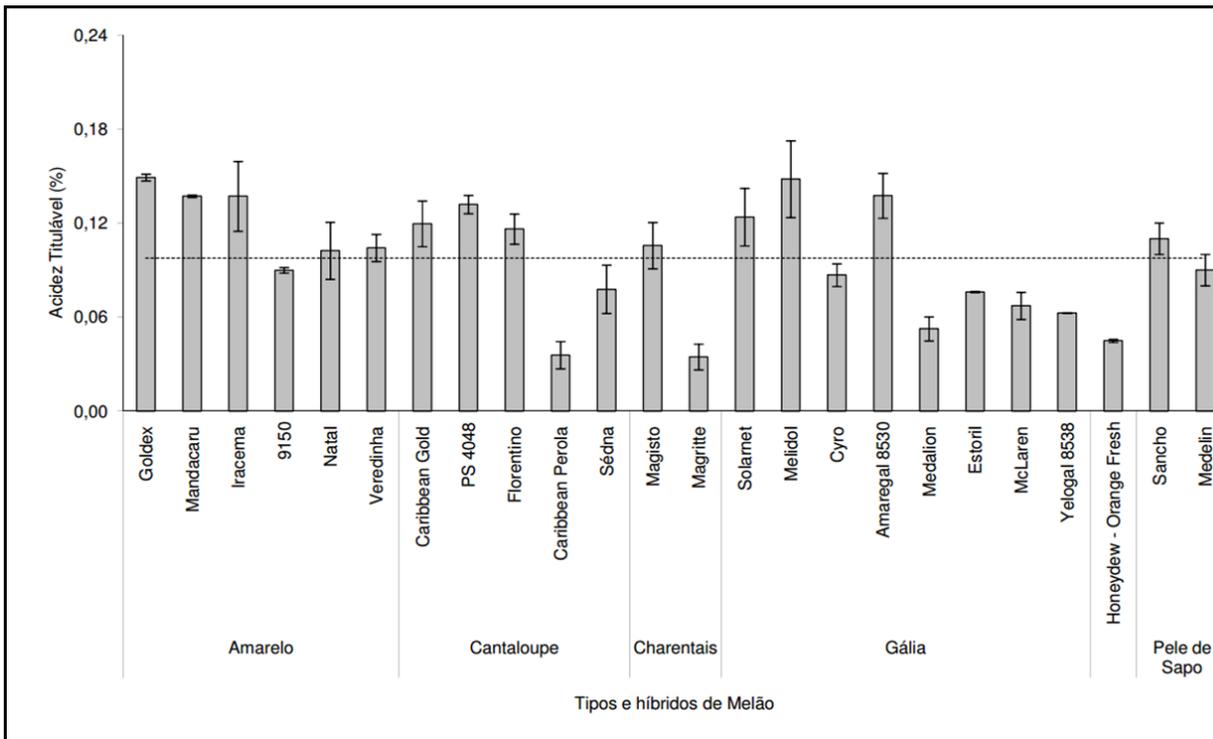


Gráfico 4. Valores da acidez titulável (%) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

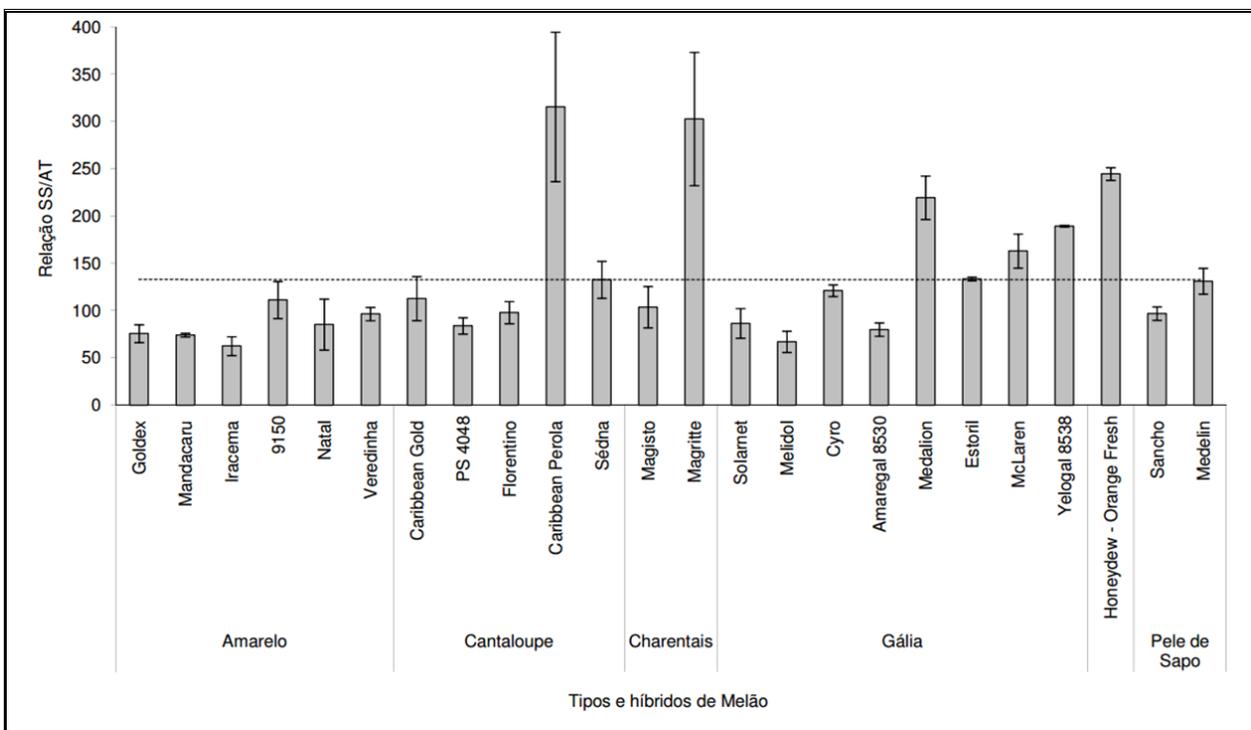


Gráfico 5. Valores da relação SS/AT obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

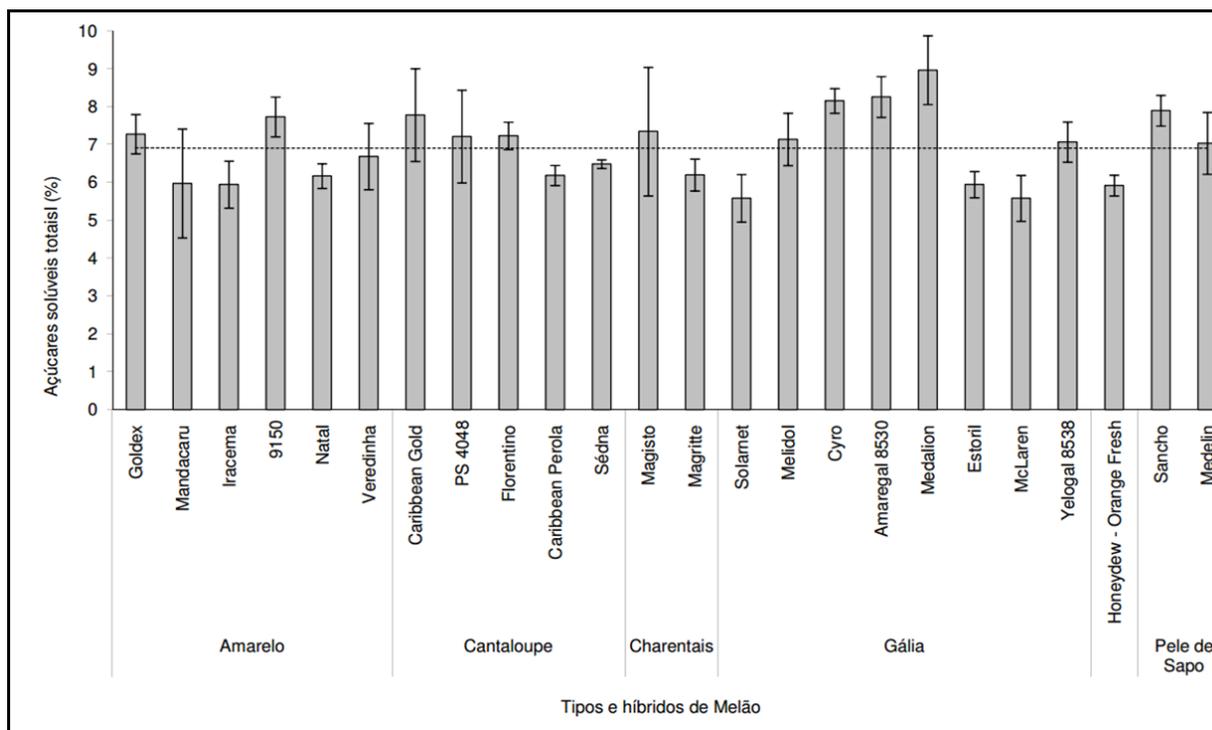


Gráfico 6. Valores dos açúcares solúveis totais (%) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

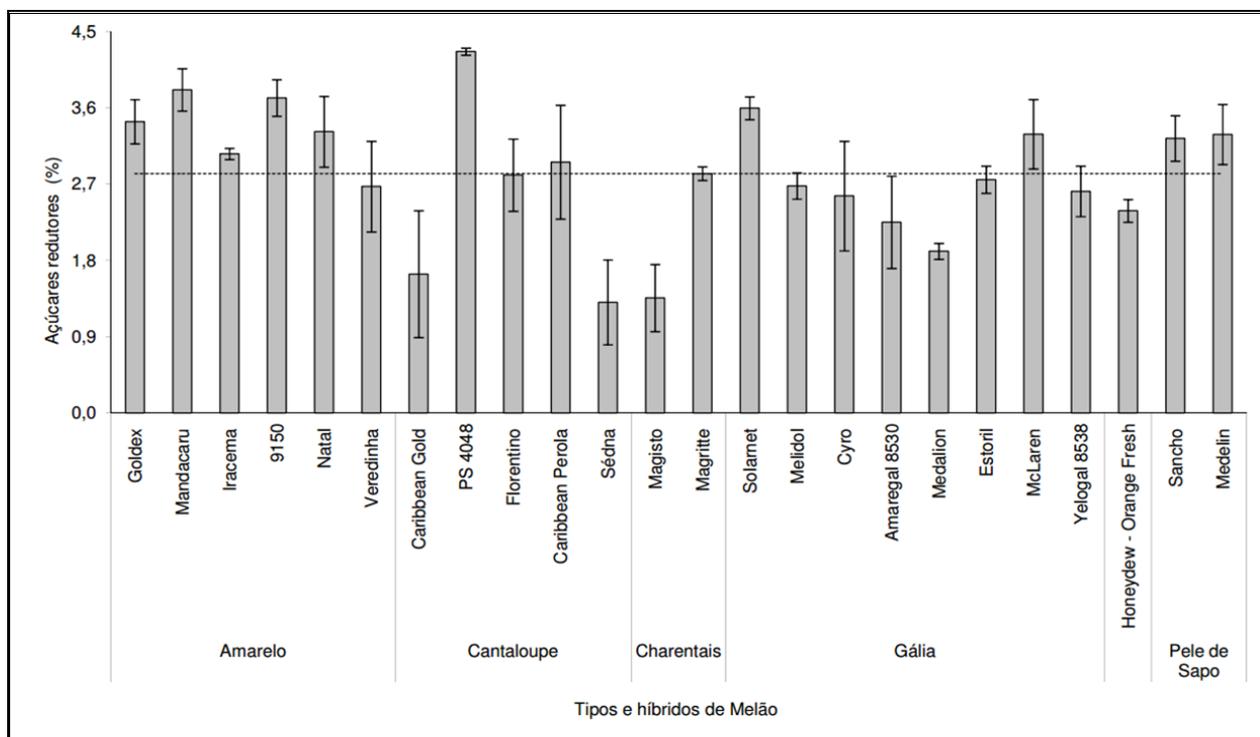


Gráfico 7. Valores dos açúcares redutores (%) obtidos para as características dos diferentes híbridos e seus respectivos tipos comerciais de melões.

2.1.2 *O agronegócio do melão*

A contínua incorporação de novas tecnologias tem promovido uma constante expansão no agronegócio do melão brasileiro, como também resultou em uma significativa inserção internacional, gerando emprego e renda no semi-árido nordestino e destacando a participação dos pequenos, médios e grandes produtores nos mercados nacionais e internacionais (NOOKARAJU et al., 2010).

No Brasil, o cultivo do melão em escala comercial teve início nos primeiros anos da década de 1960. Até então, o mercado brasileiro desta fruta era abastecido por melões importados, principalmente do Chile e da Espanha. A cultura estabeleceu-se primeiramente nos estados de São Paulo e Rio Grande do Sul, mas por motivo de melhor adaptação climático-fisiológica, começou a ser transferida para a região Nordeste do Brasil no início dos anos 1980 (CEAGESP, 2004). O (Quadro 2) mostra a produção brasileira de melão por estado.

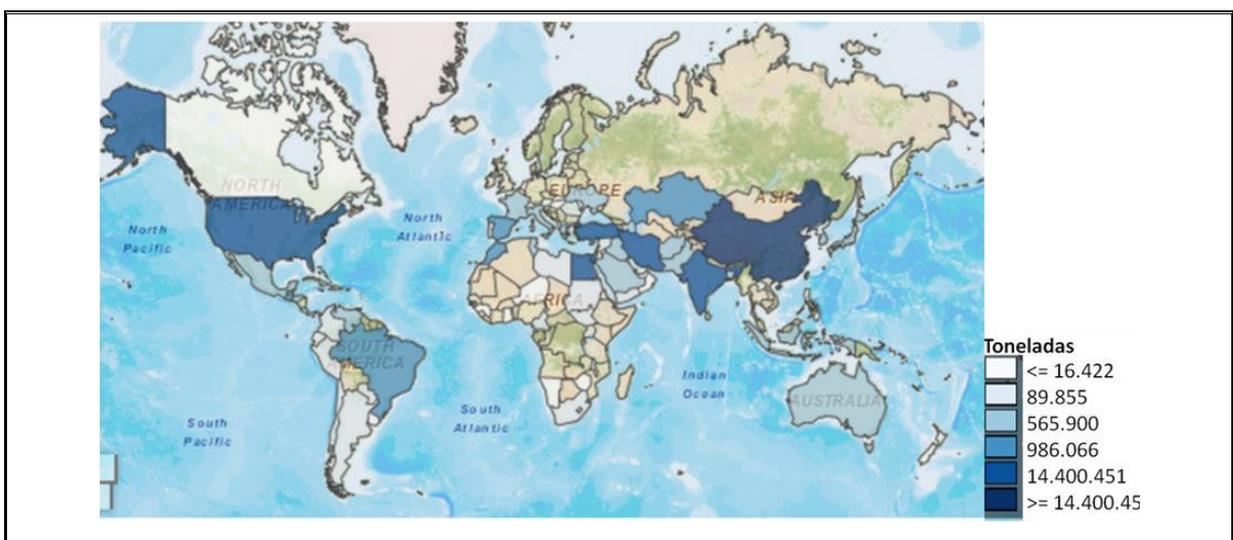
A competitividade e as exigências internacionais transformaram a agricultura brasileira, praticada com alto grau de profissionalismo, em uma atividade econômica voltada para a obtenção de um produto de ótima qualidade e apresentação visual. Em média 70% da produção nacional de melão são embalados e destinados ao mercado externo, os outros 20% são comercializados a granel na região Nordeste, e o restante (de 8 a 10%) é considerado refugo (NACHREINER; BOTEON; PAULA, 2002).

Estados	Toneladas
Rio Grande do Norte	260.782
Ceará	219.309
Bahia	34.719
Rio Grande do Sul	20.674
Pernambuco	16.794
Piauí	14.502
Brasil	575.386

Quadro 2. Produção brasileira de melão(DOS SANTOS et al., 2013).

Meneses et al., (1998); Mota et al., (2002); e Nunes et al., (2005) afirmaram que o melão (*Cucumis melo* L.) é o principal olerícola produzido no estado do Rio Grande do Norte, tanto em área cultivada como em produtividade e acrescentaram que as cultivares do grupo *Inodorus*, representados pelo tipo “Amarelo”, e Pele de Sapo são os preferidos pelos produtores, totalizando cerca de 90% da área plantada. Essa preferência é justificada pela excelente vida de prateleira, em torno de 35 dias, em condição ambiente.

Além do Brasil, países como China, Turquia, Irã, Espanha, EUA, Egito, Marrocos, Itália, Índia, México e Guatemala têm relevante produção comercial de melão, alguns com considerável montante de exportação (FAO, 2010). Atualmente, novas áreas de cultivo de melão estão em expansão em outros países, como por exemplo, em Angola. O Quadro 3 mostra o mapa dos países produtores de melão.



Quadro3. Mapa dos países produtores de melão (FAO, 2013).

A produção mundial de melão em 2013 foi de 29,4 milhões de toneladas, onde a China participou com 49% desse montante. Entretanto, praticamente toda essa produção chinesa é consumida internamente, fazendo com que o país não seja um ator importante no comércio internacional. O Gráfico ilustra que, se considerada como um todo, a Ásia representa mais que três quartos da produção mundial de melão. O Brasil nesse cenário participa com 1,95% da produção mundial e a maior parte dessa produção, em torno de 70%, destina-se ao mercado externo em decorrência dos

46 Revisão da Literatura

hábitos alimentares brasileiros, que não incluem o melão em sua dieta (FAO, 2013; APEX BRASIL, 2014).

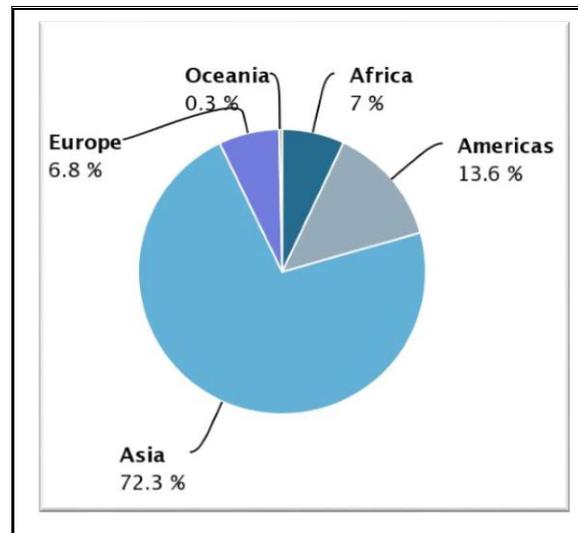


Gráfico 8. Participação dos continentes na produção de melão (FAO, 2013).

Vaillant et al., (2005) considera que embora alguns desses melões classificados como refugo possam ser ainda comercializados a preços baixos no mercado interno, a maioria é considerada como resíduo apresentando, assim, problemas ambientais significativos. No entanto, tais frutos rejeitados apresentam boas características internas e podem ser utilizados como matéria-prima nas indústrias de suco, por apresentarem aroma agradável e elevado teor de açúcar.

O impacto negativo do desperdício no meio ambiente está relacionado com a grande parte dos recursos empregados na cadeia produtiva agroindustrial que é usada em vão, e que os gases que provocam o efeito estufa causados pela produção dos alimentos que são perdidos ou desperdiçados, também são emissões em vão. Na América Latina, o maior índice de desperdício se dá na produção de frutas e vegetais, mais de 40% das frutas e vegetais produzidos são desperdiçados durante o processo de produção, pós-colheita e embalagem (GUSTAVSSON et al., 2011).

A obtenção de novos materiais, produtos, co-produtos e substâncias químicas a partir de refugos agroindustriais, além de reduzir o impacto ambiental, têm encontrado espaço e vem sendo desenvolvida, motivada pela demanda do mercado, pela

disponibilização e valorização dos produtos gerados. Dessa forma a mudança do conceito de refugo para matéria-prima direcionada para a produção de novos produtos aperfeiçoará a eficiência da cadeia agroindustrial (ROSA et al., 2011).

2.2 Processos de Separação por Membranas (PSM)

O primeiro registro do qual se tem notícia sobre um estudo relativo aos fenômenos que ocorrem com membranas data de 1748 e se deve a um abade francês chamado Nolet que em sua experiência utilizou uma bexiga de origem animal, como meio filtrante (HABERT et al., 2006).

A tecnologia de membrana é uma alternativa aos processos convencionais de clarificação e de concentração de sucos que foi amplamente aplicada nas indústrias de leite e de bebidas desde a descoberta das membranas assimétricas feita por Loebe Souriragin na década de 1960 (D'SOUZA; MAWSON, 2005). No início de 1970 uma nova categoria de processos utilizando membranas sintéticas como barreira seletiva separando duas fases de uma solução foi introduzido na área de processos industriais, em complemento aos processos clássicos de separação (MULDER, 1996).

Os PSM são relativamente novos, mas já estão sendo usados em diversos setores de atividades, seja na indústria química, na área médica e farmacêutica, passando pela biotecnologia, indústria alimentícia e tratamento de águas industriais e municipais (Quadro 4). São geralmente utilizados em condições pouco agressivas ao produto. As temperaturas utilizadas durante o processo permitem a preservação dos compostos termossensíveis, tais quais as vitaminas, corantes e outros compostos antioxidantes. As vantagens desses processos são: a) Grande seletividade que é conseguida no processo, além de se mostrar a opção mais econômica de separação; b) Possibilidade de se trabalhar com substâncias termolábeis, pois são operados em temperatura ambiente; c) Baixo custo energético, pois promovem a separação sem que haja a mudança de fase e d) Fácil operação e escalonamento dos sistemas implantados (HABERT et al., 2006; MULDER, 1991; VAILLANT et al., 2008).

Área	Aplicações
Química	Quebra do azeótropo benzeno/hexano; Recuperação de H ₂ – Síntese da amônia; Fracionamento CO ₂ /CH ₄ ; Fracionamento do ar: gás inerte e de corrente rica em O ₂ .
Biotecnologia e Farmacêutica	Separação de substâncias termolábeis; Desidratação de etanol; Purificação de enzimas; Fracionamento de proteínas; Esterilização de meios de fermentação; Bioreatores a membranas.
Alimentícia e Bebidas	Concentração de leite; Concentração do soro de queijo; Concentração de sucos de fruta; Clarificação e desalcoolização de vinhos e cervejas
Tratamento de Águas	Dessalinização de águas; Eliminação de traços de orgânicos; Tratamento de esgotos municipais; Desmineralização de águas para caldeiras; Água ultrapura para indústria eletrônica.
Tratamento de Despejos Industriais	Separação água/óleo; Recuperação de índigo e PVA – Têxtil; Recuperação de íons metálicos – Couro; Recuperação de proteínas – Laticínio; Tratamento águas – Papel e Celulose.
Medicina	Rim artificial – Hemodiálise; Pulmão artificial – Oxigenadores; Ar enriquecido em oxigênio; Esterilização de soluções injetáveis; Dosagem controlada de remédios.

Quadro 4. Exemplos de aplicação dos PSM (HABERT *et al.*, 2006).

As indústrias de alimentos utilizam as tecnologias de membranas em diversas áreas e o mercado de membranas é atualmente bastante atrativo para as empresas que trabalham com produtos inovadores. O mercado de membranas apresenta um crescimento de 7 a 10% por ano (GUILLON, 2009).

As membranas são meios filtrantes que apresentam uma barreira seletiva que retém partículas de tamanho e massas moleculares diferentes de acordo com o diâmetro dos seus poros. Os PSM são classificados em: microfiltração, ultrafiltração, diálise, osmose inversa, pervaporação, entre outros. Cada um possui uma faixa de tamanho de partículas específicas de separação, em decorrência da morfologia da membrana

(MORESI; LO PRESTI, 2003). O Quadro 5 mostra as principais características dos PSM.

Processo	Membrana	Variação (ΔP) Energia	Partículas Retidas	
Microfiltração MF	Porosa 0,1 - 5 μ m	0,1 – 3bar 1 – 10kWh.m ³	Células, bactérias, leveduras, grãos de amido, glóbulos de emulsão, lipídios, etc.	} Separações Partículas Clarificação Esterilização
Ultrafiltração UF	Porosa 10 – 100nm	1 – 10bar 2 – 20kWh.m ³	Polissacarídeos, proteínas, taninos, vírus, colóides, etc	
Nanofiltração NF	±Porosa 1 – 10nm	10 – 30bar 8 – 80kWh.m ³	Açúcares, polifenóis, compostos de aroma, etc.	} Separações Moleculares Purificação água Concentração Fracionamento Esterilização
Osmose inversa OI	Densa	20 – 100bar 20 – 200kWh.m ³	Sais	

Quadro 5. Características gerais dos processos de separação por membranas (ABREU, 2012), adaptado pelo autor.

2.2.1 Classificação das membranas

As membranas sintéticas comerciais são produzidas a partir de duas classes distintas de material: os materiais orgânicos, em sua grande maioria polímeros, e os inorgânicos, como metais e cerâmicos. Geralmente, as membranas de natureza orgânica apresentam menor custo de produção do que as inorgânicas. Entretanto, estas últimas apresentam uma maior vida útil e permitem limpezas mais eficientes (HABERT et al., 2006). O Quadro 6 apresenta uma comparação das propriedades das membranas orgânicas e inorgânicas.

As membranas geralmente apresentam uma estrutura assimétrica constituída de um suporte macroporoso que confere à membrana uma resistência mecânica, sobre o qual é depositada uma fina camada filtrante ativa. Os materiais utilizados na fabricação das membranas são classificados em quatro categorias. A primeira, chamada de membranas de primeira geração é constituída de celulose ou de derivados celulósicos possuindo uma durabilidade e resistência físico-química limitada. O acetato de celulose, por exemplo, não pode ser utilizado a uma temperatura superior a 30°C, o pH deve está situado entre 2 e 8, sendo pouco resistentes ao cloro e sensíveis aos ataques microbianos. As membranas de segunda geração são constituídas de polímeros sintéticos como, por exemplo, as poliamidas,

50 Revisão da Literatura

o fluoreto dipolivinilideno (PVDF) ou os polisulfonas. Estas membranas apresentam uma maior resistência quando comparadas com as de primeira geração (STRATHMANN; PORTER, 1990; BIMBENET et al., 2002; HABERT et al., 2006).

Propriedade	Membrana inorgânica	Membrana orgânica
Aplicação	MF,UF	MF, UF, NF, RO
Resistência térmica	Cerâmicas < 250°C Carvão/grafite < 180°C Aço < 400°C	Acetato de Celulose < 40°C Polisulfona < 90°C Aramida < 45°C Poliacrolonitrila < 60°C Polipropileno < 70°C
Faixa de pH	0 - 14	Maioria dos polímeros: 2-12 Acetato de celulose: 4,5 < pH < 6,5
Resistência mecânica	Boa	Média a ruim, necessitam de suporte
Tolerância a materiais oxidantes	Boa	Depende do polímero, tempo de contato e concentração do oxidante (a maioria dos polímeros não resiste a ação de oxidantes)
Compactação	Não	Sim
Vida útil	10 anos	5 anos

Quadro 6. Comparação das propriedades das membranas orgânicas e inorgânicas (CARDOT, 2002).

As membranas de terceira geração são produzidas a partir de materiais inorgânicos como os óxidos metálicos (zircônio, alumina e silício) ou em aço inoxidável. Essas membranas podem ser esterilizadas a temperaturas acima de 150°C e suportam a faixa de pH entre 1 e 14, portanto, elas podem ser submetidas a severas condições de higiene e desinfecção. Graças a sua estabilidade química e térmica, elas ocupam atualmente uma posição significativa nas agroindústrias e seus custos são mais elevados em comparação com as membranas orgânicas. Como essas membranas possuem um longo tempo de vida útil, o custo de manutenção e substituição se torna relativamente baixo (GIRARD; FUKUMOTO; SEFA KOSEGLU, 2000; HABERT et al., 2006).

Por fim, segundo Koresh e Sofer (1983), as membranas de quarta geração são à base de fibras de carbono e apresentam algumas características desejáveis, como por

exemplo, permitem atingir separações de misturas de gases com diâmetros moleculares semelhantes; suas propriedades de transporte não são afetadas pelas condições ou tempo de operação; resistência mecânica e estabilidade térmica, mesmo em temperaturas tão elevadas quanto 1000°C.

As membranas são dispostas dentro de um módulo membranar que estão disponíveis no comércio, em diferentes configurações e superfície de filtração. Os módulos podem ser tubular, plano, aspiral ou em fibra oca. A escolha da geometria depende da viscosidade do permeado, do tipo de membrana e da qualidade do produto a obter (BIMBENET; et al., 2002).

Os módulos tubulares consistem de um feixe de membranas tubulares paralelas. O produto tratado circula no interior dos tubos ao mesmo tempo em que o permeado flui através dos poros, sendo coletado em um segundo tubo concêntrico. Esses módulos têm a vantagem de serem facilmente removíveis, de fácil limpeza, higienização e manutenção. No entanto, eles contêm um volume morto elevado, que afeta o funcionamento, aumenta a quantidade de produto utilizado para testes como também os produtos utilizados para as limpezas. Estes módulos são mais adequados para membranas cerâmicas (TRINDADE, 2010).

Os módulos planos são derivados a partir da tecnologia do filtro prensa. A instalação pode ser horizontal, caso de laboratório-piloto e unidades semi-industriais, ou vertical, caso de unidades industriais. As membranas são empilhadas em camadas separadas por câmaras ou flanges que asseguram a circulação do produto. Apresenta uma relação de superfície sobre volume muito favorável e possui um volume morto baixo. Esses módulos também permitem uma montagem e desmontagem mais rápida (HABERT et al., 2006).

Os módulos espirais são feitos a partir de membranas planas orgânicas enroladas em torno de um tubo que recolhe o permeado. Este arranjo permite a obtenção de um cilindro de multicamada em que o permeado flui num percurso em espiral para o tubo poroso, enquanto a alimentação flui axialmente nos canais. Estes módulos têm um volume morto baixo e possuem um tamanho compacto, porém são propensos a

colmatação (GIRARD; FUKUMOTO; SEFA KOSEOGLU, 2000; SCHNEIDER; TSUTIYA, 2001; HABERT et al. 2006).

Os módulos capilares ou de fibra oca são constituídas de tubos muito finos com um diâmetro interno inferior ou próximo de um milímetro. Esses módulos são bem adequados para o tratamento de produtos de baixa viscosidade, especificamente para o tratamento de água. O seu volume morto é baixo e eles permitem obter grandes superfícies da membrana com um módulo de tamanho reduzido (STRATHMANN; PORTER, 1990; BIMBENET et al., 2002; HABERT et al., 2006).

2.2.2 Microfiltração tangencial

A microfiltração tangencial (MFT) é o processo de separação por membranas mais próximo da filtração clássica, também chamada de filtração frontal. Na MFT utilizam-se membranas porosas com poros na faixa entre 0,1 e 10 μm (100 e 10.000 nm), sendo indicado para retenção de materiais em suspensão e emulsão. Como as membranas são relativamente abertas, as pressões empregadas como força motriz para o transporte dos fluidos, em poucos casos passam de 3 bar. Na MFT o solvente e todo o material solúvel permeiam a membrana, sendo chamado de permeado, e o material em suspensão fica retido na membrana, sendo chamado de retido.

Existem duas formas de se operar o sistema de filtração, a convencional, também conhecida por *dead-end* ou frontal, onde o fluxo da alimentação do fluido é perpendicular à superfície filtrante ou da membrana. Outra forma é a filtração tangencial, também denominada por *crossflow*, nesta, a alimentação do fluido ocorre no sentido paralelo à superfície filtrante (CHERYAN, 1998; VIADERO; NOBLET, 2002). Na Figura 1 estão representadas as diferenças das duas formas de filtração supracitadas.

Em uma filtração clássica ou frontal o sistema atua de um modo fundamentalmente transiente, pois a concentração do soluto próximo à membrana aumenta com o tempo. No caso da MFT este acúmulo pode se traduzir na formação de depósitos ou de uma torta de filtração. Neste caso a solução ou suspensão escoam paralelamente à superfície da membrana, enquanto o permeado é transportado transversalmente à mesma. O escoamento paralelo à membrana limita o acúmulo de material retido sobre

a mesma, dessa forma, a densidade do fluxo do permeado pode permanecer constante com o tempo, mas em um valor menor do que aquele obtido com um solvente puro, nas mesmas condições operacionais. Isto é devido ao aumento da concentração das espécies retidas próximo à superfície da membrana, o que provoca uma resistência adicional à transferência de massa do solvente (HABERT et al., 2006; MARELLA; MUTHUKUMARAPPAN; METZGER, 2013).

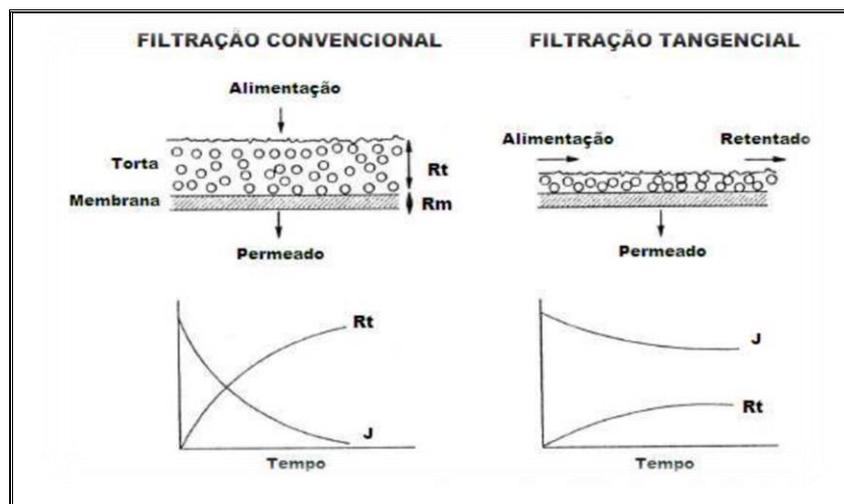


Figura 1. Diferenças entre a filtração convencional e a tangencial. (Rt) representa a resistência da torta formada na membrana pelos solutos impermeáveis; (Rm) indica a resistência da membrana e (J) relaciona-se a densidade do fluxo do permeado (CHERYAN, 1998).

2.2.3 Parâmetros de controle e desempenho de processo de separação por membranas

Segundo Ribeiro et al., (2005), os principais parâmetros de controle e desempenho dos processos de separação por membranas são:

a) Densidade do fluxo de permeado (J): representa a quantidade (em massa ou volume) de material que passa através da membrana de filtração, por unidade de área, por unidade de tempo, podendo ser dado em L/h/m² ou em Kg/h/m².

b) Pressão transmembranar (P_{tm}): definida como a diferença entre a média aritmética dos valores de pressão de entrada e de saída do lado do retido e a pressão do lado do permeado, sendo que esta última normalmente é considerada como nula, por ser representada pela pressão atmosférica (corrente de permeado aberta para o ambiente).

c) Fator de Redução Volumétrica (FRV): quantifica a redução de massa atingida pelo processo de filtração, sendo dado pela razão entre a massa inicial na alimentação e a massa final de retido. O fator de concentração é adimensional, podendo ser calculado em termos de massa ou de volume.

d) Coeficiente de retenção (%R): representa a medida quantitativa da capacidade da membrana em reter determinado componente, sob determinada condição de operação.

2.2.4 Fenômenos que influenciam a densidade do fluxo de permeado

Vários fenômenos normalmente influenciam a densidade de fluxo de permeado (J). Eles podem ser intrínsecos, relacionados à matéria-prima, ou extrínsecos, relacionados com as condições experimentais. Os parâmetros extrínsecos incluem a temperatura de filtração, a velocidade, a pressão transmembranar (P_{tm}) e o Fator de Redução Volumétrica (FRV) (MACHADO et al., 2012).

O aumento da P_{tm} influencia a densidade do fluxo do permeado (J) de maneira bastante variável e complexa, enquanto que a velocidade tangencial tem um efeito positivo sobre (J). A velocidade tangencial altera as condições hidrodinâmicas nas proximidades da superfície da membrana. Do mesmo modo, um aumento na temperatura provocará uma melhoria significativa no desempenho da filtração devido à redução da viscosidade, desempenhando um papel muito importante no fenômeno de entupimento. Por fim, o aumento do fator de redução de volumétrica tem um efeito negativo sobre (J) (GARCIA-CASTELLO et al., 2011).

Os fenômenos intrínsecos compreendem a viscosidade do fluido, a carga das partículas em suspensão e as características das partículas retidas pela membrana. Estes dependem dos compostos solúveis e insolúveis contidos no fluido. Os compostos insolúveis são constituídos de fragmentos de membranas celulares dos frutos cujos tamanhos depende do método utilizado na extração do suco. Quanto aos compostos solúveis, eles são constituídos dos açúcares, substâncias pécicas solúveis, proteínas solúveis, polifenóis, colóides e minerais. Estes compostos, solúveis ou insolúveis, são susceptíveis de colmatar os poros das membranas, por

consequente, reduzir a densidade do fluxo de permeado (VAILLANT et al., 1999; YU; LENCKI, 2004).

2.2.5 Polarização de concentração, incrustações e limpeza das membranas

Durante os processos de filtração com membranas, como no caso da micro e da ultrafiltração, os sólidos da corrente de alimentação entram em contato com a superfície da membrana através de transporte convectivo, enquanto que uma parte do solvente é removida do fluido através da membrana. Isto resulta em uma maior concentração de solutos retidos na superfície da membrana, quando comparada ao restante da corrente de alimentação. Este aumento na concentração na superfície é denominado de polarização da concentração, sendo responsável por uma significativa variação na densidade do fluxo de permeado, quando comparado à da água pura (CHERYAN, 1998).

Nos processos de separação por membranas, particularmente naqueles que utilizam membranas porosas, mesmo com operação em escoamento tangencial é comum observar uma queda contínua do permeado com o tempo, indicando que outros fenômenos, além da polarização de concentração, devem estar presentes durante o processamento. Esses fenômenos transientes normalmente são acompanhados por um decréscimo na rejeição do soluto da superfície da membrana. A polarização da concentração se estabiliza nos instantes iniciais do processamento. Porém, a estabilização da densidade do fluxo do permeado, se chegar a ocorrer, pode demorar de minutos, horas ou até alguns dias. Esta variação continuada da densidade do fluxo do permeado com o tempo é atribuída a possíveis alterações na membrana provocada por substâncias presentes na solução processada. O conjunto dessas alterações é conhecido como incrustações ou *fouling* da membrana e em alguns casos, pode reduzir a densidade do fluxo do permeado a um nível tão baixo que chega a inviabilizar o processo (Gráfico 9) (MULDER, 1991; CHERYAN, 1998; HABERT et al., 2006).

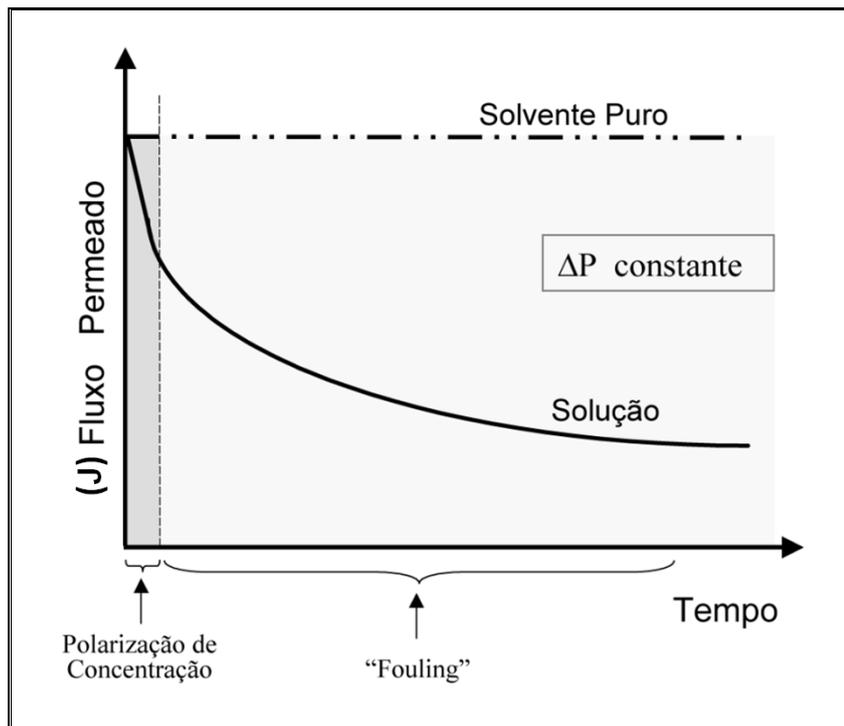


Gráfico 9. Variação esquemática na densidade do fluxo do permeado com o tempo de operação ocasionada por Polarização de Concentração e Incrustação (HABERT et al., 2006).

A incrustação ou *fouling* pode ser distinguida da concentração polarizada, pois sendo o último reversível, uma vez finalizada a operação de limpeza da membrana a permeabilidade ao solvente puro é recuperada. Entretanto, se o problema de restrição da densidade do fluxo permanece, este se deve à incrustação, pois os fenômenos que os constituem são considerados total ou parcialmente irreversíveis (DZIEZAK, 1990).

A incrustação pode ser atribuída a três diferentes mecanismos: a concentração polarizada e subsequente formação de camada de torta (camada gel); adsorção de solutos na superfície da membrana e nas paredes dos poros e o bloqueio dos poros (EL RAYESS et al., 2011).

A limpeza e a sanitização das membranas é desejável por diferentes razões: a adequação das plantas industriais às legislações vigentes; redução de microrganismos para prevenir a contaminação de linhas de produtos e a otimização de processos, pois é mais vantajoso gastar tempo para limpeza e restauração da densidade do fluxo do que continuar operando com uma membrana obstruída com

baixos rendimentos operacional e qualidade final do produto comprometida (CHERYAN, 1998).

Normalmente, a efetividade dos processos de limpeza é avaliada pela medida do de água após a limpeza sob condições operacionais pré-estabelecidas. Uma densidade do fluxo de água baixo após a limpeza das membranas representa um indicativo de que o procedimento de limpeza não foi eficiente (ARNAL; GARCÍA-FAYOS; SANCHO, 2011).

É possível limitar os fenômenos de entupimentos das membranas de duas formas. A primeira é variando as condições operacionais como a velocidade tangencial, a pressão transmembranar, a turbulência e a retrolavagem. A segunda é a utilização periódica de um protocolo eficiente de limpeza e higienização das membranas (PALL CORPORATION, 2007).

A limpeza periódica é geralmente realizada sob condições específicas de temperatura e pH. A eficiência da limpeza de uma determinada membrana é verificada por meio de medições experimentais da permeabilidade hidráulica. Esta será considerada satisfatória, quando atingir pelo menos 80% da permeabilidade hidráulica de uma membrana nova. Os produtos de limpeza tais como hidróxido de sódio e um ácido forte, ácido nítrico e fosfórico, podem ser utilizados. Quando a membrana se encontra muito colmatada, ou seja, obstruída, é importante à utilização de agentes oxidantes fortes, tais como hipoclorito de sódio, para alcançar uma melhor eficiência de limpeza. Neste caso, é necessário que o pH da solução de limpeza seja maior do que 10, a fim de proteger os componentes de aço inoxidável da unidade filtração. Cada aplicação requer um estudo específico para aperfeiçoar o protocolo de limpeza. A vida útil de uma membrana está diretamente relacionada aos cuidados e à eficiência dos procedimentos de limpeza implementada durante toda a vida útil da membrana (PINTO DE ABREU, 2012).

2.3 Clarificação de Sucos de Frutas por Microfiltração Tangencial (MFT)

A microfiltração tangencial vem sendo aplicada nas indústrias de processamento de suco de maçã desde 1980, em países como Estados Unidos da América, Alemanha, França e África do Sul. No Brasil, existem indústrias processadoras de suco clarificado de uva, maçã e limão, que utilizam a tecnologia de membranas no processamento.

A MFT utilizando como matéria-prima o suco polposo vem apresentando desde alguns anos um interesse crescente por parte das indústrias, devido à obtenção de um melhor desempenho do processo, redução dos custos de investimento e de substituição das membranas. No campo do processamento de sucos de frutas, a MFT pode ser utilizada quer para obtenção de suco clarificado, quer para produzir suco estabilizado do ponto de vista microbiológico, sem a necessidade de realizar um tratamento térmico de pasteurização no permeado.

Conforme Cheryan et al., (1995), a microfiltração tangencial é uma alternativa interessante aos métodos de filtração convencionais principalmente aqueles que utilizam os coadjuvantes de filtração como, por exemplo, as terras diatomáceas, gelatinas, etc. A MFT pode reduzir significativamente a duração das operações, limitando o tempo de residência do produto nos tanques de decantações ou nos filtros convencionais, pois a MFT ocorre de um modo contínuo ou semi-contínuo. Para efeito de comparação equivalente, a clarificação de certo produto que teria uma duração em média de 25 horas no processo convencional de decantação, na MFT o mesmo produto seria clarificado em 2 ou 3 horas.

Cisse et al., (2005); Vaillant et al., (2005) e Laorko et al., (2010) acrescentaram que além da vantagem econômica relacionada na redução dos gastos em economia de coadjuvantes de filtração, energia, insumos, mão de obra, entre outros, estão adicionadas outras melhorias relacionadas à qualidade diferenciada do produto da MFT, como por exemplo, as características organolépticas, nutricionais e microbiológicas.

O processo de clarificação com utilização de membranas é considerado bastante competitivo quando comparado aos métodos tradicionais, representando uma alternativa para os sucos tropicais. O suco clarificado de melão da variedade

Cantaloupe apresenta propriedades nutricionais e características físico-químicas comparáveis com às do suco do melão *in natura*, exceto pela ausência de sólidos suspensos e dos carotenoides, os quais permaneceram totalmente concentrados na fase retida. Esta apresenta uma cor laranja brilhante devido à alta concentração de β -caroteno (VAILLANT et al., 2005).

Vaillant et al., (2005) clarificando e concentrando o suco do melão por membranas processou os frutos utilizando os seguintes procedimentos (Diagrama 1).

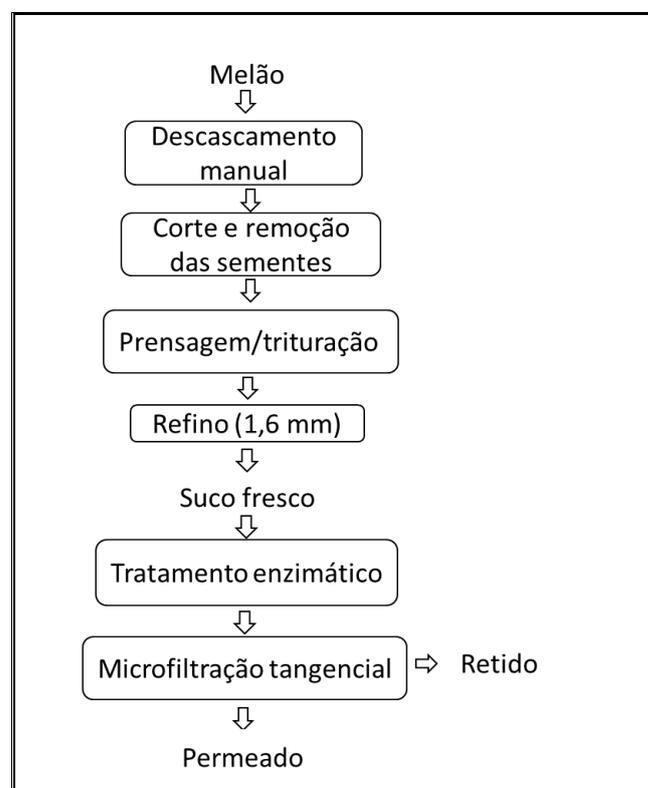


Diagrama 1. Processamento do melão cantaloupe (VAILLANT et al., 2005), traduzido pelo autor.

A separação dos sólidos insolúveis em suspensão, dos outros compostos presentes em um suco polposo, pode ser realizada utilizando diferentes técnicas, tais como a centrifugação, decantação, filtração frontal e ainda os tratamentos enzimáticos, geralmente em combinação com métodos físicos. No entanto, para certos produtos a técnica de microfiltração em fluxo tangencial sobre as membranas têm surgido nos últimos anos nas indústrias de sucos para clarificar, estabilizar os sucos de frutas ou produzir novos produtos com diversas aplicações. O Quadro 7 mostra exemplos de aplicação da MFT no segmento agroindustrial de suco de frutas.

60 Revisão da Literatura

A microfiltração tangencial também é utilizada para clarificar néctares e bebidas alcoólicas ou não, produzidos a partir de frutas e grãos. Este é o caso, por exemplo, do néctar de baobá, xarope de milho, vinho de arroz, e da cerveja sem álcool (CISSÉ et al., 2009; ALMANDOZ et al., 2010; HAJIPOUR; SOLTANIEH; YAZDANSHENAS, 2010).

Considerando que o sabor leve característico do suco do melão é muito sensível ao tratamento térmico, o que resulta em produtos finais de baixa qualidade, as indústrias tradicionais de sucos não valorizam o melão como matéria-prima, apesar da demanda potencial do mercado internacional de sucos de frutas. Portanto, as tecnologias de membranas como a microfiltração tangencial representa uma alternativa ao tratamento em alta temperatura. As tecnologias de membranas têm sido aplicadas com êxito para alguns sucos termossensíveis, resultando em um produto estável quanto aos aspectos microbiológicos e sensoriais (VAILLANT et al., 2005).

O suco clarificado obtido pode ser utilizado diretamente ou em diferentes produtos, tais como *blends* de sucos clarificados, bebidas alcoólicas, refrigerantes, águas minerais aromatizadas, entre outros produtos (VAILLANT et al., 1999).

Produtos (suco)	Características da membrana Material/geometria/superfície (m ²)	Diâmetro do poro (µm)	Pressão (bar)	Temperatura (°C)	Velocidade tangencial (m/s)	FR V	Fluxo (J) (L/h/m ²)	Referência
Caju	Cerâmica/tubular/0,22	0,2	2,0	30	6,0	1,0	46 75	(ABREU et al., 2005)
Maracujá	Cerâmica/tubular multicanal/0,48	0,2	1,5	36	7,0	1,0	40	(VAILLANT et al., 1999)
Amora	Cerâmica/tubular multicanal/0,22	0,2	1,5	25	5,0	8,0	70	(VAILLANT et al., 2008)
Acerola	Polipropileno/tubular/0,05	0,3	1,0	30	6,0	2,8	26	(MATTA et al., 2004)
Umbu	Polipropileno/tubular/0,038	0,2	1,0 2,0	35 35	4,0 4,0	22 22	48 66	(USHIKUBO et al., 2007)
Melão	Cerâmica/tubular/0,22	0,2	1,5	35	7,0	3,0	75	(VAILLANT et al., 2005)
Laranja	Cerâmica/tubular/0,22	0,2	4,0	20	7,0	3,5	62	(CISSE et al., 2005)
Manga	Cerâmica/tubular/0,48	0,2	1,5	30	7,0	1,3	60	(VAILLANT et al., 2001)

Quadro 7. Exemplos de aplicação da MFT no segmento agroindustrial de sucos de frutas

Quadro 7. Continuação.

Produtos (suco)	Características da membrana Material/geometria/superfície (m²)	Diâmetro do poro (µm)	Pressão (bar)	Temperatura (°C)	Velocidade tangencial (m/s)	FRV	Fluxo (J) (L/h/m²)	Referência
Melancia	Acetato de celulose/tubular/0,035	0,2	2,0	30	4,0	1,0	27	(RAI et al., 2010)
Tamarindo	Polipropileno/tubular/0,038	0,2	0,5 1,0	35 35	4,0 4,0	2,0	87 98	(WATANABE et al., 2006)
Uva	Cerâmica/fibra oca/0,75	0,2	2,0	35	2,33	1,0	30	(REKTOR; VATAI, 2004)
Romã	PVDF/plana/0,013	0,2	0,5	35	2,0	1,0	5	(MIRSAEEDGHAZ et al., 2010)
Açaí	Cerâmica/tubular/0,22	0,1	2,0	25	2,0	3,0	10	(CORREIA et al., 2010)
Cereja	Cerâmica/tubular/0,1	0,14	2,0	30	3,0	1,0	50	(WANG et al., 2005)
Tomate	PVDF/plana/0,04	0,45	3,0	50	1,5	1,0	12	(RAZI et al., 2012)
Abacaxi	Polissulfona/Fibra oca/0,011	0,2	1,0	20	1,2	1,0	24	(LAORKO et al., 2010)

2.4 Pré-tratamento Enzimático

A utilização de enzimas no processamento de sucos de frutas já é bastante comum em escala industrial no Brasil, principalmente nas linhas de produção de sucos de maçã, uva, como também nas vinícolas.

As pectinases são um conjunto de enzimas pectinolíticas (poligalacturonase – PG, pectinametilesterase – PME), obtidas a partir de microrganismos, principalmente do *Aspergillus niger*, muitas vezes disponíveis em forma de mistura com outras enzimas, como as celulases. São utilizadas no processamento do suco clarificado e tem como função de hidrolisar a cadeia de pectina para reduzir a viscosidade e se obter um suco límpido e translúcido. As enzimas pectinolíticas atuam nas ligações do ácido poligalacturônico das substâncias pécticas, enquanto que as celulases degradam a celulose nativa em monômeros ou oligômeros de glicose (DE VRIES et al., 1982; DO CANTO; MENEZES, 1995).

As pectinases foram uma das primeiras enzimas a serem utilizadas no processamento de sucos de frutas. Somente em 1960 a natureza química dos tecidos das plantas tornou-se clara, e com este conhecimento, cientistas começaram a utilizar um grande número de enzimas mais eficiente (KASHYAP et al., 2001).

Matta et al., (2004) desenvolveram um processo para obtenção de suco de acerola clarificado e concentrado, mantendo suas características nutricionais e sensoriais, através do acoplamento dos processos de microfiltração e osmose inversa. Antes de ser clarificado e concentrado, o suco foi previamente hidrolisado enzimaticamente.

Vaillant et al., (2005) maceraram o suco de melão antes da microfiltração com a solução enzimática Rapidase® da empresa Tropical Cloud, a 35°C durante 1 hora. Após o pré-tratamento enzimático a densidade média do fluxo do permeado atingiu a 75 litros por hora por metro quadrado de membrana.

Le et al., (2006) estudaram o efeito da concentração de enzima, temperatura e tempo de maceração na capacidade de filtração, clareza, turvação e da viscosidade, como também aperfeiçoaram a clarificação enzimática do suco de banana usando a

66 *Revisão da Literatura*

metodologia de superfície de resposta (MSR). O suco de banana foi tratado variando a concentração de pectinase, a temperatura e o tempo de maceração entre 0,01 - 0,1%, 30 – 50°C e 30 - 120 minutos, respectivamente. A concentração da enzima foi o fator mais importante que afetou as características do suco de banana, e por meio da superfície de contorno e de resposta as condições ideais de concentração de enzimas, temperatura e tempo de maceração para clarificar o suco de banana foram 0,084%, 43,2°C e 80 minutos, respectivamente.

Com o objetivo de estabelecer as melhores condições do processo como a concentração de enzima, o tempo e a temperatura de maceração para clarificação enzimática do suco de carambola utilizando a metodologia de superfície de resposta, os resultados obtidos indicaram que a concentração de enzima foi o fator mais importante que afetou as características do suco de carambola. Assim, o tratamento enzimático recomendado nas condições do estudo foi a concentração de pectinase de 0,10% a 30 ° C durante 20 minutos (ABDULLAH et al., 2007).

He et al., (2007) estudaram a viabilidade da clarificação do suco de maçã utilizando a filtração por membrana com e sem a hidrólise enzimática e a pasteurização como pré-tratamento. Eles constataram que os pré-tratamentos tiveram influência profunda na densidade do fluxo do permeado e na redução das incrustações da membrana.

Para melhorar o desempenho do processo de separação por membranas, os sucos de frutas são geralmente tratados antes da filtração com preparações enzimáticas com o objetivo de hidrolisar principalmente os polissacarídeos solúveis responsáveis pela viscosidade elevada dos sucos (TOCHI et al., 2009).

Para que as moléculas pécticas complexas se tornem solúveis com o objetivo de completar a sedimentação e a clarificação do suco, uma formulação comercial de enzimas que contém três pectinases diferentes, a pectinase, a poligalacturonase e a pectinesterase, é utilizada no processamento de sucos de frutas (MACIEL et al., 2011).

2.5 Desaromatização por Adsorção em Resinas

O sabor é uma resposta integrada às sensações do gosto e do aroma. A sensação do gosto é atribuída à presença de compostos não voláteis nos alimentos, tais como açúcares, sais e ácidos, determinando os quatro gostos básicos descritos como doce, salgado, ácido e amargo. A sensação do aroma é bem mais complexa, pois o olfato humano pode discriminar dezenas ou centenas de compostos voláteis representantes de várias classes químicas e com propriedades físico-químicas diferentes. Os compostos voláteis são responsáveis pelo sabor característico dos alimentos (THOMAZINI; FRANCO, 2000, BASTOS et al., 2002; FRANCO; JANZANTTI, 2004;).

Nenhum constituinte individual é totalmente responsável pelo aroma característico de uma fruta ou de qualquer outro alimento, porém, em alguns produtos existem um ou mais componentes que sozinhos lembram a qualidade característica de seu aroma. Esses compostos são denominados de compostos caráter-impacto, enquanto que os demais compostos necessários para se obter o pleno sabor do alimento são denominados de compostos contribuintes (GARRUTI et al., 2001).

Segundo Obando-Ulloa et al.,(2008) o aroma do melão é composto por numerosos compostos de diferentes níveis de volatilidade, sendo fortemente dependente da cultivar e do comportamento fisiológico do fruto. Alguns dos compostos aromáticos entre eles, os ésteres, aldeídos, álcoois e compostos derivados de enxofre, foram identificados em *headspace*, por meio da microextração em fase sólida e analisados por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-SM).

Atualmente, existem vários tipos de resinas poliméricas, a série Amberlite tem sido muito usada na remoção de substâncias e de compostos polares, apolares, não aromáticos e aromáticos (SZUROMI et al., 2008).

Em 1962 a empresa Rohm and Haas anunciou a criação de suas primeiras resinas poliméricas e cinco anos depois teve início a comercialização do primeiro adsorvente polimérico chamado Amberlite. Os suportes mais usados para a adsorção de reagentes orgânicos têm sido as resinas não iônicas designadas XAD's (HUBBARD; FINCH; DARLING, 1998).

68 *Revisão da Literatura*

As resinas Amberlite XAD são esferas poliméricas porosas que diferem entre si na composição química, grau de polaridade, porosidade e área de superfície. Apresentam propriedades físicas como distribuição uniforme dos poros, grande área superficial, além de uma estrutura não iônica (VOLPE, 1979; VICENTE et al., 1998; MOYANO et al., 2001).

A Amberlite XAD4 é um adsorvente polimérico, comercializado como grânulos brancos insolúveis. É um polímero de ligação cruzada não iônico que deriva as propriedades adsorventes da sua estrutura macro-reticulada, a qual possui tanto uma fase superficial contínua como uma fase porosa. Esta estrutura confere à XAD4 uma excelente característica física adsorvente como também uma estabilidade química e térmica. Ela pode ser utilizada através de ciclos repetidos no modo de coluna para adsorver moléculas hidrofóbicas de solventes polares ou compostos orgânicos voláteis de fases gasosas. Sua característica de distribuição de tamanho de poros a torna uma excelente escolha para a adsorção das substâncias orgânicas de peso molecular relativamente baixo (ROHM AND HASS COMPANY, 2001).

A resina amberlite XAD-7 é um polímero acrílico adsorvente, alifático, não iônico, formado como esferas brancas insolúveis. Suas propriedades adsorptivas são provenientes de sua estrutura macro-reticular, constituída de uma fase polimérica e outra porosa, assim como de sua grande área superficial de natureza alifática. A estrutura macro-reticular também confere à XAD-7 uma excelente estabilidade física e térmica. Em função de sua natureza alifática ela pode adsorver compostos não polares de sistemas aquosos, assim como compostos polares de solventes apolares. Ela pode ser utilizada na faixa de pH 0 a 14 e no máximo a uma temperatura de 100°C (SHEET, 2003).

A adsorção pode ser definida como um processo nas quais moléculas de uma substância se acumula em uma interface; ou como um fenômeno que ocorre na interface de duas fases, em que uma espécie química se concentra na superfície de outra espécie química com conseqüente troca de calor. Também é definida como um processo que ocorre a transferência de um ou mais constituintes de uma fase fluida para a superfície do adsorvente (DĄBROWSKI, 2001; CORNÉLIO et al., 2004; GUERREIRO et al., 2004).

As vantagens da remoção de compostos por adsorção são o baixo custo e a capacidade de operar em baixa escala de produção de sucos. Em uma escala industrial, a adsorção é realizada em colunas adsorventes de fluxo descendente, que são preenchidos com adsorventes poliméricos. Os adsorventes utilizados não afetam o conteúdo de açúcares, ácidos e vitaminas dos sucos tratados (RIBEIRO et al., 2002; KRANZ et al., 2011).

Nesta operação utiliza-se, segundo Obando-ulloa et al. (2008), os termos "volume de leite" e "volume de coluna", usados com referência ao volume de resina empacotada numa coluna de cromatografia. O termo "volume de leite" também é usado em referência a um volume de líquido ou fluido (por exemplo, suco, água, solvente, etc.), que flui através de uma coluna em um volume que é igual ao volume de resina presente na coluna. Por exemplo, um volume de leite pode ser expresso como "1 BV = 1 m³ de resina". O termo "volume de leite por minuto" (BV/min), é usado em referência ao número equivalente de volume de leite de fluido, que passam através do volume do leite durante um período de um minuto. Assim, o termo fornece uma "velocidade de fluxo", que indica que o fluido é passado através da coluna a uma determinada taxa de fluxo. Assim, o termo "velocidade de fluxo" é utilizado em referência à velocidade com que um fluido ou líquido, no caso o suco de melão clarificado, passa através da resina contida em uma coluna de cromatografia.

Os componentes voláteis do caju (*Anacardium occidentale*) da variedade *nanum* na forma livre e ligada, foram isolados por meio de extração-destilação simultânea e adsorção em resina adsorvente amberlite XAD-2 (BICALHO et al., 2000).

O suco microfiltrado e fermentado de noni (*Morinda citrifolia*) foi submetido à desaromatização utilizando resinas adsorventes da série Amberlite®, XAD4, XAD761, FPA54 e FPX66. A resina XAD4 foi a que causou maior remoção de compostos voláteis e também a menor perda de nutrientes como vitamina C e fenólicos totais (CORREIA et al., 2012).

2.6 Tecnologias para a Concentração de Sucos Tropicais.

A evaporação ou concentração por ebulição é a remoção parcial de água de alimentos líquidos por meio de fervura e liberação de vapor d'água. Isso aumenta o índice de sólidos de um alimento preservando-o por meio da redução da atividade de água. A evaporação é utilizada para pré-concentrar alimentos como sucos de frutas, café e leite antes da secagem, congelamento ou esterilização e assim reduzir seu peso e volume.

A concentração pode prosseguir até que a solução se torne saturada e ainda mais além, até que o soluto precipite sob a forma de um sólido cristalino, sendo neste caso denominada de cristalização.

Com o objetivo de reduzir os custos de armazenamento e transporte, e alcançar um armazenamento mais prolongado, as indústrias de processamento de sucos a nível mundial concentram os seus produtos por meio da evaporação à vácuo em vários estágios.

Segundo Fellows et al., (2006), as alterações na qualidade do alimento que resultam do tratamento de calor, relativamente severo, são minimizadas pelo projeto e pela operação do equipamento. A evaporação tem um maior consumo de energia que outros métodos de concentração, como por membrana e por congelamento. Entretanto, por meio da evaporação um maior grau de concentração pode ser obtido (Quadro 8).

Existem vários fatores que influenciam a taxa de transferência de calor durante a evaporação, determinando assim o tempo de processo e a qualidade dos produtos concentrados. Um dos fatores mais importante é a diferença de temperatura entre o vapor d'água e o líquido em ebulição, que pode ser elevada com o aumento de pressão e temperatura do vapor ou com a redução da temperatura do líquido em ebulição por meio da evaporação sob vácuo parcial. Nos evaporadores comerciais à vácuo, o ponto de ebulição do produto pode ser reduzido em 40°C.

Com as exigências constantes dos consumidores por produtos com sabor, aroma, aparência e corpo semelhantes aos dos sucos frescos, cientistas e processadores têm

Operações	Equivalência de vapor (custo por Kg de água dividido pelo custo equivalente de vapor)	Máxima concentração possível (° Brix)
Ultrafiltração	0,001	28
Osmose reversa	0,028	30
Concentração por congelamento	0,090 – 0,386	40
Evaporação de triplo efeito sem recuperação de aroma	0,370	80
Evaporação de triplo efeito sem recuperação sem aroma	0,510	80

Quadro 8. Comparação da eficiência energética de diferentes técnicas de evaporação (THIJSEN, 1970).

tentado desenvolver novas técnicas para manter as características de suco extraído na hora, no concentrado e, finalmente, no suco reconstituído (JIAO; CASSANO; DRIOLI, 2004).

O alto consumo de energia, a formação de sabor estranho, mudanças de cor e a redução do valor nutricional, devido aos efeitos térmicos, são os principais inconvenientes dos processos tradicionais de evaporação. Técnicas alternativas à evaporação térmica visando à obtenção de produtos estáveis, capazes de reter o máximo possível as propriedades físico-químicas, sensoriais e nutricionais da fruta fresca, envolvem a crioconcentração e os processos com membranas (ONSEKIZOGLU; BAHCECI; ACAR, 2010)

A crioconcentração é uma operação que requer um consumo significativo de energia e um nível de concentração limitado em torno de 40°Brix, valores mais baixos dos alcançados pela evaporação, a qual atinge uma concentração entre 60 e 65°Brix (CASSANO et al., 2003).

Processos de membranas são cada vez mais usados para concentrar sucos de frutas termo-sensíveis e extratos vegetais. A sua capacidade para operar a temperaturas e pressões moderadas significa um baixo consumo de energia e a obtenção de um

concentrado de boa qualidade. No entanto, a principal desvantagem desses processos é a sua incapacidade para alcançar os níveis de concentração padrão como aqueles obtidos pela evaporação, devido às limitações resultantes da elevada pressão osmótica utilizada, se restringindo a concentração final de sucos de fruta entre 25 e 35° Brix, em se tratando da osmose inversa (CISSÉ et al., 2011).

Evaporação osmótica, também chamada de destilação osmótica, é uma tecnologia com um bom potencial para a concentração a baixas temperaturas de sucos de frutas tropicais que, além de manter as características físico-química, bioquímica, nutricionais e sensoriais da matéria-prima, pode atingir concentrações em torno de 65°Brix partindo de sucos clarificados. Porém, poucos estudos têm sido realizados até agora em escala semi-industrial (CISSE et al., 2005; VAILLANT, FABRICE et al., 2005; CISSÉ et al., 2011).

2.7 Principais Fontes dos Açúcares Utilizados nas Indústrias de Alimentos

2.7.1 Cana-de-açúcar

A cana de açúcar tem a sua importância atribuída à sua múltipla utilização, sendo empregada na forma *in natura*, como forragem para alimentação animal, como também matéria-prima para a fabricação de rapadura, melado, aguardente, açúcar e álcool. O Brasil ocupa a primeira posição no *ranking* da produção mundial, com 27%, seguido pela Índia e pela Austrália (MAULE; MAZZA; MARTHA JÚNIOR, 2001).

Existem diversos tipos de açúcar para vários destinos, seja para o consumidor final, como a refinaria, seja para os outros segmentos do mercado industrial de alimentos e bebidas, cada qual com seu valor no mercado. Do setor da sucroquímica pode ser obtida a glicose, frutose, glicerina, ácidos, sorbitol, sucralose, entre outros. De outras fermentações podem ser obtidos acetona, antibióticos (penicilina, tetraciclina), enzimas industriais (amilases, proteases), vitaminas (C, B2, B12), aminoácidos (lisina, fenilalanina) e insumos biológicos para a agricultura, bioinseticidas e fertilizantes (WAACK et al., 1998).

2.7.2 Beterraba

Os países produtores de açúcar de beterraba, que correspondem aproximadamente somente 12% da produção de açúcar do mundo (FAO, 2013), geralmente não atendem à demanda, necessitando assim importar açúcar de cana de outros países. Em relação à produtividade, a extração de açúcar da cana-de-açúcar apresenta um percentual de 60%, já na beterraba este percentual cai para 15% a 20%, sendo mais vantajoso economicamente produzir açúcar de cana. O que impede o efetivo cultivo em alguns países é o clima, uma vez que a cana-de-açúcar se desenvolve em regiões de clima tropical. Com isso, a Rússia, países da União Europeia e os Estados Unidos, os maiores produtores de beterraba sacarina do mundo, estão constantemente em busca de otimização e melhoramento dos processos de extração de açúcar da beterraba, visando elevar o rendimento. Dentre estes, somente Ucrânia e os países da União Europeia figuram no mercado como exportadores significativos de açúcar de beterraba (CHEMELLO, 2005).

Sendo a beterraba açucareira o maior competidor mundial do açúcar da cana-de-açúcar, os países da União Europeia subsidiam a produção do açúcar de beterraba para reduzir os gastos com as importações do açúcar de cana produzido nos trópicos (ABRAMOVAY, 2002).

2.7.3 Milho – High Fructose Syrup (HFS)

A despolimerização do amido em sub-unidades conhecidas como dextrose foi uma alternativa atraente ao uso da sacarose. Avanços na tecnologia de refinamento, de isomerização e de separação possibilitaram, na década de 60, a produção de xarope de alto teor de frutose, HFS, a partir do amido de milho. A dextrose, portanto, não é um eficiente substituto à sacarose principalmente em bebidas, pois apresenta um baixo poder edulcorante. Embora a sacarose extraída da beterraba, arroz, trigo, batata e mandioca possam ser usados para produzir HFS (*High Fructose Syrup*), o milho é a matéria-prima mais utilizada para esta finalidade, pois apresenta baixo custo devido a sua elevada produção (WHITE; OSBERGER, 2001).

Vários tipos diferentes de HFS foram produzidos inicialmente para atender à necessidade das indústrias de refrigerantes, porém após várias pesquisas e otimizações nos processos, o xarope contendo 55% de frutose foi determinado como

o mais aceito comercialmente, sendo utilizado também em sorvetes e sobremesas congeladas. Por outro lado, o xarope com 42% de frutose é utilizado em frutas enlatadas, condimentos e outros alimentos processados que necessitem um dulçor moderado para não mascarar seus sabores naturais. O xarope super doce, HFS a 90%, é utilizado em alimentos naturais e *light*, nos quais é aplicado em pequena quantidade, para promover o dulçor necessário (GRATÃO et al., 2004).

A vantagem da utilização da frutose está relacionada aos seus atributos físicos e funcionais para aplicação em bebidas e alimentos, incluindo o dulçor, intensificadora de sabor, agente umectante, promotora de cor, redutora do ponto de congelamento e reguladora da estabilidade osmótica. Outra vantagem de sua utilização é devido a sua eficiência na saciedade, aplicação em alimentos para diabéticos insulino-dependentes, alimento em dietas parenterais e como suplemento para resistência de atletas (MAYES, 1993).

2.7.4 Açúcar invertido

A produção de xarope de açúcar invertido pode ser efetuada através de hidrólise ácida da sacarose. O produto é composto por frutose, glicose e sacarose e quando aquecido na presença de outros alimentos, provoca aumento das reações de Maillard, conferindo um escurecimento e ressaltando o sabor nos alimentos. Esta é uma característica importante do açúcar invertido para os alimentos nos quais estas reações são desejáveis como parte do processo, como os caramelos, doce de leite, balas moles entre outros produtos (JAMES; CHUNG; 1993; ESTELLER et al., 2004).

Outra característica importante e que este açúcar possui um maior valor agregado do que a sacarose pura e com isso aumenta a viabilidade econômica do seu processo produtivo (GLAZER; NIKAIDO, 2007).

Encontrado naturalmente no mel, o açúcar invertido é constituído de 38% de frutose, 31% de glicose, 1% de sacarose, 17% de água e 9% de outros açúcares. Além de ser um açúcar natural, apresenta um poder adoçante em torno de 70% superior ao da sacarose, possui propriedades antioxidantes, é mais resistente a contaminações microbiológicas, pode ser estocado em elevada concentração (80%), sem o risco de

cristalizar. Essas propriedades contribuem para aumentar seu uso em vários produtos alimentícios (SINGH; DHALIWAL; PURI, 2007).

O xarope comercial tem composição em torno de 25% de sacarose e 50% de açúcares redutores. Esse produto possui inúmeras aplicações nas indústrias de refrigerantes, de alimentos e farmacêuticas, devidas às suas vantagens acima citadas (DE CANA, 2001).

2.7.5 Bagaço de maçã

Na Alemanha, o processamento de suco de maçã gera em média de 35% de bagaço úmido como resíduo, isto equivale aproximadamente 250 mil toneladas por ano. O destino desse sub-produto é para a produção de adoçantes naturais como o Herbasweet e o Herbarom. Esses adoçantes são comercializados como um extrato aquoso de açúcares a 65 – 70° Brix de coloração escura. Também é comercializado como um adoçante incolor de maçã obtido por meio da remoção da cor e do aroma do extrato aquoso de açúcares por desionização e concentrado a 70 – 80° Brix (ENDREB, 2000).

O Quadro 9 apresenta os teores dos açúcares maioritários presentes nos sucos de frutas mais comercializados. Esses valores considerados como normais para a distribuição refletem os valores médios encontrados na literatura.

Tipo de sumo	Sacarose	Glucose	Frutose	Taxa de Glucose : Frutose
Maçã	14	25	60	0,3-0,5
Laranja	40	23	25	0,9-1,0
Ananás	45	25	25	0,9-1,2
Uva	6	67	65	0,9-1,1

Quadro 9. Açúcares maioritários em sucos de frutos expressos em g/L (HAMMOND, 1996).

2.7.6 Padrão de Identidade e Qualidade dos Adoçantes

A Portaria nº 38 do Ministério da Saúde de 13 de janeiro de 1998 define adoçantes de mesa como produtos formulados para conferir o sabor doce aos alimentos e bebidas, podendo conter e ser formulados à base de edulcorantes naturais e/ou artificiais, desde que permitidos pela legislação. Os aditivos permitidos em sua formulação encontram-se especificados e quantificados pela Portaria nº 39, de 13 de janeiro de 1998. O padrão microbiológico para alimentos, edulcorantes, adoçantes de mesa e similares, descrito pela Resolução da ANVISA- RDC nº 12, de 2 de janeiro de 2001, estabelece que tolera-se 2 unidades formadoras de colônias (UFC/g), de coliformes a 35°C em amostra indicativa, e em amostra representativa de 5 elementos, um deles pode conter no máximo 2 UFC/g de coliformes a 35°C. Segundo a ANVISA, o produto adoçante de maçã pode ser enquadrado no grupo de “Adoçante de mesa”, o qual apresenta o padrão de identidade e qualidade acima descrito.

O Quadro 10 apresenta as principais características dos açúcares utilizados como ingredientes das formulações nas indústrias de alimentos.

Tipo de açúcar	Propriedades (%)							
	sólidos	água	poder dulçor*	sacarose	frutose	dextrose	maltose	outros
mel	81	17,2	97	1,31	38,2	31,3	7,3	1,5
açúcar-de-cana	100	-	100	100	-	-	-	-
açúcar invertido (a)	77	23	110	46	25	27	-	2
açúcar invertido (b)	77	23	120	3	45	48	-	4
dextrose anidra	91	9	75	-	-	100	-	-
xarope glicose 42 DE	80	20	50	-	-	19	14	67
frutose cristalina	99	1	170	-	100	-	-	-
xarope frutose (HFS)	80	20	140	-	86	13,5	-	-

(a) inversão parcial; (b) inversão total
% em relação à sacarose*

Quadro 10. Principais características dos açúcares utilizados como ingredientes nas formulações nas indústrias de alimentos (ESTELLER et al., 2004).

2.8 Alternativas Para o Aproveitamento dos Resíduos Obtidos no Processamento do Melão (*Cucumis melo* L)

Cerca de um terço dos alimentos, o que equivale a 1,3 bilhão de toneladas de alimento produzidos por ano no mundo, é desperdiçado por ano. Os países emergente e os desenvolvidos desperdiçam aproximadamente a mesma quantidade de alimentos. No entanto, eles seguem um padrão diferente de desperdício. Nos países mais pobres ou em desenvolvimento, a maior parte dos alimentos é perdida durante o processo de produção e transporte. Já nas nações mais ricas, a maior parte do desperdício acontece quando os alimentos já foram comprados pelos consumidores. Nos países ricos, muitos alimentos vão para o lixo antes mesmo de expirar a data de validade. As médias de desperdícios per capita também são muito maiores em países industrializados. Na Europa e América do Norte, cada pessoa desperdiça entre 95 a 115 quilos de alimentos por ano. Na África Subsaariana, a média per capita é de 6 a 11 quilos (GUSTAVSSON et al., 2011).

A agroindústria tem se expandido cada vez mais a nível global para atender à crescente demanda populacional por alimentos. Dentro desse contexto, o Brasil, com sua economia fortemente baseada no agronegócio, contribui para a geração de grande quantidade de resíduos agroindustriais resultantes das atividades de processamento. Esses resíduos, em muitas situações, além de acarretar problemas econômicos, representam outro grave problema, pois aparentemente sem aplicação viável, são descartados diretamente no meio ambiente.

A obtenção de novos materiais, produtos, co-produtos e substâncias químicas a partir de resíduos agroindustriais, além de reduzir o impacto ambiental, têm encontrado espaço e vem sendo desenvolvida, motivada pela demanda do mercado pela disponibilização e valorização dos produtos gerados. Dessa forma, a mudança do conceito de resíduo para matéria-prima direcionada para a produção de novos produtos aperfeiçoará a eficiência da cadeia agroindustrial (ROSA et al., 2011).

A casca e o resíduo da polpa de melão minimamente processado constituem matéria-prima para a elaboração de compota, doce, doce glaceado e geleia, aceitáveis sensorialmente por consumidores. Os produtos obtidos a partir de resíduos da casca

78 Revisão da Literatura

do melão apresentaram maiores teores de cinzas, proteínas e fibras alimentar, em relação aos obtidos do resíduo da polpa (MIGUEL et al., 2008).

Conforme Rashid et al., (2011), explorar a semente do melão para a produção do biodiesel resultou em uma conversão de 89,5% de biodiesel produzido pelo óleo da semente de melão nas seguintes condições operacionais: razão molar metanol/óleo (5,8:1), tempo de reação (72,5 min.), concentração do catalisador (0,79%) e temperatura da reação (55°C). As duas últimas variáveis mostraram grande influência na formação de éster do que as outras. As propriedades do biodiesel satisfizeram o padrão americano da (*American Society for Testing and Materials* - ASTM D6751) e o europeu (EU14214).

Outro estudo demonstrou que a co-digestão da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos com 30% de resíduos de melão aumentaram a biodigestão dos resíduos sólidos orgânicos e a produção de biogás (ANJUM et al., 2012).

Junior et al., (2005) desenvolveram um trabalho que tinha como objetivo avaliar o valor nutritivo dos subprodutos da indústria processadora de frutas, tendo em vista seu uso como fonte alimentar alternativa para suprir as necessidades do rebanho de ovino, melhorando a eficiência do manejo alimentar. O subproduto de abacaxi era composto por cascas e polpa prensada; o de acerola, basicamente por sementes, com baixa porcentagem de frutos refugados; o de goiaba, por sementes e polpa macerada; e os subprodutos de maracujá e melão eram compostos por cascas e sementes. Os subprodutos de abacaxi, maracujá e melão caracterizaram-se por possuírem um bom valor nutritivo, podendo ser utilizados na alimentação de ruminantes. Existem limitações na utilização dos subprodutos da acerola e da goiaba na alimentação de ruminantes, necessitando maiores estudos, como a utilização de tratamentos químicos ou físicos que visem melhorar o valor nutritivo destes subprodutos.

Al-sayed e Ahmed, (2013) avaliaram algumas propriedades físico-químicas das cascas em pó da melancia e do melão "sharlyn" e a sua utilização parcial, substituindo a farinha de trigo nos níveis de 2,5%, 5,0%, e 7,0% e, em outro tratamento, os níveis de gordura de 5,0%, 10% e 15%, com uma fonte natural de fibras dietéticas e antioxidantes na fabricação de bolo. A formulação desenvolvida foi bem sucedida e

mostrou que as cascas da melancia e do melão sharlyn são boas fontes de compostos fenólicos e fibras dietéticas. Os bolos formulados com a substituição parcial da farinha ou da gordura, com 5% de pó de casca de melancia ou de melão têm mais componentes bioativos quando comparados com o bolo preparado com 100% de farinha. A utilização das cascas da melancia e do melão contribuiu com uma boa atividade antioxidante aumentando a vida de prateleira do bolo. A substituição de 5% da farinha de trigo é recomendada para produzir um bolo aceitável. De uma maneira geral recomenda-se que a utilização dessa nova tecnologia seja incentivada entre as indústrias de alimentos favorecendo a comercialização de matérias primas locais a serem utilizadas nas formulações dos produtos de panificação, aumentando a quantidade de componentes funcionais e a atividade antioxidantes dos produtos elaborados.

Malacrida et al., (2008) determinaram a composição centesimal das sementes de melão amarelo (*Cucumis melo* L.) híbrido AF-522, e avaliaram a atividade antioxidante do extrato etanólico de suas sementes, quando adicionado ao óleo de soja. As sementes de melão demonstraram uma importante fonte de proteínas, lipídios e fibras, podendo ser aproveitadas no desenvolvimento de produtos alimentícios destinados ao consumo humano, desde que comprovada à ausência de substâncias tóxicas ou alergênicas. Como parâmetro de comparação foi utilizado o antioxidante sintético butil-hidroxitolueno (BHT). Os extratos de semente de melão (EM) foram capazes de reduzir a taxa de oxidação lipídica do óleo de soja a 60°C, porém não atingiram a eficiência do BHT após dez dias de armazenamento. A atividade antioxidante dos diversos tratamentos testados neste estudo decresceu na sequência: BHT > EM 1.000mg/kg = EM 750 mg/kg > EM 500 mg/kg > controle.

Os experimentos realizados com percentuais de 5%, 10% e 15% e 20% de glicerina bruta na biomassa mostraram que o composto formado gerou resultados favoráveis em relação aos aspectos do alto poder calorífico em comparação ao do carvão vegetal, boa resistência física, alta densidade, baixa teor de umidade e de cinzas, além de facilidade de armazenamento e transporte. Os briquetes formados podem ser consumidos em diversos seguimentos, desde a uma churrasqueira residencial, padarias, pizzarias a grandes setores industriais. A formação do composto estudado

pode contribuir não só pelos aspectos econômico e social, como também ambiental (SANT'ANNA et al., 2012).

2.8.1 Aproveitamento do produto ou sub-produto obtido na microfiltração do suco do melão

O suco clarificado do melão cantaloupe apresenta propriedades nutricionais que tem características físico-químicas comparáveis ao do suco do melão *in natura*, exceto pela ausência de sólidos suspensos e carotenoides que permaneceram totalmente concentrados no retido. O retido apresenta uma cor de laranja brilhante, devido à alta concentração de betacaroteno. Por um lado, o suco de melão clarificado e concentrado pode ser comercializado como ingredientes para formulações de *blends* contribuindo com açúcares de frutas e aroma específico para os novos produtos. Por outro lado, o retido pode ser comercializado como um suco com alto teor de polpa enriquecido de provitamina A, ou pode ser utilizado como matéria-prima para extrair o betacaroteno (VAILLANT et al., 2005a).

No Brasil, a adoção da tecnologia de separação por membrana pelas indústrias de processamento de sucos ainda se encontra em uma fase inicial, conseqüentemente a disponibilidade da oferta dos resíduos ou co-produtos oriundos dessa tecnologia é reduzida em comparação com os resíduos gerados nas operações iniciais do processamento do suco. Muitos nichos de mercados podem ser explorados com a comercialização dos co-produtos obtidos pela transformação desses resíduos, desde um simples doce ou geleia até um composto bioativo que poderá ser utilizado contra o câncer.

A exploração das alternativas existentes de aproveitamento do sub-produto oriundo da microfiltração nos possibilitará agregar valor à matéria prima; gerar trabalho e renda; reduzir os custos de produção, os danos ao meio ambiente e o desperdício dos alimentos; como também combater a fome, a desnutrição e as demais doenças que afligem a humanidade.

2.9 Considerações Finais da Revisão

Os resultados a serem alcançados com este trabalho possibilitarão aprofundar as informações existentes na literatura, ampliar o conhecimento sobre o tema em questão, reduzindo as lacunas presentes na pesquisa à respeito dos seguintes aspectos:

- a) Principais características físico-químicas e do perfil aromático da polpa e do suco de melão (*Cucumis melo* var *inodoro*) clarificado por microfiltração tangencial;
- b) Eficiência das resinas poliméricas na captura dos compostos aromáticos do suco de melão (*Cucumis melo* var *inodoro*) clarificado por microfiltração tangencial;
- d) Condições operacionais ideais para a concentração do suco de melão (*Cucumis melo* var *inodoro*) clarificado e desaromatizado;
- e) Processo de obtenção de uma base natural de melão (*Cucumis melo* var *inodoro*) rico em açúcares, clarificada, desaromatizada e concentrada para ser utilizado como insumo nas formulações de bebidas de frutas.

Capítulo 3
MATERIAL E MÉTODOS

3 MATERIAL E MÉTODOS

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Processos Agroindustriais da Embrapa Agroindústria Tropical, em Fortaleza-CE e na Plataforma de Tecnologia Agroalimentar da Unidade Mista de Pesquisa – UMR Qualisud, pertencente ao Centro de Cooperação Internacional de Pesquisa Agronômica para o Desenvolvimento (Cirad), localizado em Montpellier – França, como parte do doutorado sanduiche.

3.1 Matéria-prima

O melão (*Cucumis melo var inodorus*) tipo comercial Amarelo foi definido como a matéria-prima deste estudo. Foi adquirido um lote de 300 kg de amostra da safra de 2012/2013, oriundo de uma produção comercial localizada no Agropolo Assú-Mossoró (RN). Os melões foram fornecidos por um distribuidor localizado no Centro de Abastecimento de Fortaleza, CE (Ceasa).

A matéria-prima foi adquirida no estágio de maturação comercial, transportada a temperatura ambiente em contentores de polietileno de capacidade de 20 kg e armazenadas a temperatura de 5°C no Laboratório de Processos Agroindustriais da Embrapa Agroindústria Tropical.

3.2 Equipamentos

3.2.1 Prensa expeller:

Prensa em aço inoxidável com eixo helicoidal contínuo, marca INCOMAP, modelo 300, trifásico, munida de um sistema motoredutor de 2,2 kW/380 V. O modelo tem uma capacidade média de processar 300 kg/h de frutos *in natura*. No interior da prensa, uma tela de 1,0 mm de abertura permite passar o suco com baixo teor de polpa, retendo os resíduos (cascas, sementes e fibras) dos frutos. Esses resíduos são levados para a extremidade final do equipamento, por meio do movimento do eixo helicoidal. No final do eixo helicoidal existe uma placa sobre a qual se encontra instalada uma mola que durante a sua deformação gera uma força que fecha ou abre parcialmente a saída dos resíduos. Isso permite um aumento gradual da pressão aplicada sobre o fruto no início ou durante a operação (Figura 2). Durante o processamento da polpa do melão a pressão foi mantida constante nos três processos avaliados.

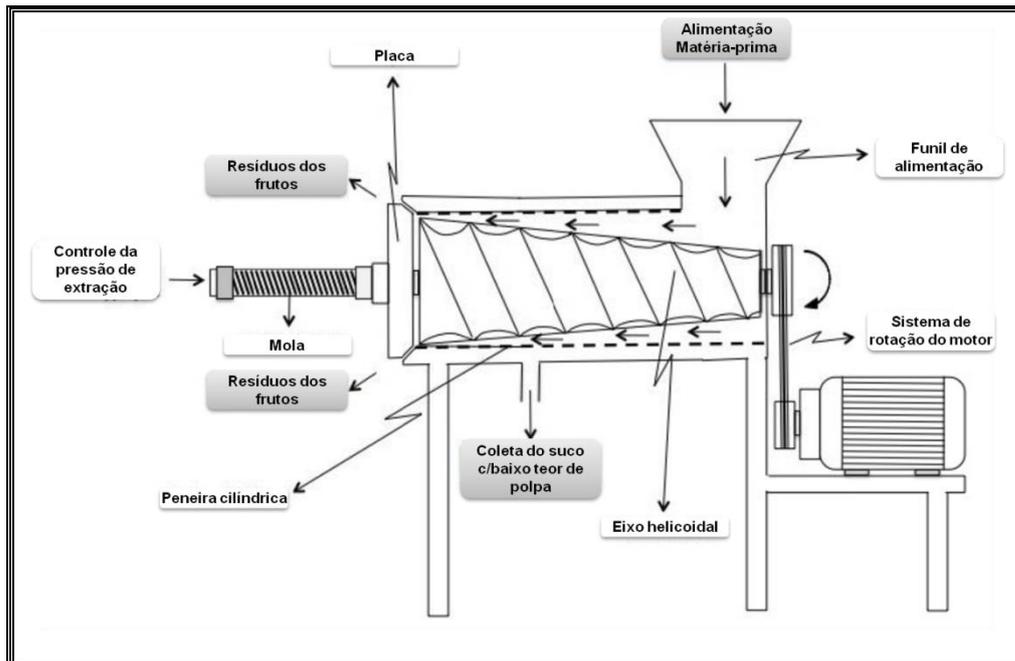


Figura 2. Representação esquemática da prensa helicoidal INCOMAP 300 utilizada na 1ª Etapa experimental (ABREU, 2012), traduzido pelo autor.

3.2.2 Despolpadeira:

Despolpadeira em aço inoxidável, marca BONINA, modelo 0,25 df com peneira de 0,8 mm, capacidade para 300 kg de frutos por hora, motor 1CV monofásico e chave elétrica.

3.2.3 Triturador:

Triturador marca *ROBOT COUP*, modelo R502 VV com motor trifásico de 230 V/50-60 Hz, potência de 1300 W e com velocidades de 300 a 3000 rpm.

3.2.4 Reator enzimático

Montado nas instalações do Laboratório de Processos Agroindustriais da Embrapa Agroindústria Tropical. O equipamento compreende um tanque em aço inoxidável de parede dupla com capacidade de 15 L, válvula de descarga, agitador com rotação regulada e um banho-maria que faz circular água com temperatura controlada no tanque de inox encamisado (Foto 1).



Foto 1. Reator enzimático.

3.2.5 Piloto de microfiltração tangencial

Piloto de laboratório TIA (Técnicas Industriais Aplicadas, Bolléne - França) possui membranas tubulares tipo monocaudal de 0,2 μm de diâmetro médio de poros, em alumina, de marca MEMBRANOX fabricada pela Pall Exekia, Bazet - França. O sistema compreende um tanque de alimentação de capacidade de três litros, com quatro módulos de membranas dispostas em série, possuindo cada membrana 0,0055m² de área de filtragem. A temperatura é controlada por meio de um trocador de calor instalado no módulo de membranas e monitorado por um termômetro digital.

Uma bomba positiva Nemo de 0,74 kW permite introduzir sob pressão a polpa do melão no piloto de microfiltração tangencial. A velocidade tangencial de circulação do fluido é fixada em 6,0 m/s² e a fração retida circula de modo contínuo no sistema. O piloto possui um volume morto de aproximadamente 1,1 L que corresponde ao volume do produto retido na bomba, dutos e nas membranas, no final do processo. A Figura 3 apresenta o modelo esquemático do piloto de laboratório de microfiltração tangencial.

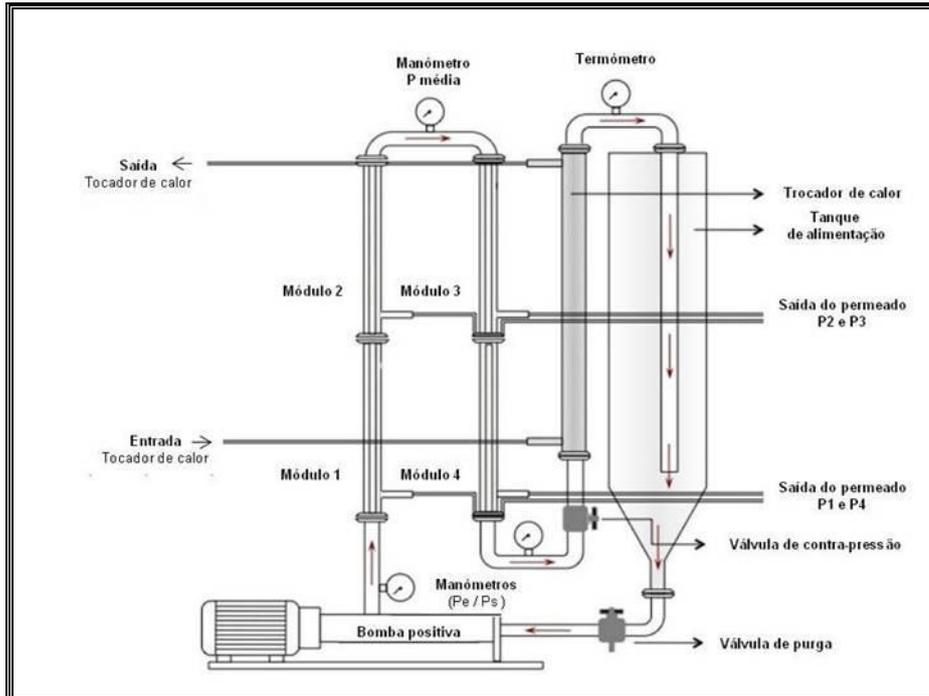


Figura 3. Representação esquemática do piloto de laboratório de microfiltração tangencial utilizado na 2ª Etapa experimental (ABREU, 2012), traduzido pelo autor.

A pressão transmembranar média (P_{tm}) é calculada dentro de cada módulo a partir das pressões de entrada (P_e) e de saída (P_s). Durante os experimentos as pressões transmembranares são ajustadas por meio de uma válvula de contra pressão que permite ajustar a pressão de entrada (P_e). As pressões são monitoradas por meio dos manômetros instalados no piloto e a pressão transmembranar média de cada módulo é calculada conforme as equações 1, 2, 3 e 4.

$$P_{tm1} = \frac{7P_e + P_s}{8} \quad (1) \quad P_{tm2} = \frac{5P_e + 3P_s}{8} \quad (2)$$

$$P_{tm3} = \frac{3P_e + 5P_s}{8} \quad (3) \quad P_{tm4} = \frac{P_e + 7P_s}{8} \quad (4)$$

3.2.6 Coluna de desaromatização experimental

O sistema compreende de um *erlenmeyer* com capacidade de 0,5 L que contém o suco de melão clarificado que será desaromatizado. Por meio de uma bomba peristáltica, marca GILSON, modelo Miniplus 3, o suco é bombeado em fluxo

descendente, com a vazão controlada, a uma coluna de cromatografia. No interior da coluna se encontra depositado um leito de resina adsorvente no qual permeará o suco clarificado através de toda a sua extensão. O suco clarificado e desaromatizado é coletado no final da coluna.

3.2.7 Evaporador

Evaporador à *buller* de marca AURIOL com capacidade para 4 litros, possui uma fonte de aquecimento elétrico permitindo a regulação da temperatura e o vácuo é produzido por meio de uma bomba de anel líquido. O equipamento possui separador de vapor/líquido, condensador, um tanque para armazenar o condensado, entre outros acessórios.

3.3 Metodologia Experimental

A metodologia para a obtenção do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado foi dividida em quatro etapas descritas como:

1º Etapa: Processamento da polpa do melão congelada.

2º Etapa: Microfiltração tangencial da polpa do melão para obtenção do suco do melão clarificado.

3º Etapa: Desaromatização do suco de melão clarificado por adsorção em resinas.

4º Etapa: Concentração do suco do melão clarificado e desaromatizado.

O Diagrama 2 apresenta as etapas do experimento para a obtenção do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado.

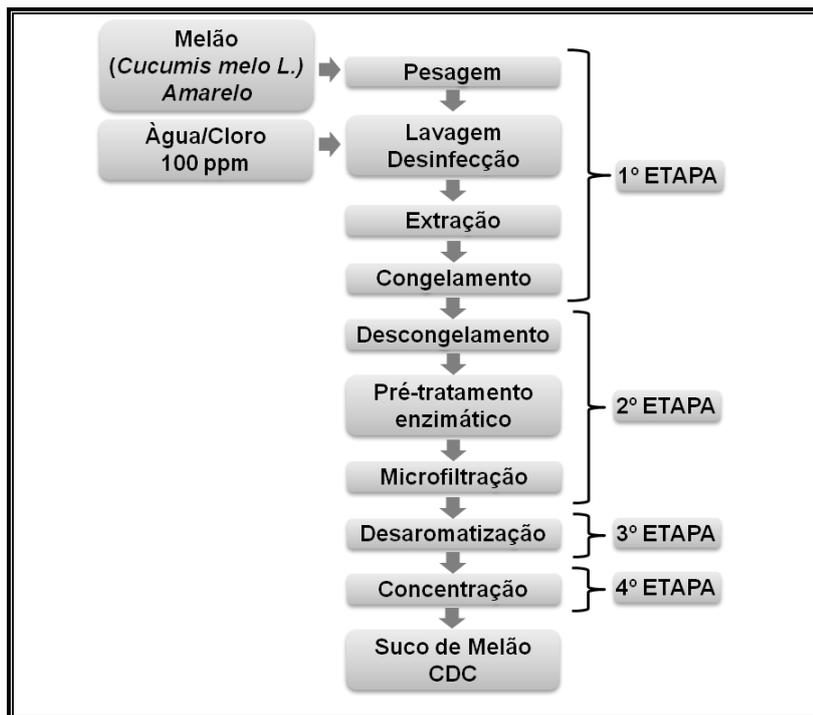


Diagrama 2. Etapas do experimento para a obtenção do Suco de Melão Clarificado, Desaromatizado e Concentrado (SMCDC).

3.3.1 **Processamento da polpa do melão congelada (1ª Etapa)**

Foram avaliados três diferentes fluxogramas de processamento da polpa do melão congelada, com objetivo de determinar a influência das condições operacionais de cada processamento, primeiro, no rendimento de polpa, e segundo, na intensidade da densidade do fluxo do permeado, durante a microfiltração das polpas obtidas. Os processos foram denominados como: Processamento Industrial Convencional (PIC), Processamento Integral com Pré-tratamento Enzimático (PIE) e Processamento Integral da Polpa (PIP).

• **Processamento Industrial Convencional (PIC)**

Os melões foram pesados, em seguida lavados em água corrente e sanitizados com água clorada a 100 ppm de cloro ativo durante 15 minutos. Os frutos foram cortados em metades, em seguida em fatias e estas em pedaços menores que foram prensados na prensa *expeller*. Os resíduos e o suco com baixo teor de polpa obtidos da prensagem foram levados à despulpadeira. Os resíduos novamente separados no despulpamento foram descartados. A polpa é envasada em embalagem de polietileno contendo em média 2 kg do produto e congelada a -20°C (Diagrama 3).



Diagrama 3. Etapas do Processamento Industrial Convencional (PIC) para a obtenção da polpa do melão congelada.

•Processamento Integral com Pré-tratamento Enzimático (PIE)

Os melões são pesados, lavados em água corrente e sanitizados com água clorada a 100 ppm de cloro ativo durante 15 min. Em seguida, os frutos são cortados em metades, após em fatias e estas em pedaços menores que são prensados na prensa *expeller*.

O produto obtido desta operação, ou seja, os resíduos e o suco com baixo teor de polpa são levados ao triturador. Em seguida, o material triturado é levado ao reator enzimático e tratado enzimaticamente com 200 ppm de Pectinex Ultra SP-L e Celuclast, respectivamente, a 30 °C durante 60 min.

O material obtido após o pré-tratamento enzimático é despoldado e em seguida os resíduos separados são descartados. A polpa foi envasada em embalagem de polietileno contendo em média 2 kg do produto e congelada a -20°C (Diagrama 4).

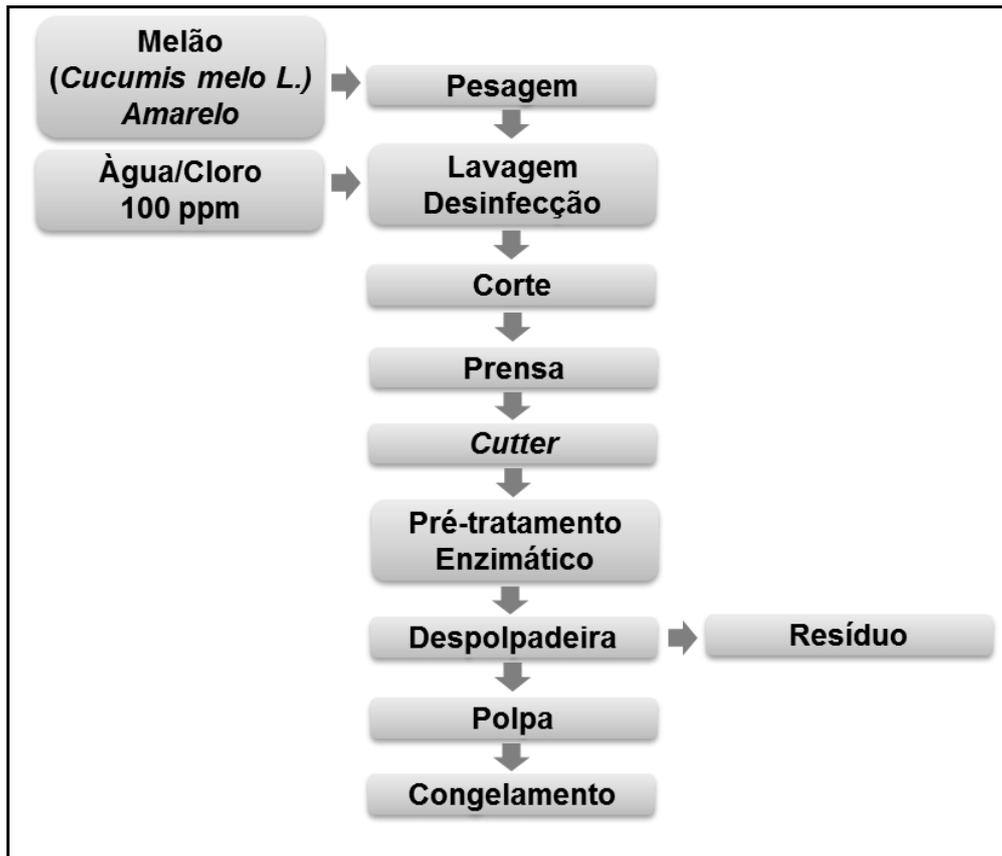


Diagrama 4. Etapas do Processamento Integral com Pré-tratamento Enzimático (PIE).

• **Processamento Integral da Polpa (PIP)**

Os melões foram pesados, lavados em água corrente e sanitizados com água clorada a 100 ppm de cloro ativo durante 15 min. Os frutos foram cortados em metades e em seguida, foram retiradas as sementes.

As metades dos frutos sem as sementes foram cortadas em fatias, descascadas manualmente e em seguida, o mesocarpo do melão obtido das fatias descascadas foi cortado em pedaços menores, prensados e em seguida, despoldados.

O resíduo separado da polpa pela despoldadeira foi triturado e a pasta homogênea obtida foi misturada com a polpa do melão (Foto 2 A, B e C). A polpa foi envasada em embalagem de polietileno contendo em média 2 kg do produto e congelada a -20 °C (Diagrama 5).



Foto 2. Operações e produtos obtidos no Processamento Integral da Polpa (PIP): Prensagem (A), Despolpamento (B) e o produto obtido do triturador que é misturado com a polpa (C).



Diagrama 5. Etapas do Processamento Integral da Polpa (PIP).

3.3.2 Microfiltração tangencial da polpa do melão (2ª Etapa)

Compreende três operações distintas, descongelamento, pré-tratamento enzimático e a microfiltração tangencial da polpa do melão.

No final do pré-tratamento enzimático e da microfiltração tangencial da polpa do melão, operações estas realizadas nos ensaios definidos pelo delineamento

92 *Material e Métodos*

experimental, foram coletadas amostras de aproximadamente 150 g, envasadas em embalagens de vidro e congeladas a - 20 °C.

A polpa do melão congelada em embalagem de polietileno contendo em média 2 kg, é descongelada em câmaras de refrigeração a 5 °C. Uma amostra de polpa de melão congelada foi também reservada para análises.

O pré-tratamento enzimático foi realizado em condições controladas de tempo, temperatura e de concentrações de enzimas específicas encontradas na literatura. O tempo do pré-tratamento enzimático foi estabelecido entre 0 e 60 minutos, utilizando concentrações variando de 0 a 500 ppm das enzimas comerciais Celluclast e Pectinex UltraSP-L, ambas fabricadas pela Novozymes.

A temperatura do pré-tratamento mantida a 30 °C ($\pm 2^\circ$ C) corresponde à temperatura média das faixas das condições ótimas das enzimas utilizadas, conforme dados obtidos na literatura e às especificações do fabricante. Para o estabelecimento desta temperatura foi também considerado a média da temperatura do semiárido nordestino, região produtora da matéria-prima.

O pré-tratamento enzimático foi conduzido no próprio piloto de laboratório de microfiltração tangencial. A polpa do melão e as enzimas circulam constantemente no piloto durante o tempo estabelecido no delineamento experimental para cada ensaio. A circulação tem o objetivo de promover a homogeneização do complexo enzima – substrato durante o tempo do pré-tratamento enzimático.

Os níveis das condições ou das variáveis independentes acima relacionados, bem como os ensaios realizados, foram definidos no delineamento experimental detalhado no item referente à análise estatística.

Finalizado o pré-tratamento enzimático, iniciou a microfiltração da polpa do melão. As pressões são ajustadas em 4,9 e 1,1 bar de entrada e saída respectivamente, o que corresponde a uma pressão transmembrana média de 3 bar do piloto de microfiltração.

Os experimentos de microfiltração foram realizados com a recirculação dos permeados nos dois modos de condução utilizados descritos a seguir:

a) Condução do experimento no modo sem concentração

É realizado com recirculação ao tanque de alimentação dos permeados coletados durante as medições das densidades de seus fluxos. Isto permite limitar em 2 kg a quantidade de polpa utilizada em todos os ensaios, sem contribuir de forma negativa nos resultados.

A condução sem concentração tem como objetivo avaliar e otimizar a filtrabilidade da polpa do melão em função das variáveis operacionais. O retorno do permeado ao tanque de alimentação do piloto a cada 10 minutos e durante todo o experimento, mantém o Fator de Redução Volumétrica (FRV) entre 1,0 e 1,1.

A densidade do fluxo total do permeado do piloto de microfiltração foi medido a cada 10 minutos, durante 90 minutos de operação, em todos os ensaios. Também foi medido no início de todos os períodos de 10 minutos, por um tempo de 1 minuto, a densidade do fluxo dos quatro módulos de membranas individualmente. Cronômetro e provetas graduadas são posicionados na saída dos quatro módulos (Foto 3).

O volume obtido após a medição realizada por 1 minuto em cada módulo de membrana que compõe o piloto é reservado no recipiente localizado abaixo do suporte onde estão conectadas as mangueiras dos módulos (Foto 3).

Realizada essa medição durante 1 minuto, os permeados dos 4 módulos agora se acumularão no mesmo recipiente, durante os minutos seguintes até completar os 10 minutos estabelecidos. O volume do permeado coletado neste período de tempo retorna ao tanque de alimentação.

Desta forma, se obtém adicionalmente uma quinta medição da densidade do fluxo do permeado, que corresponderá à densidade do fluxo total do piloto de microfiltração.



Foto 3. Modo de condução do experimento sem concentração.

Os cálculos das densidades dos fluxos dos permeados foram efetuados utilizando a pressão média do piloto, como também as diferentes pressões transmembranares referentes aos 4 módulos de membranas.

Os dados obtidos serão utilizados para calcular e traçar as curvas das densidades dos fluxos volumétricos dos permeados (J), de cada módulo como também da média do piloto. Este parâmetro, que tem como unidade litro/hora/metro quadrado de membranas ($L/h/m^2$), é utilizado para avaliar a eficiência da microfiltração tangencial, sendo determinada pela medida do tempo necessário (t) para coletar um determinado volume de permeado (V) através de uma área específica de membrana (A) conforme a equação 5.

$$J = \frac{V}{A} \times t \quad (5)$$

b) Condução do experimento no modo com concentração

O modo com concentração é realizado somente em dois ensaios, sendo o primeiro aquele que não foi contemplado dentre os dezessete ensaios definidos no delineamento experimental, ou seja, o ensaio no qual as variáveis independentes, Celuclast, Pectinex e o tempo possuem níveis (0 ppm, 0 ppm, 0 min.), respectivamente. O segundo, é o ensaio dentre os dezessete realizados, que apresentou a melhor filtrabilidade da polpa do melão em função das variáveis independentes, durante a condução do experimento no modo sem concentração.

O modo com concentração foi realizado com a extração contínua do permeado e com a alimentação também contínua da polpa do melão no tanque de alimentação do piloto.

Este modo de condução compreende uma fase à volume constante e outra à volume variável. A primeira fase se realiza à volume constante, ou seja, mantendo regularmente o mesmo volume de polpa de melão no tanque de alimentação do piloto.

O experimento foi realizado com 10,5 kg de polpa e após o tratamento enzimático, uma amostra de 0,5 kg foi reservada para análises. As medições das densidades dos fluxos do permeado foram realizadas aplicando a mesma metodologia utilizada na condução do experimento sem concentração, porém sem retornar o permeado ao tanque de alimentação. Neste caso, para calcular o FRV é necessário contabilizar o permeado acumulado a cada 10 minutos de medições.

Após carregar o piloto e iniciar a microfiltração, o permeado foi recolhido continuamente a cada período de 10 minutos. Um volume de polpa de melão correspondente à mesma quantidade do permeado coletado foi adicionado à polpa que se encontra no tanque de alimentação do piloto. Esta operação é repetida durante o tempo necessário para microfiltrar os 10 kg de polpa de melão.

O volume da polpa do melão que alimenta continuamente o piloto (V_A) é igual ao volume de circulação da polpa no piloto (V_C), adicionado do volume extraído do permeado (V_p). O volume retido (V_R) corresponde ao volume que circula no sistema (V_C). O FRV é calculado conforme a equação 6.

$$FRV = \frac{V_A}{V_R} = \frac{V_C + V_P}{V_C} = 1 + \frac{V_P}{V_C} \quad (6)$$

A segunda fase do modo com concentração permite alcançar mais rapidamente FRV elevados. É denominada de modo de concentração à volume variável e se inicia no final da operação, quando não existe mais polpa para manter o volume constante no tanque de alimentação do piloto. Nesta fase, a metodologia é aplicada do mesmo modo que foi aplicado na 1^o fase, porém, o volume correspondente ao do permeado extraído não é mais compensado com a adição da polpa do melão no tanque de alimentação. Assim, o volume da polpa que circula no piloto diminui e o retido se concentra mais rapidamente durante o restante da microfiltração.

A operação é conduzida até chegar a um volume mínimo admissível no piloto. Nesse estágio a equação do FRV é alterada com relação à fase de concentração à volume constante, anteriormente realizada. Subtrai então no denominador da equação (6), o volume do permeado extraído unicamente durante a fase de concentração à volume variável (V_{PV}). O FRV nesse estágio é calculado conforme a equação (7)

$$FRV = \frac{V_C + V_P}{V_C - V_{PV}} \quad (7)$$

Os dados obtidos no final do experimento do modo de condução com concentração permitem quantificar a redução de massa atingida pela microfiltração tangencial, como também a resistência das membranas à colmatação.

A limpeza do piloto de microfiltração sempre é realizada imediatamente após a sua utilização, com a aplicação de procedimentos ou protocolos preconizados pelos fabricantes das membranas e encontrados na literatura. Antes do início e/ou término da limpeza do piloto a permeabilidade hidráulica do piloto é determinada a partir da medida da densidade do fluxo do permeado com água sob diferentes pressões aplicadas às membranas. Isto tem como objetivo de avaliar a eficiência da limpeza e a integridade das membranas.

3.3.3 Desaromatização do suco de melão clarificado (3ª Etapa)

Foi caracterizado inicialmente o perfil aromático da polpa do melão e do suco de melão clarificado por meio da análise de compostos de aroma por micro-extração em fase sólida (MEFS) e da cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa (CG-EM). Esses perfis foram comparados com os perfis das amostras dos sucos obtidos após a desaromatização.

Os compostos aromáticos presentes nas amostras foram identificados por meio da análise da intensidade dos picos gerados pelo cromatograma da amostra analisada. A intensidade do índice de retenção proposto por Kovats (IK), do pico de um determinado composto mostrado em um cromatograma, foi comparada com o (IK) de uma série de compostos já identificados. Esses compostos se encontram inseridos em uma biblioteca contida no programa utilizado. Outras bases de dados como Flavornet e Pherobase são consultadas com o objetivo de confirmar a identificação de cada composto aromático detectado pela (CG/EM).

A desaromatização foi realizada em escala de laboratório, utilizando uma coluna de adsorção de fluxo descendente em regime de batelada. Foram avaliadas duas resinas acrílicas, grau alimentício, denominadas Ambertlite XAD4 e XAD7HP. Ambas produzidas pela Rohm & Haas (Bremen, Germany), são utilizadas para remoção de compostos aromáticos e de amargor em sucos de fruta e autorizadas para uso em alimentos pelo *Food and Drug Administration* (FDA).

Uma bomba peristáltica previamente regulada a um determinado fluxo e conectada a um *erlenmeyer* que contém aproximadamente 500 mL de suco clarificado, alimenta uma coluna de cromatografia na qual está compactado o leito de resina. Nesse sistema fechado, haverá o controle da velocidade do fluxo de circulação do suco e a operação ocorrerá a temperatura ambiente.

Normalmente, para uma coluna cromatográfica de 60 cm de altura, é preferível preenche-la com no mínimo 100 mL de resina, porém por razão de matéria-prima limitada, um volume de 20 mL de resina foi definido como 1 Volume do Leito, ou 1 *Bed Volume* (BV). Esta medida corresponde à quantidade de resina que forma o leito no interior da coluna cromatográfica.

98 *Material e Métodos*

Foram avaliados os efeitos das variáveis, resina e vazão do fluxo do suco de melão clarificado, sobre os compostos aromáticos remanescentes no suco desaromatizado. A desaromatização foi avaliada nos fluxos de 3, 6, 8, 10, 12, 18 e 24 BV/h (*bed volume* por hora), que correspondem aproximadamente a 60, 120, 160, 200, 240, 360 e 480 mL/h, respectivamente. Em cada operação foram coletadas amostras de aproximadamente 5 mL, a cada 10 minutos e durante 180 minutos de operação. As amostras foram analisadas por micro-extração em fase sólida e cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa.

Antes de carregar a coluna, a resina pesada é hidratada em água destilada a 40°C durante 30 min. Em seguida é lavada para a retirada de possíveis resíduos de sais conservantes presentes na resina.

Para evitar que o fluxo do suco arraste a resina da coluna, uma pequena mecha de algodão hidrófilo foi posicionada na base interna da coluna. Acima dele foi colocado também uma primeira tela circular fina confeccionada com fios de aço inoxidável com aproximadamente o mesmo diâmetro da coluna. A tela servirá como um suporte para compactar a resina que ficara sobre a mesma, como também funcionará como outra barreira de contenção da resina na coluna.

A coluna foi previamente preenchida com 30 mL de água destilada, em seguida com a resina hidratada e lavada, sempre imersa em água destilada. Após a acomodação da resina sobre a tela no interior da coluna, é importante verificar se bolhas de ar podem ter sido aprisionadas no interior do leito de resina. É necessário retirá-las para não comprometer a adsorção dos compostos aromáticos. Deslizando um fino fio metálico no interior da coluna permite a liberação das bolhas de ar acumuladas no leito da resina e acomoda as partículas de resina segundo o seu diâmetro, aumentando a eficiência de adsorção da resina. Em seguida, a segunda tela de aço inoxidável é posicionada sobre a superfície do leito da resina no interior da coluna, para impedir a descompactação do leito durante os 180 minutos de operação.

Durante o experimento, é necessário que permaneça constantemente uma coluna mínima de 2 BV acima da superfície do leito da resina (Foto 4). Em caso de interrupção

do experimento as válvulas de alimentação e de saída do suco serão fechadas a fim de assegurar a imersão completa das resinas no suco clarificado.

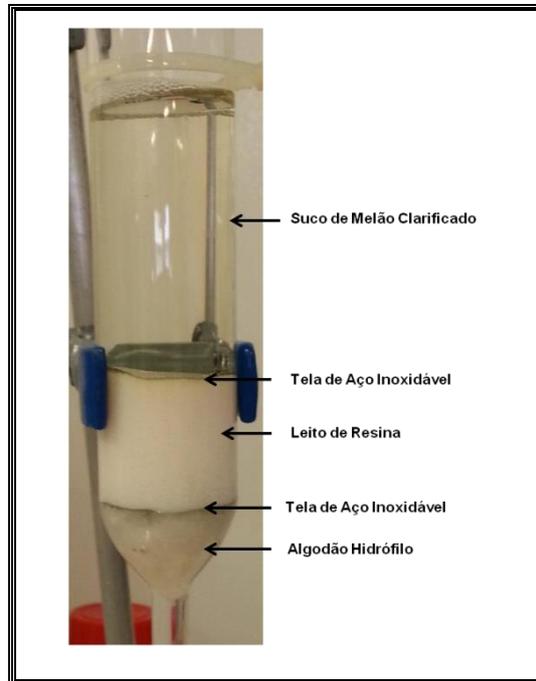


Foto 4. Coluna de desaromatização.

O suco clarificado é então bombeado a uma vazão de fluxo constante e a temperatura ambiente, passando através do leito da resina que adsorverá os compostos aromáticos. As amostras do suco de melão clarificado e desaromatizado são coletadas em embalagens de vidro a cada 10 minutos e congeladas a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

A lavagem e regeneração das resinas foram realizadas após cada operação conforme as recomendações dos fabricantes as quais foram apresentadas na metodologia. Após utilização, as resinas são reaproveitadas, para tanto são lavadas com NaOH (0,1 – 0,5%) 3 vezes, e em seguida deixadas em repouso com NaOH na mesma concentração durante três dias efetuando uma troca durante o período. Uma última lavagem é feita com água destilada para remoção do NaOH e então as resinas são armazenadas em metanol P.A. sob refrigeração até a próxima utilização.

3.3.4 Concentração do suco de melão clarificado e do suco de melão clarificado e desaromatizado (4^o Etapa)

O objetivo desta etapa foi avaliar o impacto das condições operacionais pressão/temperatura nas principais características físico-químicas, no perfil aromático e na formação de neocompostos nos produtos concentrados obtidos do suco clarificado e do suco clarificado e desaromatizado.

O suco de melão clarificado foi concentrado à vácuo e à pressão atmosférica utilizando um concentrador à *buller* (Foto 5) nas pressões de (0,2; 0,5 e 1,0 bar), correspondendo às temperaturas aproximadamente de 60; 82 e 100 °C, respectivamente. As amostras retiradas durante a concentração, assim como o produto concentrado e o condensado obtido no final da concentração foram envasados em embalagens de vidros e congelados a temperatura de -20 °C.



Foto 5. Concentrador à *buller* Auriol.

A condição operacional de processo que obteve o suco de melão clarificado e concentrado com as melhores características físico-químicas foi adotada na concentração do suco de melão clarificado e desaromatizado.

A concentração dos dois produtos nos fornecerá dados para avaliarmos as duas operações separadamente, ou seja, avaliarmos a eficiência da concentração e da desaromatização na eliminação dos compostos aromáticos e na formação de neocompostos nos produtos finais.

O protocolo operacional consiste em após a lavagem e sanitização do equipamento o mesmo é alimentado com aproximadamente 7 litros de suco de melão clarificado. O sistema é pré-aquecido até a temperatura interna da camisa do *buller* atingir 90 °C, o que corresponderá a 70°C do produto, em seguida é feito o vácuo no sistema. Durante a operação são retiradas amostras em diferentes tempos de concentração até o produto alcançar em torno de 65 °Brix.

3.4 Métodos Analíticos

3.4.1 Análises Físico-Químicas

As análises foram realizadas nas amostras coletadas nas 2^o, 3^o e 4^o etapas, em triplicata e a diferença entre as médias dos resultados foram comparadas pelo teste de Tukey ($p < 0,05$) e conforme os principais parâmetros físicos e químicos (AOAC, 1997).

pH

pH metro ORION modelo 601 A, com correção de temperatura.

Acidez Total Titulável

Método titulométrico que utiliza uma solução de hidróxido de sódio para neutralização dos ácidos e uma solução alcoólica de fenolftaleína como indicador. Os resultados foram expressos em gramas de ácido málico por cem gramas de amostra (LUTZ, 1985).

102 *Material e Métodos*

Turbidez

Medida em um turbidímetro marca Tecnopom modelo TB 1000, com os valores expressos em Unidade de Turbidez Nefelométrica (NTU).

Sólidos solúveis totais (SST)

Leitura direta em refratômetro digital marca ATAGO modelo PR 101, com escala em graus Brix, com correção de temperatura e uma leitura máxima de 90 °Brix.

Matéria seca

Estufagem a 50 °C durante 24 horas, em seguida dessecação a 60 °C à vácuo à pressão de 0.2 bar durante 24 horas.

Cor

Espectrofotômetro marca SPECORD modelo S 600, utilizando software WINSPECTRO, no comprimento de onda de 420 nm.

Atividade de água (Aw)

Medidor de atividade de água - 650 AW.

Açúcares redutores e açúcares totais

A extração aquosa de açúcares foi realizada adicionando 100 mL de água Milli-Q a 100 mg de amostra. Após 1 h de agitação, as amostras foram filtradas através de um filtro de 0,45 µm (Millipore) e colocado em frasco para análise. A sacarose, glicose, frutose foram monitorados por Shimadzu HPLC equipado com bombas de modelo 20AB-LC e um mostrador automático SIL-20A (Shimadzu, Kyoto, Japão), acoplado com um detector de PDA década 2 (Antec Leyden, Holanda). A separação dos açúcares foi realizada numa coluna 4 9 250 milímetros CarboPac PA1 (Dionex, Alemanha). O eluente utilizado foi uma solução desgaseificada de 75 mM NaOH bombeada a um caudal de 1 mL/min. recentemente preparado. Soluções de sacarose, D-glicose e D-frutose foi usada para calibrar o sistema.

Análises de compostos de aroma

A micro-extração em fase sólida (MEFS) é um método de análise de compostos voláteis que não se utiliza solvente orgânico e é necessário um pequeno volume de

amostra. A análise se divide em duas etapas. A primeira é a de extração, que consiste em um equilíbrio de partição entre uma fase sólida (fibra recoberta de um revestimento polimérico) e uma fase gasosa ou líquida. Uma vez que os solutos são adsorvidos, eles são então desorvidos termicamente diretamente em um injetor do cromatógrafo. A segunda etapa é a análise dos compostos de aroma no cromatógrafo, onde o sistema permite uma análise qualitativa ou quantitativa.

Em um tubo de 10 mL, se introduz 4 mL de suco de melão. É utilizada uma fibra MEFS em polimetilsiloxanedivinilbenzeno (PDMS-DVB, 65 μm). Antes da primeira utilização, a fibra é pré-condicionada à temperatura de 250 °C durante 30 min. A fim de eliminar as eventuais impurezas que possam ter sido adsorvidas. Os diferentes parâmetros de análises que são o tempo e a temperatura de extração e desorção, a velocidade de agitação, são previamente otimizadas. Em seguida a amostra é encubada em um forno sobre agitação a 250 rpm durante 30 min. antes que a fibra seja introduzida no septum e adsorva os compostos presentes no espaço vazio existente entre a amostra e a tampa do recipiente que a contém. Uma vez a extração terminada os compostos são desorvidos da fibra dentro de um injetor aquecido a 250 °C e analisado por CG.

As análises dos compostos aromáticos contidos no suco do melão são realizadas por meio de um cromatógrafo de tipo Agilent 6890N em modo de injeção automática sobre uma coluna polar capilar DBWAX J&W 122-7032 de 30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e de 0,25 μm de espessura de filme (Agilent Tecnologias, Palo Alto, USA). O gás vetor utilizado é o hélio a uma vazão de 1 mL/min. A temperatura do injetor é de 250 °C. São injetados 2 μL de cada amostra com a seguinte programação: um aumento da temperatura de 3 °C/min. de 40 a 170 °C seguindo de outro aumento de 10 °C/min. de 170 a 240 °C. O cromatógrafo está acoplado a um espectrômetro de massa Agilent 5973 Network funcionando em modo impacto eletrônico com fonte de ionização interna de 70 eV. O analisador é do tipo quadripolo ($T = 150$ °C), e a temperatura da fonte é de 230 °C.

Os compostos são identificados comparando-os com os espectros dos compostos conhecidos e existentes nas bases de dados NIST, Pherobase e Flavornet. A comparação é realizada por meio do cálculo do índice de retenção linear ou índice de Kovats (IK).

3.5 Análise Estatística

Na Microfiltração Tangencial da Polpa do Melão (2º Etapa), foram avaliadas três variáveis independentes, importantes no processo: o tempo do pré-tratamento enzimático nos níveis que variaram de 0 a 60 min., e as concentrações das enzimas Celuclast e Pectinex que variaram nos níveis de 0 a 500 ppm, para ambas.

Foi aplicado um Delineamento Composto Central Rotacional - DCCR, (2^3 , incluindo 6 pontos axiais e 3 repetições no ponto central), totalizando 17 ensaios. Considerando os dados obtidos por meio de ensaios já realizados, juntamente com aqueles coletados da literatura, foram identificados os níveis das variáveis independentes que foram utilizados na matriz do planejamento (Quadro 11).

Seguindo com a Análise de Variância (ANOVA), para verificar a qualidade do ajuste do modelo e finalizando com a validação nas condições definidas pela Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) em triplicata. Foi utilizado o programa *Statistica*, versão 8.0 (StatSoft, Tulsa, OK, EUA) para o tratamento dos dados obtidos. Os resultados foram submetidos ao teste de Tukey ($p < 0,05$), para assim confirmar experimentalmente os resultados preditos pelo modelo obtido (RODRIGUES e IEMMA, 2005).

Variáveis	Código	-1,68	-1	0	1	1,68
Pectinex (ppm)	X ₁	0	100	250	400	500
Celuclast (ppm)	X ₂	0	100	250	400	500
Tempo (min.)	X ₃	0	12	30	48	60

Quadro 11. Valores utilizados nos níveis no DCCR para avaliação da influência dos parâmetros do pré-tratamento enzimático na densidade do fluxo do permeado.

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 1º Etapa: Processamento da Polpa do Melão Congelada.

Foram avaliados três diferentes fluxogramas de processamento da polpa do melão congelada, com objetivo de determinar a influência das condições operacionais dos processos, em primeiro lugar, no rendimento de extração da polpa. Em seguida foi avaliado o impacto do pré-tratamento enzimático da polpa de maior rendimento de extração, na densidade do fluxo médio do permeado durante a microfiltração.

Os processos foram denominados como, Processamento Industrial Convencional (PIC); Processamento Integral com Pré-tratamento Enzimático (PIE) e Processamento Integral da Polpa (PIP), sendo aquele que apresentou os melhores resultados (Diagrama 6).

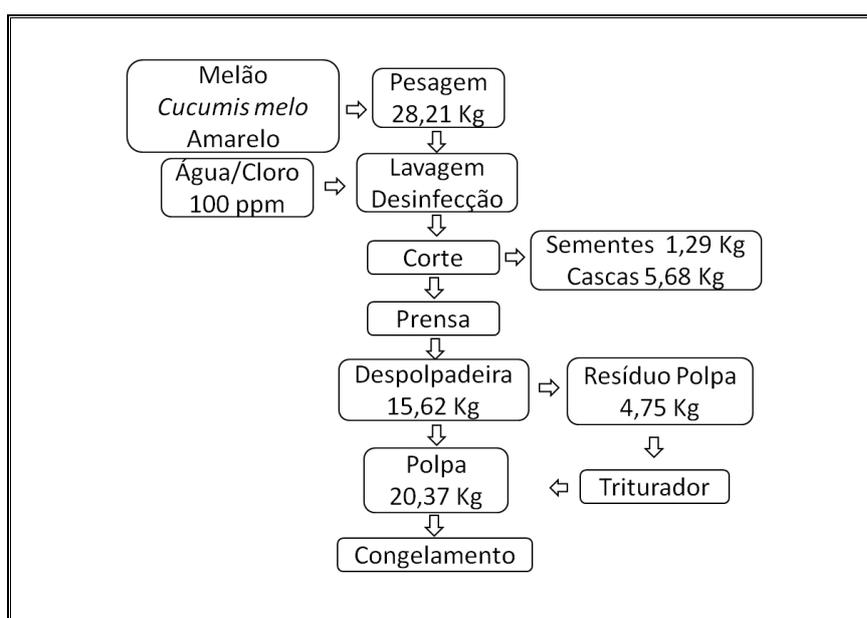


Diagrama 6. Etapas do Processamento Integral da Polpa – PIP.

• Processamento Industrial Convencional (PIC)

O processo apresentou 60% de rendimento de extração da polpa. Este valor encontra-se no limite industrial que, segundo NPC EQUIPAMENTOS (2014), o rendimento industrial da extração da polpa do melão em seus equipamentos se encontra entre 60 – 70%.

• **Processamento Integral com Pré-tratamento Enzimático (PIE)**

O processo obteve o rendimento de extração de polpa de 87,5%. Devido à polpa ter apresentado um alto teor de fibras e de amido provenientes, respectivamente, das cascas e das sementes do melão, a microfiltração tangencial apresentou uma rápida colmatação das membranas e conseqüentemente menor densidade de fluxo médio do permeado.

• **Processamento Integral da Polpa (PIP)**

O processo apresentou 72,2% de rendimento de extração da polpa, ou seja, acima do limite do rendimento industrial preconizados pelos fabricantes de equipamentos (Foto 6 A, B, C, D, E, F, G, H e I).

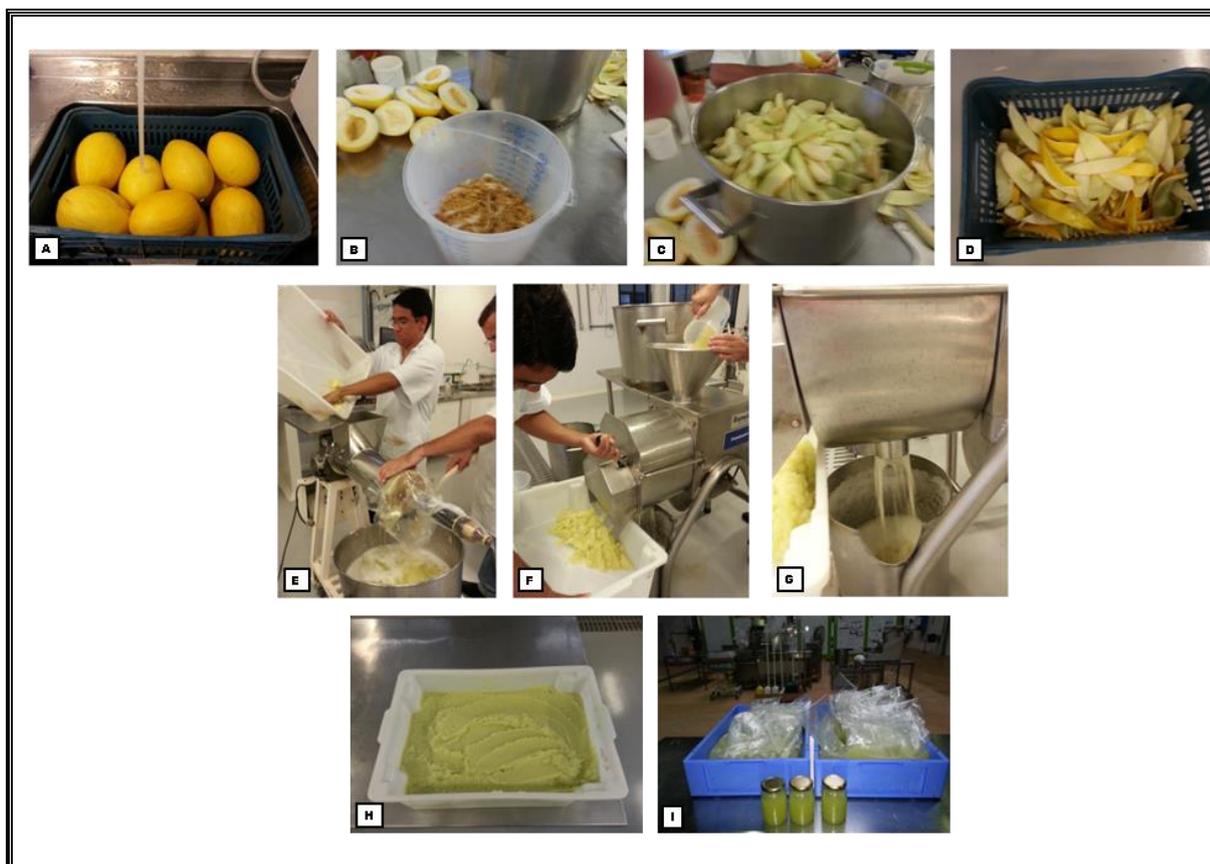


Foto 6. Imagens das operações unitárias realizadas no Processo 3 (Processamento Integral da Polpa - PIP): Lavagem e sanitização da matéria-prima (A). Corte dos melões, retirada das sementes e descascamento das fatias (B, C, D). Prensagem (E). Despolpamento (F). Detalhe da extração da polpa (G). Polpa obtida da trituração do resíduo da despolpadeira (H). Polpa de melão envasada em embalagens de polietileno destinada à microfiltração e em vidros para análises, antes do congelamento (I).

Para determinar a influência das condições operacionais do (PIP) e do pré-tratamento enzimático, na densidade do fluxo médio do permeado durante a microfiltração da polpa obtida por este processamento, foram microfiltrados 12 litros de polpa sem tratamento enzimático e 12 litros com tratamento enzimático, a uma pressão transmembranar média de 3 bar e à 30°C. O pré-tratamento enzimático foi realizado em um reator com capacidade para 30 litros de polpa, no qual foram adicionados 200 ppm de Celuclast e de Pectinex, respectivamente, com agitação constante e à temperatura controlada de 30°C durante 60min. (Foto 7 A, B, C e D).

As densidades dos fluxos médios dos permeados após 90 minutos de filtração foram de 30 e 63,3 L/h/m² para a polpa sem pré-tratamento enzimático e com pré-tratamento enzimático, respectivamente, notando-se assim, um aumento de 52% na densidade do fluxo para a polpa pré-tratada enzimaticamente.

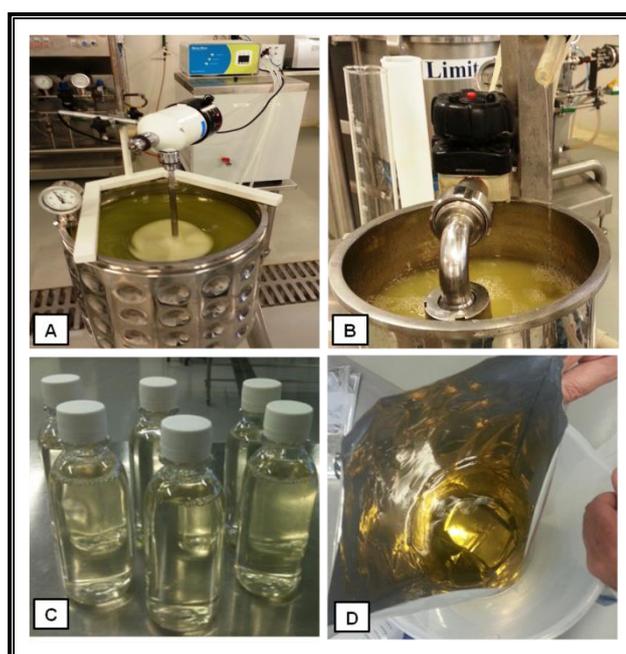


Foto 7. Imagens das operações unitárias realizadas na microfiltração tangencial da polpa do melão: Pré-tratamento enzimático (A). Microfiltração no modo de condução sem concentração (B). Suco de melão clarificado envasado em embalagens PET e em laminado flexível (C) e (D).

As pectinases são utilizadas no processamento do suco clarificado e tem como função de hidrolisar a cadeia de pectina para reduzir a viscosidade e se obter um suco límpido

e translúcido, enquanto que as celulases degradam a celulose nativa em monômeros ou oligômeros de glicose.

Vaillant et al., (1999) observaram durante a clarificação do suco de maracujá que o efeito sinérgico entre as atividades da pectinase e celulase durante o pré-tratamento enzimático, proporciona a hidrólise dos polissacáridos presentes na parede celular dos tecidos vegetais e em consequência o aumento da densidade do fluxo do permeado.

Estudos de clarificação do suco de caju por microfiltração realizados por Abreu et al., (2005) mostraram que o acoplamento da microfiltração com um pré-tratamento enzimático melhora a desempenho da filtração do suco de 30 a 60% em consequência da hidrólise dos polissacarídeos que são os constituintes majoritários da fração insolúvel dos sucos de frutas.

O Processamento Integral da Polpa (PIP) seguido pelo pré-tratamento enzimático utilizando Pectinex e Celuclast, por ter apresentado o maior rendimento de extração de polpa (72,2%), bem como, a maior densidade de fluxo médio do permeado (63,3 L/h/m²), foi adotado como a metodologia padrão para a produção da polpa de melão, a ser utilizada como matéria-prima para a obtenção do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado.

4.2 2º Etapa: Microfiltração tangencial da polpa do melão para obtenção do suco do melão clarificado.

Foram avaliadas o tempo do pré-tratamento enzimático nos níveis entre 0 a 60 min., e as concentrações das enzimas Pectinex e Celuclast nos níveis entre 0 a 500 ppm, para ambas. Foi aplicado um Delineamento Composto Central Rotacional - DCCR, (2³, incluindo 6 pontos axiais e 3 repetições no ponto central), totalizando 17 ensaios, seguindo com a Análise de Variância (ANOVA) e o teste de Tukey.

4.2.1 Condução do experimento no modo sem concentração

A condução sem concentração tem como objetivo avaliar e otimizar a filtrabilidade da polpa do melão em função das variáveis operacionais. É importante salientar que a

partir desta etapa o pré-tratamento enzimático de cada ensaio passou a ser realizado no próprio piloto de microfiltração. Além da economia de energia e dos insumos de lavagem e sanitização do reator, agitador e utensílios anteriormente utilizados no pré-tratamento enzimático, eliminamos o tempo gasto na realização desta limpeza. A agitação necessária ocorre pela circulação da polpa com as enzimas no sistema piloto, com temperatura controlada, durante o tempo determinado para cada ensaio, e ao término de cada pré-tratamento, iniciava-se em seguida a microfiltração da polpa do melão.

A densidade do fluxo médio do permeado que as tabelas apresentam nesse capítulo compreende o valor obtido pela média das densidades dos fluxos dos permeados medidos em cada módulo de membranas, assim como, da densidade do fluxo médio do sistema piloto de microfiltração propriamente dito. A Tabela 1 apresenta as medições tomadas durante o ensaio realizado no ponto central (Pc)05.

Tabela 1. Exemplo das medições das densidades dos fluxos dos permeados realizadas nos ensaios do planejamento experimental.

Tempo (min.)	Densidade do Fluxo do Permeado J (L/h/m ²)*					
	Memb1 4,9 bar	Memb2 3,6 bar	Média piloto 3 bar	Memb3 2,4bar	Memb4 1,1 bar	D. fluxo médio do permeado
0	164	153	153	142	120	146
10	164	153	153	138	120	145
20	164	153	153	135	120	145
30	153	142	142	123	109	134
40	142	131	131	117	109	126
50	153	142	131	127	120	134
60	153	142	142	128	109	135
70	153	142	131	128	120	135
80	142	131	120	115	98	121
90	131	120	109	113	98	114
Médias	152	141	136	127	112	134

(*) –Densidade do fluxo do permeado do ensaio realizado no ponto central (Pc) 5.

110 Resultados e Discussão

As médias apresentadas são resultantes das medições dos fluxos realizadas durante 90 minutos de microfiltração, nos 17 ensaios definidos pelo planejamento experimental. O piloto e os 4 módulos que o compõem operam com pressões transmembranares diferentes. Da densidade do fluxo medido em cada, durante 90 minutos, calcula-se uma média. Das cinco médias obtidas, a densidade do fluxo médio do permeado é calculado.

A Tabela 2 apresenta os resultados obtidos dos ensaios definidos no planejamento experimental. As densidades dos fluxos médios dos permeados apresentaram valores de 81 a 134 L/h/m², valores mínimo e máximo entre os 17 ensaios.

Tabela 2. Resultados do planejamento experimental obtidos da microfiltração tangencial da polpa do melão.

Ensaio	Pectinex Ultra SP L (ppm)	Celuclast (ppm)	Tempo (min.)	Densidade do fluxo de permeado (L/h/m ²)					D. fluxo. médio permeado
				4,9 bar	3,6 bar	3,0 bar	2,4 bar	1,1 bar	
1	100	100	12	149	133	130	118	101	126
2	100	400	48	125	119	110	99	87	108
3	400	100	48	100	82	86	76	61	81
4	400	400	12	134	116	119	111	92	114
(Pc)*5	250	250	30	152	141	136	127	112	134
6	100	100	48	116	106	117	95	81	103
7	100	400	12	127	103	119	99	81	106
8	400	100	12	119	103	113	94	80	102
9	400	400	48	133	120	93	93	75	103
(Pc)*10	250	250	30	119	112	123	110	112	115
11	0	250	30	137	103	96	97	82	103
12	500	250	30	163	147	125	127	115	129
13	250	0	30	137	118	118	111	99	117
14	250	500	30	130	123	131	119	125	126
15	250	250	0	166	131	123	121	111	131

Tabela 2. Continuação

Ensaio	Pectinex Ultra SP L (ppm)	Celuclast (ppm)	Tempo (min.)	Densidade do fluxo de permeado (L/h/m ²)					
				4,9 bar	3,6 bar	3,0 bar	2,4 bar	1,1 bar	D. fluxo. médio permeado
16	250	250	60	132	110	76	99	120	107
(Pc)*17	250	250	30	148	123	134	121	107	127
		Mínimo		100	82	76	76	61	81
		Máximo		166	147	134	127	125	134

(Pc)* – Ponto central.

Observa-se que a variação da densidade do fluxo médio do permeado para a condição do ponto central, onde se avalia a repetibilidade do processo, apresentou uma variação de 115 a 134, ou seja, valores próximos àqueles obtidos nas outras condições do delineamento.

Os valores médios dos três pontos centrais apresentaram um coeficiente de variação de (0,7), valor este aceitável para as condições operacionais, considerando a grande variabilidade de fatores que interferem no processo de microfiltração tangencial. Esses fatores envolvem enzimas, tempo, fluxo tangencial, colmatação, entre outros fenômenos inerentes ao processo.

Segundo (ABREU, 2012) o erro experimental relativo (repetibilidade) para a densidade do fluxo de permeado é aceitável até 1,0. Para os ensaios foi considerado o nível de significância ($p < 0,1$).

A Tabela 3 apresenta o coeficiente de determinação baixo, ou seja, ($R^2 = 58,34$) e ($F_{\text{calculado}} < F_{\text{tabelado}}$), não satisfazendo dessa forma os requisitos para estabelecer um modelo matemático para a densidade do fluxo do permeado em função das variáveis independentes, bem como, para a construção da superfície de resposta e curvas de níveis. O p-valor corrobora a afirmação anterior mostrando também que não há

112 Resultados e Discussão

evidência de diferença significativa entre pelo menos um par de médias dos tratamentos.

Tabela 3. ANOVA para as respostas das densidades dos fluxos médios dos permeado obtidos nos ensaios do planejamento experimental.

Fonte de variação	Soma dos Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{Calc.}	p-valor
Regressão	1832,07	9	203,56	1,09	0,4654
Resíduos	1308,04	7	186,86		
Total	3140,11	16			

% variação explicada (R^2) = 58,34; $F_{9, 7, 0,10} = 2,72$.

Observando os dados obtidos (Tabela 4), era de se esperar que nenhuma variável fosse estatisticamente significativa para a resposta da densidade do fluxo do permeado. Nenhum efeito linear, quadrático ou de interação entre as variáveis apresentou significância ($p < 0,10$).

Tabela 4. Análises dos efeitos para a resposta da densidade do fluxo médio do permeado.

Fatores	Efeitos	Erro padrão	t (7)	p
Média	126,42	7,87	16,07	< 0,0001
(1) Pectinex (L)	0,20	7,43	0,03	0,9796
Pectinex (Q)	-12,77	8,24	-1,55	1,1652
(2) Celuclast (L)	4,87	7,43	0,66	0,5330
Celuclast (Q)	-8,81	8,24	-1,07	0,3206
(3) Tempo (L)	-13,57	7,43	-1,83	0,1103
Tempo (Q)	-10,61	8,24	-1,29	0,2389
1L 2L	12,50	9,67	1,29	0,2370
1L 3L	-3,00	9,67	-0,31	0,7653
2L 3L	9,00	9,67	0,93	0,3828

Isso também é verificado, observando que os valores dos desvios-padrão são maiores do que o valor real dos efeitos. A densidade do fluxo do permeado não foi afetado por

nenhuma das variáveis independentes dentro das condições estudadas, ou seja, o modelo não é apropriado para explicar a variável resposta através das variáveis explicativas selecionadas.

Apesar de não ter sido possível o planejamento experimental indicar o melhor ensaio dentre os 17, devido ao baixo valor de R^2 , os ensaios de uma maneira geral apresentaram elevadas densidades de fluxos médios dos permeados.

Por motivo de não disponibilizarmos de uma quantidade suficiente de amostra de polpa de melão oriunda do lote adquirido para refazer o planejamento com níveis e variáveis diferentes, e considerando a grande variabilidade de fatores que interferem na microfiltração como o fluxo tangencial, colmatação, entre outros fenômenos inerentes ao processo, optou-se então por selecionar dentre dos ensaios realizados, aquele que apresentou a maior densidade do fluxo médio do permeado, o qual correspondeu ao ensaio realizado no ponto central (Pc)5.

Por não ter sido possível o planejamento experimental mostrar o melhor ensaio, conforme mencionado anteriormente, foi realizado e avaliado dois ensaios extra planejamento (Ep) que foram comparados com o ensaio (Pc)5. Esses ensaios contemplam os níveis extremos das variáveis independentes não inseridas no planejamento experimental (Tabela 5).

Foi muito importante a realização de dois ensaios extra planejamento (Ep), utilizando valores extremos das variáveis independentes. O primeiro ensaio foi denominado (Ep)00, neste foi utilizado uma microfiltração padrão que não contemplou nenhuma das variáveis independentes, ou seja, (0 ppm, 0 ppm, 0 min.) para a Pectinex, Celuclast e o tempo, respectivamente. Este ensaio apresentou uma densidade de fluxo médio do permeado de 80 L/h/m², enquanto que o menor valor dentre os 17 ensaios do delineamento foi de 81 L/h/m². No segundo ensaio extra planejamento, (Ep)18, foram utilizados os valores (500 ppm, 500 ppm, 60 min.) para a Pectinex, Celuclast e o tempo, respectivamente. Observa-se na Tabela 5, que a densidade do fluxo médio do permeado do (Ep)18 e (Ep)00, representam 90,3% e 60% respectivamente, da densidade obtida pelo ensaio realizado no ponto central (Pc)5.

Tabela 5. Densidades dos fluxos médios dos permeados obtidos nos ensaios do ponto central (Pc) 05 e dos extras planejamento (Ep) 00 e (Ep) 18.

Ensaio	Pectinex Ultra SP L (ppm)	Celuclast (ppm)	Tempo (min.)	Densidade do fluxo de permeado (L/h/m ²)					
				4,9 bar	3,6 bar	3,0 bar	2,4 bar	1,1 bar	F. médio do permeado
(Ep)00	0	0	00	103	77	76	55	87	80
(Pc)5	250	250	30	152	141	136	127	112	134
(Ep)18	500	500	60	149	131	114	94	116	121
	Mínimo			103	77	76	55	87	80
	Máximo			152	141	127	136	116	134

(Pc) - Ponto central; (Ep) - Ensaio extra planejamento.

As densidades dos fluxos médios dos permeados dos ensaios extra planejamento, assim como, do ensaio (Pc)05, foram submetidas à análise de variância (Tabela 6) e ao teste Tukey.

Esses dados mostram um bom percentual de variação explicada. O valor do F calculado é sessenta e cinco vezes superior ao tabelado e o p-valor aproximadamente 0, indicam que há evidência de diferença significativa entre pelo menos um par de médias dos tratamentos.

Tabela 6. ANOVA para as respostas das densidades dos fluxos médios dos permeados obtidos nos ensaios do ponto central (Pc) 05 e dos extras planejamento (Ep) 00 e (Ep) 18.

Fonte de variação	Soma dos Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{Calc.}	p-valor
Tratamentos	16040,3	2	8020,13	219,8	<0,05
Resíduos	985,1	27	36,48		
Total	17025,4	29			

% variação explicada (R^2) = 94,2; $F_{2, 27, 0,05} = 3,35$; $p = 0,0000$

A Tabela 7 evidencia diferença significativa entre as densidades dos fluxos médios dos permeados dos três ensaios.

Tabela 7. Teste de Tukey dos ensaios (Pc)5, (Ep)18 e (Ep)00 da microfiltração tangencial da polpa do melão.

Ensaio	Pectinex Ultra SP-L (ppm)	Celucast (ppm)	Tempo (min.)	Fluxo médio do permeado J (L/h/m ²)
(Pc)05	250	250	30	134 ^a
(Ep)18	500	500	60	121 ^b
(Ep)00	00	00	00	80 ^c

(Pc) – Ponto central; (Ep) – Ensaio extra planejamento. Valores seguidos da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Elegemos o (Pc)05 para continuar o experimento descrito na metodologia, ou seja, realizar a condução do experimento no modo com concentração, com o ensaio que obteve a maior densidade do fluxo médio do permeado.

A turbidez das polpas do melão dos ensaios extra planejamento, bem como, do ensaio (Pc)05, após os seus respectivos pré-tratamentos enzimáticos, foi determinada e os resultados foram submetidos à análise de variância e ao teste Tukey (Tabela 8).

Tabela 8. ANOVA para a resposta turbidez da polpa melão após o tratamento enzimático.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{Calc.}	p-valor
Tratamentos	2,23	2	1,11	953,20	< 0,05
Resíduos	7033,33	6	1172,22		
Total	2,24	8			

% variação explicada (R^2) = 99,69; $F_{2,6,0,05} = 5,14$; $p = 0,0000$

Os resultados mostram um bom percentual de variação explicada. Um excelente F calculado e o p-valor aproximadamente 0 indicam que há evidência de diferença significativa entre as médias dos tratamentos.

A Tabela 9 apresenta os resultados sobre a relação entre o tempo e a intensidade do pré-tratamento enzimático, com as densidades dos fluxos médios do permeado. Os resultados mostram que a turbidez do (Pc)05 e (Ep)18 não diferem estatisticamente

entre si à nível ($p \leq 0,05$). Isto demonstra que existem outros fatores que interferem na densidade do fluxo de permeado, senão, não haveria diferença significativa do fluxo de permeado entre eles.

Machado et al., (2012); Vaillant et al., (1999); Yu; Lencki, (2004) em estudos sobre o efeito do tratamento enzimático na microfiltração do açaí, maçã e maracujá afirmaram que os fenômenos que influenciam a densidade de fluxo de permeado podem ser intrínsecos, relacionados à matéria-prima, ou extrínsecos, relacionados com as condições experimentais. Os fenômenos intrínsecos (viscosidade do fluido, carga das partículas em suspensão e as características das partículas retidas pela membrana) dependem dos compostos solúveis e insolúveis contidos no fluido.

Miceli et al., (2010) avaliando o efeito do pré-tratamento enzimático na microfiltração do suco de melão, utilizaram 200 ppm da enzima Pectinex e, alcançaram uma densidade de fluxo de permeado de 83,8 L/h/m² após 5 minutos de microfiltração.

Tabela 9. Dados da relação entre as variáveis dependentes e independente dos ensaios realizados no ponto central e nos extremos.

Ensaio	Pectinex Ultra SP-L (ppm)	Celucast (ppm)	Tempo (min.)	Fluxo de permeado J (L/h/m ²)	Turbidez polpa pós trat. enzimático (NTU)	Aumento (%) no fluxo médio do permeado em relação (EP)00	Redução (%) na turbidez em relação (Ep)00
(Pc)05	250	250	30	134 ^a	1298 ^a	67,5%	45,0%
(Ep)18	500	500	60	121 ^b	1310 ^a	51,2%	44,5%
(Ep)00	00	00	00	80 ^c	2361 ^b	----	----

(Pc) – Ponto central; (Ep) – Ensaio extra planejamento. Valores seguidos da mesma letra não diferem significativamente entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

O Gráfico 10 mostra as diferenças das densidades dos fluxos médios dos permeados nos ensaios do ponto central e nos extras planejamento, o estabelecimento da faixa de polarização de concentração durante a microfiltração e a influência da turbidez na densidade do fluxo do permeado.

A Pectinex Ultra SP-L possui atividade pectolítica e hemicelulolítica, enquanto que a Celuclast hidrolisa a celulose presente na fibra contida na polpa do melão, reduzindo a turbidez nos ensaios (Pc)05 e (Ep)18. A utilização de quantidades acima de 250 ppm das enzimas citadas influenciou na redução da densidade do fluxo médio do permeado do (EP)18.

Balisch et al., (2008) e Barros, (2002) em estudos de clarificação de polpa de acerola e abacaxi concluíram que as características microscópicas das polpas sofreram alterações com o tratamento enzimático, sendo evidente uma tendência em aumentar o tamanho do diâmetro médio das partículas insolúveis. Segundo os autores este fenômeno é devido à redução da repulsão eletrostática entre as nuvens de partículas, fazendo-as se agruparem.

Barros (2002) verificou que para as amostras de polpa de acerola tratadas com a Pectinex Ultra SP-L, temperatura de 35°C, concentração de 120 ppm, tempo de tratamento de 75min., o diâmetro de Sauter ($D_s=0,4534 \mu\text{m}$) foi maior do que a amostra não tratada. Podemos sugerir esta hipótese para justificar a redução da densidade do fluxo médio do permeado do (Ep)18 em comparação ao (Pc)05, considerando que utilizamos no primeiro 500 ppm de Pectinex Ultra SP-L, 500 ppm de Celuclast, à 30°C durante 60min.

Abreu, (2012) e Soro et al., (2011) em trabalhos realizados com tratamento enzimático acoplado com microfiltração tangencial de sucos de frutas afirmaram que o efeito complexo das enzimas hidrolisantes sobre as propriedades colmatantes não é compreendido, pois, em alguns casos, a utilização de enzimas podem surpreendentemente ter um efeito inverso na densidade do fluxo do permeado.

As enzimas pectinolíticas são igualmente susceptíveis de agirem sobre os compostos pectínicos insolúveis (células ou fragmentos celulares em suspensão) localizadas ao nível das paredes pectínico-celulósicas. Elas podem ainda modificar consideravelmente o poder colmatante da polpa sobre a membrana, solubilizando parcialmente a fração insolúvel, modificando suas características reológicas. Uma caracterização reológica e um perfil granulométrico merecem ser explorados a fim de avaliar a preponderância de um desses fenômenos em relação aos outros.

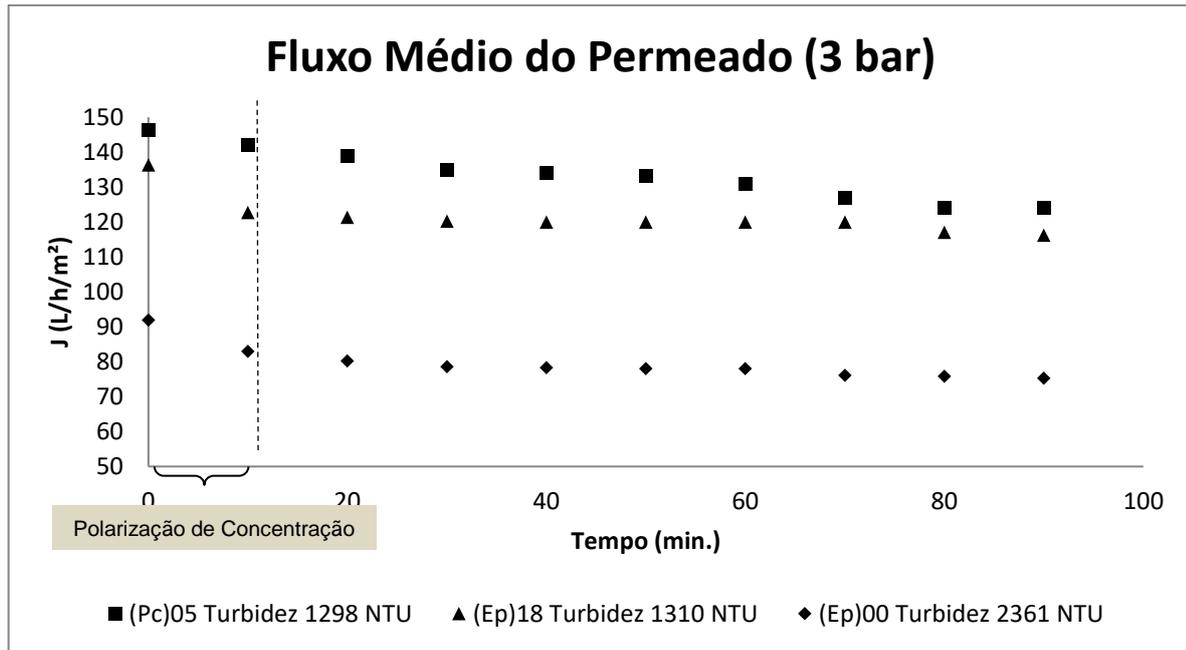


Gráfico 10. Curva da densidade do fluxo médio do permeado dos ensaios realizados no ponto central (Pc)05, nos extremos (Ep)18 e (Ep)00, e suas respectivas turbidez (NTU).

O fenômeno de polarização de concentração que ocorre quando os sólidos presentes na polpa do melão se acumulam na superfície da membrana é responsável por uma redução da densidade do fluxo médio do permeado.

Considerando que esse fenômeno se inicia logo nos primeiros minutos da microfiltração, como mostra o gráfico anterior, observa-se que a redução da densidade do fluxo médio do permeado na faixa que ocorre esse fenômeno é de 2,9%, 10% e 9,8% para (Pc)05, (Ep)18 e (Ep)00, respectivamente.

Os dois últimos ensaios mostram que a redução da turbidez não é o único fator que influencia o aumento da densidade do fluxo médio do permeado, pois a redução na densidade do fluxo do permeado do (Ep)18 e (Ep)00 não apresentou diferença significativa.

O efeito da pressão transmembranar (P_{tm}) sobre a densidade do fluxo do permeado (J) é ilustrado no Gráfico 11, em função dos ensaios (Pc)05, (Ep)18 e (Ep)00. Observa-se que (J) aumenta linearmente com (P_{tm}).

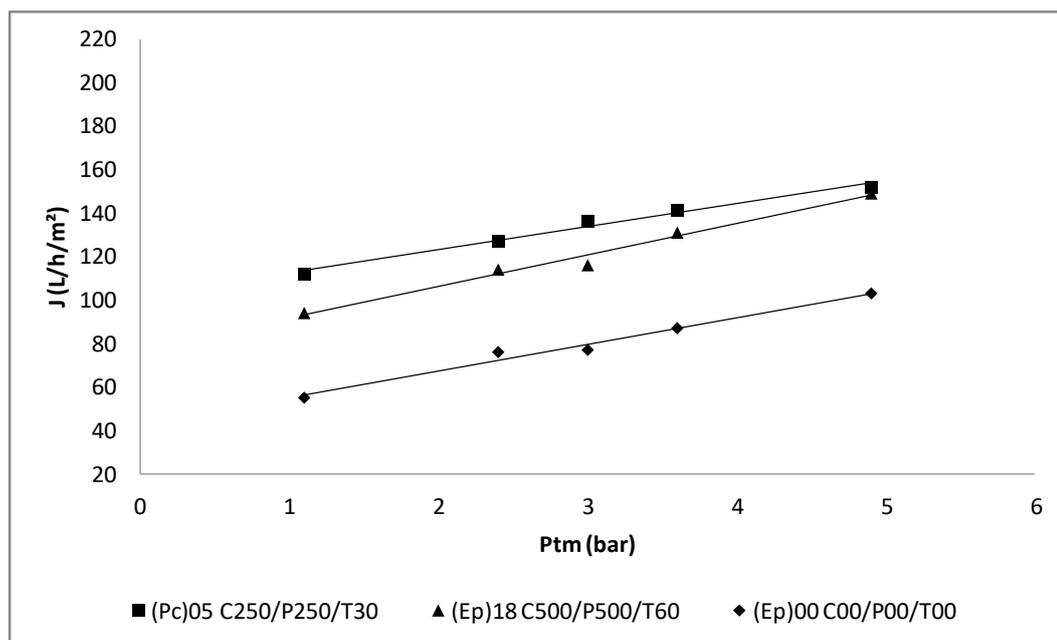


Gráfico 11. Impacto da pressão transmembranar (Ptm) sobre a densidade do fluxo do permeado nos ensaios : (Ep) – Extra planejamento; (Pc) - Ponto central.

O coeficiente angular da reta ajustada aos pontos experimentais corresponde à resistência hidráulica do sistema. Observa-se que a inclinação das curvas do (Pc)05 e (Ep)00, ou seja, os ensaios realizados com e sem pré-tratamento enzimático, possuem inclinações semelhantes. O impacto da Ptm sobre a resistência hidráulica do sistema é similar nesses dois ensaios.

Observa-se também que (Ep)18 possuindo uma turbidez próxima a do (Pc)05, quando submetido a uma pressão de 4,9 bar, sua densidade do fluxo médio do permeado chega bem próximo à densidade do fluxo obtido pelo (Pc)05. Este fato não ocorre com o (Ep)00 que possui uma turbidez maior em relação aos demais.

4.2.2 Condução do experimento no modo com concentração

A condução no modo de concentração tem o objetivo de quantificar a redução de massa atingida pelo processo de filtração e assim calcular o rendimento do processo, sendo dado pela razão entre a massa inicial na alimentação e a massa final do retido.

A avaliação do efeito da pressão transmembranar sobre as densidades do fluxo do permeado no modo com concentração foi realizado somente nos ensaios (Ep)00 e (Pc)05, sendo alcançado o Fator de Redução Volumétrica (FRV) 13,2 e 24,7 para os

120 Resultados e Discussão

ensaios respectivamente. A concentração compreende uma fase à volume constante e outra à volume variável.

Observa-se no Gráfico 12 que a densidade do fluxo médio do permeado do (Ep)00 diminui bruscamente até o FRV 2,8 para todas as pressões. Esta queda foi devido ao efeito acumulado decorrente da colmatagem e da concentração da fração retida. Em seguida a intensidade de sua queda é reduzida, independente das pressões de trabalho, até aproximadamente o FRV 4.

A partir do FRV 4,3 a densidade do fluxo do permeado se torna estável até alcançar, independentemente da pressão transmembranar de trabalho, o FRV 13,2. Portanto, a partir do FRV 4,3 aproximadamente, a densidade do fluxo do permeado não depende mais do FRV em todas as pressões, sendo possível nesse caso, trabalharmos com o FRV de 5 a 13,2 sem prejudicar a desempenho do processo.

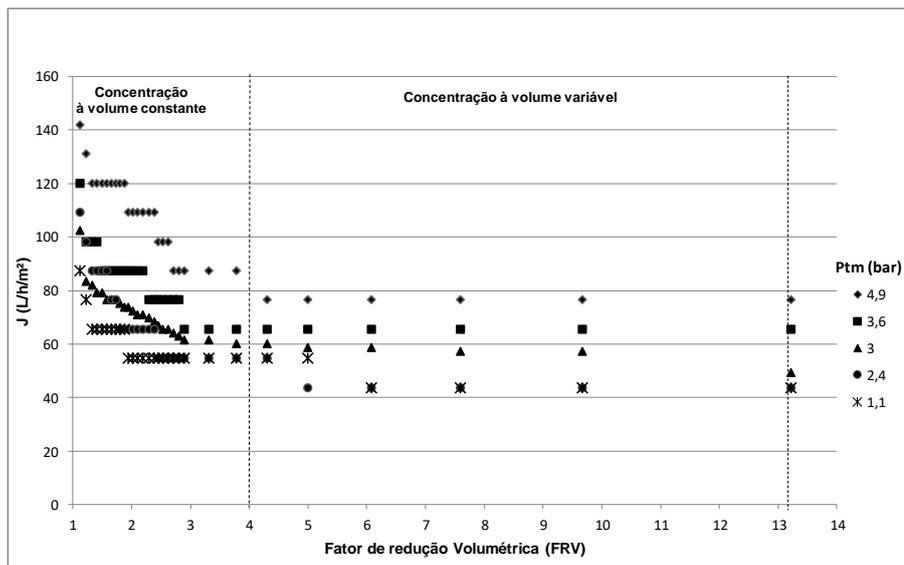


Gráfico 12. Evolução da densidade do fluxo do permeado (J) nas fases do modo de concentração da polpa de melão sem tratamento enzimático (EP)00.

Os resultados confirmam que a pressão transmembranar influencia fortemente o desempenho do processo de microfiltração em todas as FRVs alcançadas. A partir do FRV 5, qualquer que seja o nível da FRV escolhida, o aumento da pressão de 1,1 a 4,9 bar conduz um aumento da densidade do fluxo médio do permeado de aproximadamente 40%.

O Gráfico 13 possui um comportamento bastante semelhante ao Gráfico 12 com uma diferença marcante no que se refere ao pré tratamento enzimático que o ensaio (Pc)05 foi submetido, o que possibilitou alcançar o FRV 24,7.

Observa-se no (Pc)05 que a densidade do fluxo do permeado diminui bruscamente até em torno do FRV 2,4 para todas as pressões. Esta queda também é devido ao efeito acumulado decorrente da colmatagem e da concentração da fração retida.

Após este intervalo verificou-se uma diminuição mais lenta do decréscimo, até alcançar o FRV em torno de 3,0, para todas as pressões. Neste ponto se atinge um equilíbrio entre a velocidade de deposição e o arraste das substâncias concentradas na superfície da membrana, independente da pressão aplicada.

Este equilíbrio confere uma melhor estabilidade da curva que é observada na faixa do modo de concentração a volume variável. Isto corresponde à formação de uma camada limite da polarização da concentração, ou seja, as substâncias que são concentradas na fração retida durante o aumento do FRV, não contribuem mais para aumentar a espessura da camada dos sólidos formada na superfície da membrana.

Portanto, não se observa a redução intensa da densidade do fluxo do permeado com o aumento da FRV durante o modo de concentração a volume variável. Mesmo assim, a densidade do fluxo do permeado que se encontra estável até atingir aproximadamente o FRV 15, tem um decréscimo de 9,5% na densidade do fluxo do permeado, independente da pressão, quando atinge o FRV 24,7.

No modo de concentração a volume variável é possível concentrar a polpa tratada enzimaticamente à FRV mais elevados, em comparação com o (Ep)00, extraíndo mais suco clarificado, sem ter diminuição drástica no desempenho do processo.

A densidade do fluxo médio do permeado foi de 95, 95 e 88 (L/h/m²) operando o sistema nas faixas de FRV de (1,1 – 3,0), (3,0 – 3,4) e (3,4 – 24,7), respectivamente. Nas duas primeiras faixas de FRV o tempo de ensaio finalizou aproximadamente em 200 minutos, e na terceira faixa foi possível prolongar o tempo de operação até 280 minutos, operando com o nível máximo de FRV.

Assim, foi possível extrair 20% do volume do permeado a mais, em comparação ao volume extraído nas duas primeiras faixas de FRV. Conseqüentemente, a fração retida alcançou uma concentração mais elevada decorrente da extração daqueles 20% da fração permeada da polpa do melão (Gráfico 15).

A polarização por concentração provoca uma resistência adicional à transferência de massa do solvente através da membrana, com conseqüente queda na densidade do fluxo do permeado, quando comparado à densidade do solvente puro obtido na mesma pressão. A concentração da alimentação também afeta o nível de polarização.

No entanto, o aumento da densidade do fluxo do permeado provoca uma maior concentração das substâncias retidas próximo à superfície da membrana, o que conseqüentemente provoca uma queda da densidade do fluxo do permeado.

Assim, a partir de um certo valor de pressão, um aumento adicional deste, corresponderá a um aumento equivalente na resistência ao transporte do permeado, devido a polarização por concentração.

A consequência deste fenômeno é que a densidade do fluxo do permeado será reduzido ou permanecerá inalterado com o aumento da pressão. Este valor de fluxo constante com o aumento da pressão é chamado de fluxo limite.

Do ponto de vista prático, qualquer sistema de membrana deve ser operado à pressões inferiores àquela que leve o fluxo permeado ao seu valor limite. Esse fenômeno pode ser observado no Gráfico 13 em FRV 24,7 onde a densidade do fluxo do permeado obtido com a pressão de 3 bar não é alterado nas pressões de 3,6 e 4,9 bar.

Observa-se portanto que, para o sistema piloto não alcançar o seu fluxo de permeado limite, a pressão ideal do sistema deverá se situar entre 3,0 e 3,6 bar.

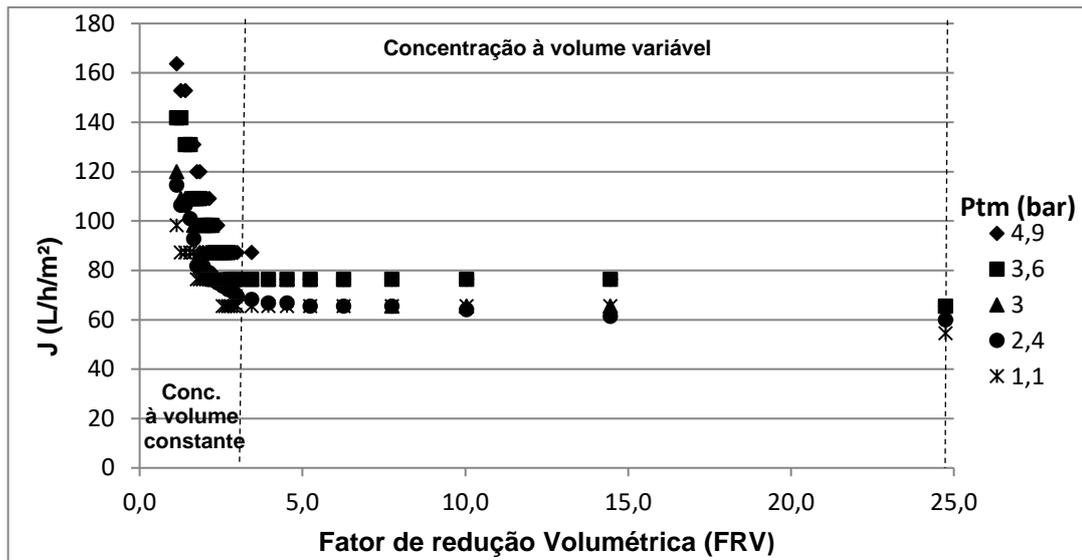


Gráfico 13. Evolução da densidade do fluxo do permeado (J) nas fases do modo de concentração da polpa de melão com tratamento enzimático (Pc)05.

O Gráfico 14 apresenta a relação entre a densidade do fluxo do permeado e a pressão de operação utilizada, a fim de determinar a pressão crítica do processo de microfiltração. Foram utilizados os dados relacionados com a condução do ensaio (Pc)05 no modo de concentração, realizado durante 280 minutos de microfiltração.

O gráfico foi plotado utilizando as cinco densidades dos fluxos dos permeados do sistema piloto, ou seja, os quatro módulos e o sistema piloto propriamente dito, em suas respectivas pressões de operação.

A pressão crítica é definida como aquela em que a relação entre o aumento da pressão e o aumento da densidade do fluxo de permeado se torna não linear, ou seja, a partir da qual se observa um aumento da intensidade de colmatação da membrana (MORAVIA; LANGE; AMARAL, 2011).

O aumento da densidade média dos fluxos dos permeados entre as pressões de (1.1 – 2.4 bar), (2.4 – 3.0 bar), (3.0 – 3.6 bar) e de (3.6 – 4.9 bar) foram de 5.1%, 7.2%, 10.7% e 7.0%, respectivamente, mostrando que a relação entre o aumento da pressão e o aumento da densidade do fluxo do permeado deixa de ser linear a partir da pressão 3.6 bar, sendo, porém esta, a pressão crítica do processo.

Observa-se também que a partir da pressão 3,0 bar as densidades dos fluxos finais correspondentes às pressões 3,6 e 4,9 bar permanecem constantes, diferentemente dos dois primeiros fluxos.

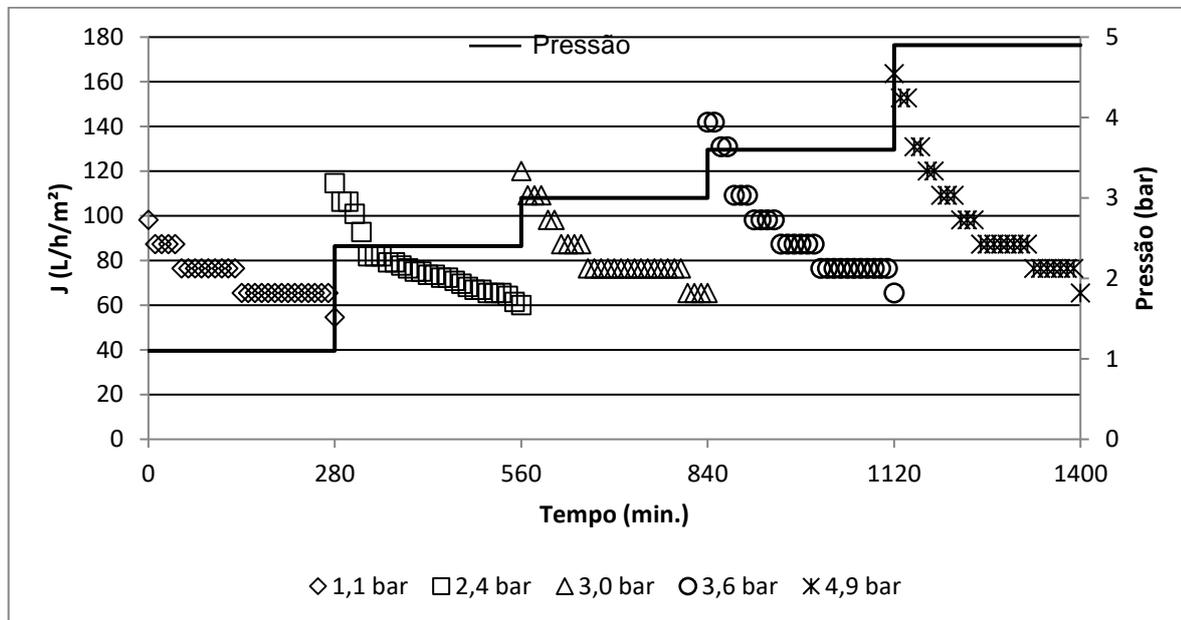


Gráfico 14. Relação entre a densidade do fluxo de permeado e a pressão de operação para determinação da pressão crítica no processo de microfiltração da polpa do melão com tratamento enzimático, durante o FRV (Pc) 05.

O Gráfico 15 apresenta a evolução da condução do experimento no modo com concentração para os ensaios (Pc)05 e (Ep)00. Observa-se que a concentração compreende uma fase à volume constante e outra à volume variável, sendo esta última caracterizada com a mudança da curvatura do FRV para o modo exponencial, a partir aproximadamente dos 210 minutos de microfiltração.

Observa-se que com a polpa submetida ao pré-tratamento enzimático (PC)05, a densidade do fluxo médio do permeado alcançou aproximadamente a 85 L/h/m², FRV 24,7 e a 84% de rendimento de suco de melão clarificado, após 280 minutos de operação, enquanto que a polpa sem o pré-tratamento enzimático (Ep)00, obteve-se 75 L/h/m², FRV 13,2 e 79% de rendimento.

Esses resultados correspondem aos dados de boas performances, quando comparados com aqueles que são apresentadas na área de sucos de frutas (CIANCI et al., 2005; DE CASTRO et al.; 2008; VAILLANT et al., 2008). Esses autores

afirmaram que a aplicabilidade do processo em escala industrial, ou seja, o valor da densidade do fluxo médio econômico admitido neste tipo de instalação é de aproximadamente 70 L/h/m². Isto é aplicado à processos que não realizam o pré-tratamento enzimático.

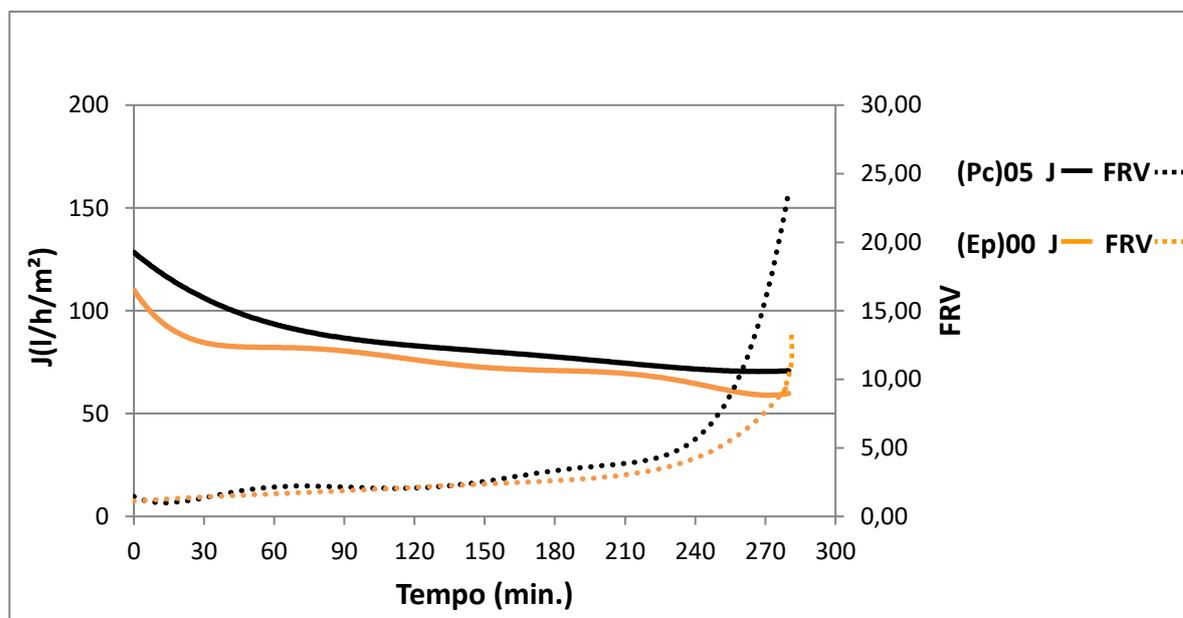


Gráfico 15. Variação da densidade do fluxo médio do permeado e da FRV na condução do experimento no modo com concentração. (Ep) - Extra planejamento; (Pc) - Ponto central.

A microfiltração tangencial do suco de melão tratado com 250 ppm de uma solução enzimática de Rapidase, produzida por TropicalCloud (DSM,France), permitiu a obtenção de uma densidade de fluxo médio de permeado relativamente alta, aproximadamente 75 L/h/m², com a extração constante de material retido até FRV 3 e com um rendimento de 67% de suco de melão clarificado (VAILLANT et al., 2005a).

O pré-tratamento aplicado neste estudo com 250 ppm de Pectinex e 250 ppm de Celuclast por 30 minutos apresentou uma elevada eficiência na hidrólise da pectina e celulose presente na polpa do melão, reduzindo a turbidez e elevando o rendimento da microfiltração.

A turbidez das frações retidas foi de 3118 e 6505 NTU para (Pc)05 e (EP)00, respectivamente, mesmo considerando que o retido do (Pc)05 concentrou quase duas vezes a mais do que o (Ep)00.

O tratamento enzimático afeta a turbidez do produto, pois reduz o tamanho das macromoléculas presentes. A distribuição de tamanho de partículas é uma das características importantes que afetam a clarificação do produto tratado enzimaticamente, conseqüentemente o desempenho dos processos de microfiltração que utilizam como pré-tratamento enzimático.

4.3 3º Etapa: Desaromatização do Suco de Melão Clarificado por Adsorção em Resinas.

4.3.1 Identificação dos compostos aromáticos

Foi caracterizado inicialmente o perfil aromático da polpa do melão e do suco do melão clarificado, por meio da análise de compostos de voláteis por micro-extração em fase sólida (MEFS) e cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa (CG-EM). O perfil aromático identificado foi comparado com os perfís das amostras coletadas após a desaromatização.

A Tabela 10 apresenta os 28 compostos aromáticos identificados na polpa e no suco de melão clarificado, listados conforme os seus grupos funcionais. Os aldeídos, álcoois, hidrocarbonetos, ésteres e éteres representam respectivamente em torno de 46%, 25%, 21%, 7% e 3,5%, dos compostos encontrados. Dentre os 28 compostos identificados, 22 estão presentes na polpa do melão, 22 no suco de melão clarificado, e 14 compostos foram identificados nas duas amostras.

Foram identificados nas amostras 08 compostos aromáticos que se encontram relacionados na literatura como descritores do melão, entre os quais, [nonanal](#), [\(Z\)-6-nonenal](#), [\(E\)-2-nonenal](#), [\(E,Z\)-2,6-nonadienal](#) (aldeídos); [\(Z\)-3-nonenol](#), [\(E\)-6-nonenol](#), [\(Z,Z\)-3,6-nonadienol](#) (álcoois) e [etil 2-metilbutanoato](#) (éster). Dentre esses compostos somente o último não foi detectado no suco de melão clarificado.

Do total de área do pico do cromatograma relativo aos 07 compostos aromáticos identificados no suco de melão clarificado, destaca-se o [\(Z\)-3-nonenol](#) que contribuiu com 32,7% de área de pico, em seguida [\(Z,Z\)-3,6-nonadienol](#) (31,8%), [\(Z\)-6-nonenal](#)

Tabela 10. Compostos aromáticos orgânicos do melão detectados por micro extração em fase sólida (MEFS) e cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa (CG-EM).

Nº	Compostos ^(a)	IK ^(b)	Descritores ^(c)	Amostra ^(d)	Refs. ^(e)
<i>Álcoois</i>					
1	Etanol	938	etanol, doce, pungente	SMC	<i>Cucumis melo</i> cv. Cézanne ⁽¹⁾
2	1-Octen-3-ol	1449	alho, cogumelo, terra, ervas	PM	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>reticulatus</i> Naud ⁽²⁾ ., <i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾
3	2-Etilhexanol	1492	Citrus, floral, doce	SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ^(3,4)
4	Nonanol	1670	verde, frutado	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>cantalupensis</i> ⁽⁵⁾
5	(Z)-3-Nonenol	1689	verde, doce, melão	PM/SMC	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (melão honedew) ⁽⁶⁾ , <i>Citrillus vulgaris</i> (melancia) ⁽⁷⁾
6	(E)-6-Nonenol	1716	frutado, doce, fresco, melão	SMC	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (melão honedew) ⁽⁶⁾ , <i>Cucumis melo</i> L var <i>reticulatus</i> Naud ⁽⁸⁾ , <i>Citrillus vulgaris</i> (melancia) ⁽⁹⁾
7	(Z,Z)-3,6-Nonadienol	1759	melão, fresco, verde	PM/SMC	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (melão honedew) ⁽⁶⁾ <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽¹⁰⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. cv. Miyabi ⁽¹¹⁾
<i>Aldeídos</i>					
8	Acetaldeído	753	acre, etéreo, doce, frutado	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽¹⁰⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> ⁽¹¹⁾
9	Etil acetato	882	caramelo, doce, acre, ácido, frutado	SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>Cantalupensis</i> Naud. cv. Vedrandais ⁽¹²⁾ ,
10	2-Metilbutanal	910	verde, amêndoa, queimado, malte, cacau	PM	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. cv. Miyabi ⁽¹³⁾ <i>Cucumis melo</i> var. Makuwa makino ⁽¹⁴⁾

Tabela 10. Continuação

Nº	Compostos ^(a)	IK ^(b)	Descritores ^(c)	Amostra ^(d)	Refs. ^(e)
11	3-Metilbutanal	914	frutado, amêndoa, torrado, malte, ervas	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. cv. Miyabi ⁽¹³⁾ <i>Cucumis melo</i> var. Makuwa makino ⁽¹⁴⁾
12	Pentanal	1010	Pungente, amêndoa, erva	PM	<i>Cucumis. Melo</i> var. <i>inodorus</i> Naud ⁽¹⁵⁾
13	(E)-2-Butenal	1037	verde, plástico	PM	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾ <i>Cucumis melo</i> cv. Athena ⁽¹⁶⁾
14	Hexanal	1079	verde, frutado, herbáceo, gordura	SMC	<i>Cucumis sativus</i> ⁽¹⁷⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ⁽¹⁸⁾ , <i>Cucumis melo</i> cv. Athena ⁽¹⁶⁾
15	Nonanal	1367	melão, frutado, doce	PM/SMC	<i>Cucumis. melo</i> var. <i>inodorus</i> Naud ⁽¹⁵⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>cantalupensis</i> ⁽⁵⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ⁽⁴⁾
16	(Z)-6-Nonenal	1429	melão Honedew, melão Cantaloupe, melão, pepino	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>reticulatus</i> Naud. ⁽¹⁹⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾
17	Decanal	1450	queimado, floral, limão, ervas	SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽²⁰⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. ⁽²¹⁾ <i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> Naud ⁽¹⁵⁾
18	Benzaldeído	1494	caramelo, amêndoa	PM/SMC	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (honedew) ⁽⁶⁾ , <i>Cucumis melo</i> L (pele de sapo/ruidera) ⁽²²⁾ <i>Cucumis melo</i> L (Red Moon) ⁽²³⁾
19	(E)-2-Nonenal	1516	verde, melão, pepino, floral, doce	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>reticulatus</i> Naud ⁽²⁾
20	(E,Z)-2,6-Nonadienal	1569	Melão, pepino	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ⁽¹⁸⁾ <i>Cucumis sativus</i> L. ⁽²⁴⁾
<i>Ésteres</i>					
21	Etil 2-metilbutanoato	1048	doce, frutado, melão Cantaloupe	PM	<i>Cucumis sativus</i> (pepino) ⁽¹⁷⁾ <i>Cucumis melo</i> cv. Athena ⁽¹⁶⁾ <i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ⁽¹⁸⁾
22	Ac Metilester Octadecanoato	2129	oleoso, ceroso	PM	<i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> (melão honeydew) ⁽²⁵⁾

Tabela 10. Continuação

Nº	Compostos ^(a)	IK ^(b)	Descritores ^(c)	Amostra ^(d)	Refs. ^(e)
<i>Éteres</i>					
22	2-Pentilfurano	1198	feijão verde, manteiga	PM/SMC	<i>Citrullus vulgaris</i> (melancia) ⁽²⁶⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽²⁰⁾ <i>Cucumis sativus</i> (pepino) ⁽²⁷⁾
<i>Hidrocarbonetos</i>					
23	Octano	800	frutado, doce	PM/SMC	<i>Cucumis melo</i> L. <i>reticulatus</i> Naud. ⁽²⁸⁾
24	1-Octeno	834	não encontrado	PM/SMC	não encontrada
25	(E)-2-Octeno	838	não encontrado	SMC	não encontrada
26	2-Octeno	851	não encontrado	PM/SMC	não encontrada
27	(Z)-2-Octeno	864	não encontrado	PM/SMC	não encontrada
28	Limoneno	1158	verde, citrus, frutado	SMC	<i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽¹⁰⁾ <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽²⁰⁾ <i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾

(BIAIS et al., 2010)⁽¹⁾, (KEMP et al.; 1972)⁽²⁾, (VERZERA et al., 2011)⁽³⁾, (VERZERA et al., 2014)⁽⁴⁾, (ZONGWEI et al., 2009)⁽⁵⁾, (BUTTERY et al., 1982)⁽⁶⁾, (XISTO et al., 2012)⁽⁷⁾, (SENESI et al., 2002)⁽⁸⁾, (GENTHNER, 2010)⁽⁹⁾, (SENER, 1987)⁽¹⁰⁾, (HAYATA et al., 2003)⁽¹¹⁾, (YAMAGUCHI et al., 1977)⁽¹¹⁾, (BAUCHOT et al., 1998)⁽¹²⁾, (早田保義 et al., 2002)⁽¹³⁾, (QI et al., 2012)⁽¹⁴⁾, (OBANDO-ULLOA et al., 2008)⁽¹⁵⁾, (JORDÁN et al.; 2001)⁽¹⁶⁾, (SCHIEBERLE et al.; 1990)⁽¹⁷⁾, (PERRY et al.; 2009)⁽¹⁸⁾, (KEMP et al.; 1972)⁽¹⁹⁾, (BEAULIEU; et al., 2001)⁽²⁰⁾, (SHALIT et al., 2001)⁽²¹⁾, (HERNÁNDEZ-GÓMEZ et al., 2005)⁽²²⁾, (MITCHELL et al., 2008)⁽²³⁾, (HUANG et al., 2009)⁽²⁴⁾, (YANTY et al., 2008)⁽²⁵⁾, (YAJIMA et al., 1985)⁽²⁶⁾, (CHO et al., 2011)⁽²⁷⁾, (PRIYANKA et al., 2015)⁽²⁸⁾, (FAN; QIAN, 2006)⁽²⁹⁾

^(a)Compostos agrupados em seus respectivos grupos funcionais e estes apresentados em ordem alfabética. Foram identificados utilizando o programa MassaHunter Workstation software – Qualitative Analysis version B.06.00 Agilent Technologies e comparados seus espectros com os existentes no NIST (National Institute of Standards and Technology).

^(b)Intensidade do índice de retenção proposto por Kovats (IK), do pico de um determinado composto mostrado em um cromatograma. É calculado a partir de uma equação linear entre cada par de alcanos de cadeia linear (C5-C20), em seguida é confirmado com o (IK) de uma série de compostos já identificados e contidos nas bases Pherobases (EL-SAYED, 2011) e Flavornet (ACREE; ARN, 2004).

^(c)Descritores pesquisados nas bases de dados acima referidas, bem como nas referências citadas.

^(d)Amostras de polpa de melão – (PM) e suco de melão clarificado – (SMC), onde foram encontradas os compostos listados.

^(e)Espécie, variedade e nomes comuns, entre parênteses, nas quais os compostos já foram identificados, com as suas respectivas referências.

(16,5%), [nonanal](#) (9,5%), [\(E,Z\)-2,6-nonadienal](#) (5,0%), [\(E\)-2-nonenal](#) (3,4) e [\(E\)-6-nonanol](#) (1,1%).

Jiao, et al., (2004); Vaillant et al., (2005a), afirmaram que os sucos obtidos por meio da microfiltração tangencial preservam a maior parte dos aromas tradicionais das frutas.

Senesi et al. (2005) afirmaram que os álcoois podem ser originados como produtos secundários da degradação oxidativa de lipídios, contudo, acrescentaram, que outros autores afirmam que a presença de álcoois no aroma de frutas se deve à formação de *off flavor*, ou seja, aromas desagradáveis “ardido, pungente”, originados por meio de degradações internas. Os aldeídos são originados a partir da degradação lipídica, pela degradação de “Strecker” ou através da reação de Maillard.

Sanz et al., (1997) relataram que os ésteres voláteis são gerados a partir da esterificação dos álcoois e da acil-coA, derivados tanto do ácido graxo como do metabolismo de aminoácidos, em uma reação catalisada pela enzima álcool aciltransferase.

Trugo et al., (1984) em trabalho com compostos aromáticos sugeriram que os compostos com nove carbonos são considerados produtos de oxidação, no entanto, eles são típicos na atribuição de sabor e aroma em frutas como melão, onde o (Z)-3-nonen-1-ol confere ao fruto um aroma fresco de melão e o (Z, Z) -3,6-nonadien-1-ol confere o aroma doce de melancia.

Kourkoutas et al., (2006); Obando-ulloa et al. (2008); Perry et al. (2009); Verzera et al. (2011) afirmaram que prevaleceram os seguintes compostos aromáticos nas respectivas variedades do melão *inodorus*: nonanal (melão pele de laranja); (Z)-6-nonenal, (E)-2-nonenal e (Z,Z)-3,6 nonadien-1-ol (melão honeydew); (E,Z)-2,6-nonadienal e 1-nonanol (melão herbáceos); (Z)-3-nonen-1-ol (melão) e (Z,Z)-3,6-nonadien-1-ol (abóbora, pepino). Segundo os mesmos autores estes compostos estão relacionados como descritores de aroma “melão”, “abóbora” e “honeydew”.

Priyanka et al., (2015) identificaram na polpa do (*Cucumis melo* L) a presença de mais de 49 constituintes voláteis entre os quais ésteres, aldeídos, álcoois, compostos fenólicos e terpenos, e sugeriram serem os ésteres e os aldeídos, responsáveis pelas características do sabor-aroma frutado, da polpa do melão.

Vaillant et al., (2005) trabalhando com o suco de melão cantaloupe clarificado por microfiltração, afirmaram que os testes sensoriais realizados no permeado mostrou que o aroma do melão foi facilmente reconhecido, enquanto que a fração retida apresentou pouco aroma de melão e uma textura oleosa, provavelmente devido a elevada concentração de β -caroteno. O autor afirma no referido trabalho que a aplicação da microfiltração tangencial para a obtenção do suco clarificado de melão ainda não teria sido relatada na literatura.

4.3.2 Desaromatização do suco de melão clarificado

A desaromatização foi realizada em escala de laboratório, utilizando uma coluna de adsorção de fluxo descendente em regime de batelada. Foram avaliadas duas resinas acrílicas, grau alimentício, denominadas Ambertlite XAD4 e XAD7HP.

Avaliamos os efeitos das resinas e dos fluxos do suco de melão clarificado através da coluna de desaromatização, sobre a captura dos compostos aromáticos descritores do melão no aspecto qualitativo.

Por razão de matéria-prima limitada, um volume de 20 mL de resina foi definido como “1 volume de leito”, ou “1 *bed volume*” (BV). Esta medida corresponde à quantidade de resina que forma o leito no interior da coluna cromatográfica.

Observamos uma grande afinidade dos compostos com a resina XAD4, exceto o [nonanal](#). O melhor resultado obtido na desaromatização utilizando essa resina foi com o fluxo inicial, ou seja, 3 BV/h (*bed volume* por hora), ou 0,05 BV/min. Nas amostras coletadas após a desaromatização foi identificado somente a presença do [nonanal](#). Este apresentou uma área de pico reduzida em torno de 25% com relação a sua área identificada no suco clarificado.

A resina XAD7 adsorveu todos os compostos aromáticos relatados na literatura como descritores do melão, exceto o [nonanal](#), este, porém, somente foi identificado a partir da amostra coletada no fluxo de 12 BV/h (0,2 BV/min.), após 150 minutos de desaromatização.

Uma pequena alteração ocorreu com a cor, obtida através da leitura do espectrofotometro a 420 nm, da amostra do suco de melão clarificado e desaromatizado. Este obteve uma redução da intensidade da cor de 7% com relação à cor obtida da amostra do suco de melão clarificado. Isto se justifica devido à adsorção dos pigmentos presentes no suco de melão clarificado pelas duas resinas. Essa adsorção é visualmente notada durante a desaromatização pela mudança da coloração das resinas no final do processo.

Mozaffar et al., (2000) reivindicando a patente Nº US 6.045.842 para um método de isolamento de compostos de aromas a partir de um fluido, com o objetivo de eliminar o amargor de sucos cítricos utilizando AmberliteXAD-16, atingiu êxito com um fluxo de 0,15 VB/min. O mesmo documento faz referência ao método descrito por Puri (Pat. No. US 4.439.458), que utilizou uma coluna com Duolite® S-861 passando o suco de pomelo com o mesmo objetivo à taxa de fluxo máxima de 0,11 BV/min. Da mesma forma, Mitchell et al. (Pat. No. US 4.514.427) relatou um fluxo máximo de 0,1 BV/min. utilizando a resina Dowex.

Lee et al., (2003) conseguiram remover mais de 78% dos compostos responsáveis pelo amargor do suco clarificado de pomelo utilizando AMBERLITE® XAD-16 a um fluxo de 0,17 BV/min.

Shaw et al., (1985) afirmaram que os componentes responsáveis pelo amargor, naringina e limonina, foram reduzidos de uma média de 50% ou mais em suco de pomelo clarificado a uma velocidade de fluxo de 0,26 BV/min., através de uma coluna de polímero β -ciclodextrina em processo contínuo.

O composto [\(E\)-6-nonenol](#) apresentou a maior afinidade às resinas XAD4 e XAD7, pois mesmo apresentando em menor quantidade com relação aos demais, não foi possível identificar a sua presença nas amostras analisadas de suco de melão clarificado e desaromatizado.

A Tabela 11 apresenta algumas propriedades dos compostos aromáticos identificados no suco clarificado e alvos da desaromatização. Essas propriedades podem justificar

a reduzida afinidade do [nonanal](#) às resinas utilizadas, em comparação aos demais compostos aromáticos descritores do melão.

A seletividade observada nas resinas pode ter sido influenciada pelas diferentes concentrações dos compostos aromáticos no suco clarificado, bem como, pela afinidade desses compostos com as resinas, originando certa concorrência entre os compostos em ocupar os limitados sítios de adsorção na superfície das resinas. Um composto com elevada concentração e afinidade tem uma maior probabilidade de ser adsorvido pelo sítio ativo da resina, do que outro composto com baixa concentração e afinidade.

Tabela 11 : Propriedades dos compostos aromáticos orgânicos descritores de melão e identificados no suco de melão clarificado

Composto	Coef. de partição (LogP)	Pto. ebulição (°C)	Peso molecular	Solubilidade em água (mg/L) a 25°C	Pressão de vapor (mm/Hg) a 25°C
6 Nonenol	3,01	215,00	142,24	619,30	0.078000
(E)-2 Nonenal	3,31	190,00	140,22	204,90	0.256000
(E,Z)-2-6 Nonadienal	2,79	187,00	138,20	318,80	0.280000
(Z)-6 Nonenal	3,11	87,00	140,20	204,90	0.449000
(Z,Z)-3-6-Nonadienol	2,82	215,00	142,22	963,80	0.034000
(Z)-3 Nonenol	3,20	109,00	142,24	619,30	0.074000
Nonanal	3,46	191,00	142,23	131,60	0.532000

Outro fator a considerar é o coeficiente de partição (LogP) dos compostos em questão, ou seja, o quanto determinado composto se encontra ligado a fase aquosa e/ou a fase orgânica da solução em que ele se encontra, no caso o suco de melão clarificado.

A área de pico do [nonanal](#) que representou 9,5% do total dos 07 compostos identificados, deve ter influenciado na sua probabilidade de ser adsorvido pelas resinas, considerando que ele concorria com o [\(Z\)-3-nonenol](#), [\(Z,Z\)-3,6-nonadienol](#) e [\(Z\)-6-nonenal](#), que apresentaram 32,7%, 31,8% e 16,5% de área de pico respectivamente. Por outro lado, possuindo o [nonanal](#) o LogP maior do grupo,

134 Resultados e Discussão

provavelmente foi o fator que definiu a sua permanência na fração orgânica do suco clarificado desaromatizado.

Analisando o aspecto de ter sido o primeiro composto identificado nas amostras do suco clarificado e desaromatizado, podemos sugerir que a sua elevada pressão de vapor, baixa solubilidade em água, elevado LogP e conseqüentemente boa lipofilicidade contribuiu para a sua detecção na (MEFS)/(CG-EM) a partir da amostra coletada no fluxo de 12 BV/h (0,2 BV/min.), após 150 minutos de desaromatização

De Roos (1997); Dudareva et. al., (2004) afirmaram que a análise do headspace depende da concentração, solubilidade, lipofilicidade, pressão de vapor e da baixa massa molar (<294 g/mol), dos compostos voláteis presentes. Os componentes da matriz, principalmente lipídios, carboidratos e proteínas, influenciam na estabilidade e liberação dos compostos responsáveis pelo aroma.

Kranz et al., (2011) trabalhando com XAD-7HP na adsorção de compostos responsáveis pelo amargor do suco de pomelo, afirmaram que o fluxo utilizado de (60, 112,5 e 165 mL/min.), correspondem a valores de alto rendimento em sistemas industriais, e que a resina utilizada pode ser uma opção promissora não só para a remoção de compostos responsáveis pelo amargor como também para a remoção de compostos aromáticos presentes no suco.

Recentemente Correia et al., (2012) submeteram à desaromatização utilizando resinas adsorventes da série Amberlite®, XAD4, XAD761, FPA54 e FPX66, o suco microfiltrado e fermentado de noni (*Morinda citrifolia*). A resina XAD4 foi a que causou maior remoção de compostos voláteis e também a menor perda de nutrientes como vitamina C e fenólicos totais.

Bicalho et al., (2000) isolaram os componentes voláteis de caju (*Anacardium occidentale*) da variedade *nanum*, através de extração-destilação simultânea e adsorção em amberlite XAD-2, utilizando uma coluna (25 x 2 cm), a um fluxo de 2,5 – 3,0 mL/min. Eles caracterizaram e quantificaram 62 compostos voláteis livres, sendo 40% ésteres, 20% terpenos, 14% hidrocarbonetos, 9% ácidos graxos, 8% aldeídos, 3% álcoois, 3% lactonas, 1% cetonas, 1% fenóis e 1% isoprenóides.

4.4 4ª Etapa: Concentração do Suco do Melão Clarificado e Desaromatizado

O objetivo desta etapa foi avaliar o impacto das condições operacionais pressão/temperatura nas principais características físico-químicas, no perfil aromático e na formação de neocompostos no suco de melão clarificado e concentrado (SMCC) e no suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado (SMCDC).

4.4.1 Suco de melão clarificado e concentrado

A Tabela 12 apresenta as principais características físico-químicas do suco de melão clarificado e do suco do melão clarificado e concentrado em diferentes condições operacionais. Foram utilizados aproximadamente 7 kg de suco de melão clarificado com 7,5% de SST nas operações de concentrações por evaporação realizadas em diferentes condições operacionais de temperatura e pressão:

a) Concentrado a 68% de SST, na pressão absoluta de 0,2 bar correspondendo à temperatura média de 61°C. Foram coletadas 05 amostras nos tempos 0, 113, 169, 193 e 216 minutos de operação as quais corresponderam às concentrações de SST de 7.5, 11.8, 20, 36 e 69, respectivamente;

b) Concentrado a 67% SST, na pressão absoluta de 0,5 bar correspondendo à temperatura média de 77°C. Foram coletadas 05 amostras nos tempos 0, 70, 90, 110 e 120 minutos de operação as quais corresponderam às concentrações de SST de 7.5, 14, 22, 42.2 e 67, respectivamente;

c) Concentrado a 66% SST, na pressão absoluta de 1 bar correspondendo à temperatura média de 100°C. Foram coletadas 05 amostras nos tempos 0, 173, 235, 292 e 326 minutos de operação as quais corresponderam às concentrações de SST de 7.5, 14, 20, 32 e 66, respectivamente.

Os teores de glicose, frutose e sacarose em (g/100g) apresentaram valores similares com exceção àqueles obtidos na amostra do suco clarificado e concentrado a 0,2 bar/61°C. Todas as amostras apresentaram percentuais próximos com relação à quantidade total de açúcares. A pequena diferença evidenciada nos resultados pode sugerir a possibilidade do processo de inversão da sacarose ocorrido durante a concentração do suco de melão clarificado.

Tabela 12. Principais características físico-químicas do suco de melão clarificado e do suco do melão clarificado e concentrado em diferentes condições operacionais (em parênteses o desvio padrão das triplicatas).

Características	Suco clarificado (7,5% SST)	Suco clarificado concentrado (0,2 bar/61°C) (68% SST)	Suco clarificado concentrado (0,5 bar/77°C) (67% SST)	Suco clarificado concentrado (1 bar/100°C) (66% SST)
pH (20 °C)	5,6 (0,1)	5,6* (0,1)	5,6* (0,1)	5,4* (0,1)
Acidez total titulável ATT(%)	0,05 (0,0)	0,05* (0,0)	0,05* (0,0)	0,05* (0,0)
Glicose (g/100g)	4,28 (0,0)	6,35* (0,0)	4,16* (0,0)	4,19* (0,0)
(%)**	37 (0,3)	35 (0,2)	36 (0,2)	36 (0,3)
Frutose (g/100g)	2,82 (0,0)	5,15* (0,0)	3,11* (0,0)	3,29* (0,1)
(%)**	25 (0,4)	29 (0,2)	27 (0,2)	28 (0,3)
Sacarose (g/100g)	4,37 (0,1)	6,54* (0,1)	4,30* (0,0)	4,28* (0,1)
(%)**	38(0,4)	36(01)	37 (0,3)	36(0,2)
Matéria seca (%)	7,5 (0,2)	68 (0,2)	67 (0,2)	66 (0,2)
Atividade de água (Aw)	0,99 (0,01)	0,80 (0,01)	0,80 (0,01)	0,80 (0,01)
Cor (420 nm)	0,05 (0,0)	0,14* (0,0)	0,09* (0,0)	1,19* (0,0)

(*)Após a diluição das amostras para o teor de 7,5% SST (%).(**) Percentual em relação ao total dos açúcares analisados.

Vaillant et al., (2005) trabalhando com o suco de melão cantaloupe clarificado por microfiltração e concentrado por evaporação osmótica a 55% de SST alcançaram resultados semelhantes. Onsekizoglu et al. (2010) concentrando suco clarificado de maçã por evaporação térmica e por membranas não notaram decréscimos dos teores dos três principais açúcares.

A atividade de água (Aw) é um parâmetro importante para o desenvolvimento microbiano. O valor absoluto da atividade de água dá uma indicação segura do conteúdo de água livre do alimento, sendo a única forma de água utilizada por parte dos microrganismos. A possibilidade de alteração microbiana em alimentos acaba naqueles que apresentam Aw abaixo de 0,60, embora isso não signifique a destruição

dos microrganismos. A maioria das bactérias se desenvolve em A_w mínima de 0,91; as leveduras, em 0,88 e os bolores, em 0,80. Os sucos concentrados de maçã comercializados a 70% de SST e embalados em tambores assépticos, tem a vida de prateleira de 24 meses se armazenados em temperaturas entre 0 e 5 °C.

A cor das amostras analisadas por espectrofotômetro no comprimento de ondas de 420 nm indicou que a amostra do suco clarificado e concentrado a 0,5 bar/77°C teve a intensidade da cor menos afetada quando comparada com a cor da amostra do suco clarificado, enquanto que a amostra do suco clarificado e concentrado a 1 bar/100°C apresentou a maior intensidade de absorbância e conseqüentemente o aumento do escurecimento decorrente da reação de Maillard. Esse resultado era previsto, pois a referida amostra foi submetida à condição operacional mais agressiva com relação à temperatura e ao tempo de exposição (100°C/365minutos).

Nascimento et al., (2015) em estudos sobre os efeitos da relação tempo/temperatura e concentração/pH na reação de Maillard em diferentes açúcares, afirmaram que o aumento do escurecimento decorrente da reação de Maillard é favorecido pelo aumento da temperatura do processo, e que a intensidade do desenvolvimento da cor escura no comprimento de ondas 420 nm é a consequência mensurável mais fácil da ocorrência da reação. Os autores acrescentaram ainda que um dos fatores essenciais para a ocorrência da reação de Maillard é a existência de um grupo carbonila de um açúcar redutor (aldeído ou cetona), e o grupo amina livre de uma proteína ou aminoácidos, e quando envolvidos monossacarídeos, de preferência a glicose em seguida a frutose, o escurecimento aumenta gradualmente ao longo do tempo de aquecimento.

Onsekizoglu et al., (2010) avaliando a qualidade do suco de maçã concentrado por membranas e por evaporação térmica concluíram que dentre os tratamentos de concentração aplicados, somente as amostras submetidas à evaporação térmica resultou na formação de hidroximetilfurfural (HMF), potencial indicador da reação de Maillard.

A Tabela 13 apresenta os compostos aromáticos identificados em amostras do suco de melão clarificado e concentrado às pressões de 0,2 – 0,5 e 1,0 bar, bem como na

138 Resultados e Discussão

amostra do condensado extraído durante a concentração a 1,0 bar. Os compostos estão apresentados conforme os seus respectivos grupos funcionais listados em ordem alfabética. Os aldeídos/cetonas, álcoois, éteres e os hidrocarbonetos representam aproximadamente 54,5%, 32%, 9%, e 4,5% respectivamente, dos compostos encontrados nas amostras.

El hadi et al., (2013) corroboram com os dados acima quando afirmaram que na variedade dos melões aromáticos os voláteis presentes são principalmente os esterificados, em níveis geralmente mais elevados do que na variedade *inodorus*, nesta variedade, os compostos que se apresentam com mais intensidade pertencem aos grupos dos aldeídos e álcoois.

Dentre os 22 compostos aromáticos identificados, 20 estão presentes no condensado, 08 compostos foram indentificados no SMCC e 06 encontram-se presentes simultaneamente nas duas amostras.

Dentre os compostos presentes no SMCC, 06, 05 e 02 desses compostos foram identificados nas amostras concentradas a 1.0, 0.5 e 0.2 bar respectivamente, sendo que alguns desses compostos foram encontrados também simultaneamente nas tres amostras analisadas, ou seja, nas amostras de SMCC concentradas a 1.0, 0.5, e 0.2 bar.

Tabela 13: Compostos aromáticos orgânicos do melão detectados por micro extração em fase sólida (SPME) e cromatografia gasosa acoplada com espectrometria de massa (CG-EM).

Nº	Compostos ^(a)	IK ^(b)	Descritores ^(c)	Produto ^(d)	Refs. ^(e)
<i>Álcoois</i>					
1	1-Octen-3-ol	1449	alho, cogumelo, terra, ervas	C	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>reticulatus</i> Naud ⁽²⁾ ., <i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾
2	1-Octanol	1560	verde, rosa	SMCC 0,2–0,5–1,0 bar / C	<i>Citrullus vulgaris</i> (melancia) ⁽²⁶⁾
3	2-Etilhexanol	1492	citrus, floral, doce	C	<i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ^(3,4)

Tabela 13: Continuação

Nº	Compostos ^(a)	IK ^(b)	Descritores ^(c)	Produto ^(d)	Refs. ^(e)
4	Nonanol	1670	verde, frutado	C	<i>Cucumis melo</i> var. <i>cantalupensis</i> ⁽⁵⁾
5	(Z)-3-Nonenol	1689	verde, doce, melão	C	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (melão honedew) ⁽⁶⁾ , <i>Citrillus vulgaris</i> (melancia) ⁽⁷⁾
6	(E)-6-Nonenol	1716	frutado, doce, fresco, melão	C	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (melão honedew) ⁽⁶⁾ , <i>Cucumis melo</i> L var <i>reticulatus</i> Naud ⁽⁸⁾ , <i>Citrillus vulgaris</i> (melancia) ⁽⁹⁾
7	(Z,Z)-3,6-Nonadienol	1759	melão, fresco, verde	C	<i>Cucumis inodorus</i> Naud. (melão honedew) ⁽⁶⁾ <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽¹⁰⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. cv. Miyabi ⁽¹¹⁾
<i>Aldeídos/Cetonas</i>					
8	2-Metilpropanal	803	verde, queimado, frutado	SMCC 1,0 bar	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ^(3,30)
9	3-Metilpentanal	806	não encontrado	SMCC 0,5 bar	<i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽¹⁰⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> ⁽¹¹⁾
10	Penten-2-ona	1104	fruta	C	não encontrada
11	Octanal	1174	citrus flor, frutado	SMCC 0,5–1,0bar/ C	<i>Cucumis melo</i> var. <i>cantalupensis</i> Naud. cv. Vedrandais ⁽¹²⁾ ,
12	(E)-2-Octenal	1398	doce, verde, azedo queimado	SMCC 0,2–0,5–1,0 bar/ C	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. cv. Miyabi ⁽¹³⁾ <i>Cucumis melo</i> var. Makuwa makino ⁽¹⁴⁾
13	3-(Metiltio)-propanal	1425	gramínea, batata cozida	C	<i>Cucumis melo</i> L. cv. Makdimon ⁽³¹⁾

Tabela 13: Continuação

Nº	Compostos ^(a)	IK ^(b)	Descritores ^(c)	Produto ^(d)	Refs. ^(e)
14	2-Metilbutanal (inserir na tab11)	905	queimado, verde, malte, cacau	SMCC 1,0 bar/ C	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾
15	3-Metilbutanal	914	frutado, amêndoa, torrado, malte, ervas	SMCC 1,0 bar C	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾ , <i>Cucumis melo</i> L. cv. Miyabi ⁽¹³⁾ <i>Cucumis melo</i> var. Makuwa makino ⁽¹⁴⁾
16	(E)-2-Butenal	1037	verde, plástico	C	<i>Cucumis melo</i> L. var. <i>inodorus</i> ⁽³⁾ <i>Cucumis melo</i> cv. Athena ⁽¹⁶⁾
17	Hexanal	1079	verde, frutado, herbáceo, gordura	C	<i>Cucumis sativus</i> ⁽¹⁷⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ⁽¹⁸⁾ , <i>Cucumis melo</i> cv. Athena ⁽¹⁶⁾
18	Nonanal	1367	melão, frutado, doce	C	<i>Cucumis. Melo</i> var. <i>inodorus</i> Naud ⁽¹⁵⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>cantalupensis</i> ⁽⁵⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>inodorus</i> ⁽⁴⁾
19	Fenilacetaldéido	1616	floral	C	<i>Cucumis melo</i> var. <i>cantalupensis</i> Naud cv Vendrandais ⁽²⁰⁾ .
<i>Éteres</i>					
20	Furano-2-carbaldeído	1438	amadeirado, amêndoa, doce, frutado, florido	C	<i>Cucumis melo</i> L. ⁽³²⁾
21	2-Pentilfurano	1198	feijão verde, manteiga	SMCC 0,5 bar/ C	<i>Citrullus vulgaris</i> (melancia) ⁽²⁶⁾ , <i>Cucumis melo</i> var. <i>reticulatus</i> cv. Sol Real ⁽²⁰⁾ , <i>Cucumis sativus</i> (pepino) ⁽²⁷⁾
<i>Hidrocarbonetos</i>					
22	1-Octeno	834	não encontrado	C	não encontrada

(BIAIS et al., 2010)⁽¹⁾, (KEMP et al., 1972)⁽²⁾, (VERZERA et al., 2011)⁽³⁾, (VERZERA et al., 2014)⁽⁴⁾, (ZONGWEI et al., 2009)⁽⁵⁾, (BUTTERY et al., 1982)⁽⁶⁾, (XISTO et al., 2012)⁽⁷⁾, (SENESE et al., 2002)⁽⁸⁾, (GENTHNER, 2010)⁽⁹⁾, (SENER, 1987)⁽¹⁰⁾, (HAYATA et al., 2003)⁽¹¹⁾, (YAMAGUCHI et al., 1977)⁽¹¹⁾, (BAUCHOT et al., 1998)⁽¹²⁾, (早田保義 et al., 2002)⁽¹³⁾, (QI et al., 2012)⁽¹⁴⁾, (OBANDO-ULLOA et al., 2008)⁽¹⁵⁾, (JORDÁN et al., 2001)⁽¹⁶⁾, (SCHIEBERLE et al., 1990)⁽¹⁷⁾, (PERRY et al., 2009)⁽¹⁸⁾, (KEMP

et al., 1972)⁽¹⁹⁾, (BEAULIEU; et al., 2001)⁽²⁰⁾, (SHALIT et al., 2001)⁽²¹⁾, (HERNÁNDEZ-GÓMEZ et al., 2005)⁽²²⁾, (MITCHELL et al., 2008)⁽²³⁾, (HUANG et al., 2009)⁽²⁴⁾, (YANTY et al., 2008)⁽²⁵⁾, (YAJIMA et al., 1985)⁽²⁶⁾, (CHO et al., 2011)⁽²⁷⁾, (PRIYANKA et al., 2015)⁽²⁸⁾, (FAN; QIAN, 2006)⁽²⁹⁾, (SONG; FORNEY, 2008)⁽³⁰⁾, (WYLLIE et al., 1994)⁽³¹⁾, (FERNÁNDEZ-TRUJILLO et al., 2013)⁽³²⁾

^(a)Compostos agrupados em seus respectivos grupos funcionais e estes apresentados em ordem alfabética. Foram identificados utilizando o programa MassaHunter Workstation software – Qualitative Analysis version B.06.00 Agilent Technologies e comparados seus espectros com os existentes no NIST (National Institute of Standards and Technology).

^(b)Intensidade do índice de retenção proposto por Kovats (IK), do pico de um determinado composto mostrado em um cromatograma. É calculado a partir de uma equação linear entre cada par de alcanos de cadeia linear (C5-C20), em seguida é confirmado com o (IK) de uma série de compostos já identificados e contidos nas bases Pherobases (EL-SAYED, 2011) e Flavornet (ACREE; ARN, 2004).

^(c) Descritores pesquisados nas bases de dados acima referidas, bem como nas referências citadas.

^(d) Amostras de suco de melão clarificado e concentrado à pressão de 0,2 – 0,5 e 1,0 bar - (SMCC) e o condensado extraído durante a concentração à pressão de 0,5 bar - (C), onde foram encontradas os compostos listados.

^(e)Espécie, variedade e nomes comuns, entre parênteses, nas quais os compostos já foram identificados, com as suas respectivas referências.

Os compostos aromáticos descritores do melão ([\(Z\)-3-nonenol](#), [\(E\)-6-nonenol](#), [\(Z,Z\)-3,6-nonadieno](#)) (álcoois) e o [nonanal](#) (aldeído), identificados na polpa como também no suco do melão clarificado, foram identificados somente nas amostras do condensado obtido durante a concentração. Não foi identificado nenhum descritor do melão nas amostras do SMCC obtido a 0,2, 0,5 e 1,0 bar.

Os compostos aromáticos 1-octanol (álcool); 2-metilpropanal, 3-metilpentanal, penten-2-one, octanal, 3-metiltiopropanal, fenilacetaldéido (aldeídos/cetonas) e furano-2-carbaldeído (éteres), não foram identificados nas amostras de polpa assim como nas amostras do suco de melão clarificado. Esses neocompostos podem ser produtos de degradação dos compostos presentes no suco do melão clarificado, possivelmente formados por meio das reações de escurecimento não enzimático, Maillard e caramelização, principalmente durante a concentração realizada a 1,0 bar. É importante considerar também que esses compostos poderiam já estar presentes nas amostras do suco do melão clarificado em pequenas quantidades, entretanto a sua identificação só foi possível após a degradação dos compostos majoritários ocorrido pela ação do calor durante a concentração do suco do melão clarificado.

Baldwin (2002); El hadi et al., (2013) afirmaram que alguns compostos de aroma estão ligados a açúcares como os glicosídeos, mais especificamente nas frutas, o O-β-D-glicosídeos e O-diglicosídeos, sendo liberados após a clivagem da ligação da porção

de açúcar durante a maturação, processamento e armazenamento, ou pela ação de enzimas, ácidos ou calor.

Song et al., (2008) concluíram que as vias metabólicas para a biossíntese dos compostos voláteis presentes nos frutos, como o melão, não são completamente compreendidas, pois esses voláteis em sua grande maioria ésteres, são produzidos por seus precursores originados por meio do metabolismo dos ácidos graxos e dos aminoácidos ramificados ou utilizando outras vias biogenéticas.

Yajima et al., (1985) pesquisando os componentes voláteis da melancia afirmaram que o 4-oxononal, embora ainda não tenha sido relatado como componente de aroma que ocorre naturalmente neste vegetal, foi identificado por eles como sendo um composto importante para o aroma da melancia bem como o precursor do 2-pentilfurano.

Song et al.,(2008) em trabalho sobre produção e regulação dos voláteis em frutas afirmaram que no morango a enzima álcool aciltransferase (ATT), também identificada em melões, utiliza dentre outros álcoois, o 1-octanol para finalizar a síntese dos ésteres. Podemos sugerir que o 1-octanol identificado no SMCC e no C teria a mesma finalidade.

Wyllie et al., (1994) identificaram 20 compostos de enxofre em amostras de *Cucumis melo* L. cv Makdimon e observaram que dos 7 picos identificados como odores significativos, 4 continham enxofre, os quais, S-metil-tiobutanoato, 3-metiltio-propanal, 3-metiltio-acetato de propilo, e dimetil-tetrassulfureto.

Cho et al., (2011) em estudos realizados sobre a degradação dos aldeídos em sucos de pepino afirmaram que o (E,Z)-2,6-nonadienal e o (E)-2-nonenal, relatado na literatura como descritores do melão, são formados a partir dos ácidos linolênico e linoleico, respectivamente, quando as células são rompidas. Os mesmos autores acrescentam que esses compostos apresentam elevada instabilidade nos sucos, podendo suas perdas serem explicadas pelo aparecimento de outros aldeídos e do 2-pentilfurano.

Após de avaliar a qualidade do produto obtido nas tres condições operacionais, o suco de melão clarificado e desaromatizado foi concentrado a 67% de SST a pressão absoluta de 0,5 bar, correspondendo a temperatura de 77°C. Esta foi a condição operacional de processo no qual foi obtido o suco de melão clarificado e concentrado com as melhores características físico-químicas em relação às duas condições operacionais extremas, além de ser a condição operacional semelhante àquelas utilizadas em indústrias que elaboram produtos concentrados.

4.4.2 Suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado

Uma amostra de aproximadamente 3 kg de suco de melão clarificado a 7,5% de SST, desaromatizado com a resina XAD7 foi concentrado a 67 % de SST, à pressão absoluta de 0,5 bar, correspondendo à temperatura média aproximadamente de 77°C. O concentrado obtido foi envasado em embalagens de vidro e mantidos em temperatura de -20°C (Foto 8).

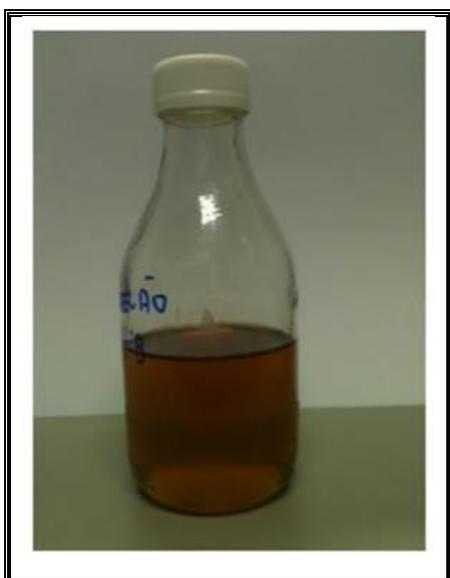


Foto 8. Suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado.

As características físico-químicas do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado permaneceram inalteradas em relação às do suco de melão clarificado e concentrado processado nas mesmas condições operacionais. O perfil aromático das amostras apresenta uma pequena alteração, possivelmente relacionada à neocompostos fomados durante o processo. Os compostos 1-octanol e 3-metilpropanal foram detectados no suco de melão clarificado e concentrado, enquanto

144 Resultados e Discussão

que o pentilfurano foi novamente identificado no suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado.

É importante considerar também neste momento, que esses compostos poderiam já estar presentes nas amostras do suco do melão clarificado em pequenas quantidades, entretanto, a identificação dos mesmos só foi possível após a degradação dos compostos majoritários ocorrido pela ação do calor durante a concentração do suco do melão clarificado.

A Tabela 14 apresenta o perfil aromático identificado nos produtos obtidos nas 4 etapas que constituíram a metodologia experimental deste trabalho.

Tabela 14. Perfil aromático dos produtos e co-produtos obtidos durante o processamento do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado.

Nº	Compostos Aromáticos ^(a)	PM ^(b)	SMC ^(c)	SMCC ^(d)			SMCDC ^(e)	
				0,2 bar	0,5 bar	1,0 bar	0,5bar	C ^(d)
Álcoois								
1	Etanol		X					
2	1-Octen-3-ol	X						X
3	1-Octanol			X	X	X		
4	2-Etilhexanol		X					X
5	Nonanol	X	X					X
6	(Z)-3-Noneno ^(b)	X	X					X
7	(E)-6-Noneno ^(b)		X					X
8	(Z,Z)-3,6-Nonadieno ^(b)	X	X					X
Aldeídos/Cetonas								
9	Acetaldeído	X	X					
10	2-Metilpropanal					X		
11	3-Metilpentanal				X			
12	Etil acetato		X					
13	Pentan-2-ona							X
14	Octanal				X	X	X	
15	(E)-2-Octenal			X	X	X	X	X
16	3-(Metiltio)-propanal							X
17	2-Metilbutanal	X				X		X
18	3-Metilbutanal	X	X			X		X
19	Pentanal	X						
20	(E)-2-Butenal	X						X
21	Hexanal		X					X

Tabela 14. Continuação

Nº	Compostos Aromáticos	PM	SMC	SMCC			SMCCD 0,5 bar	C
				0,2 bar	0,5 bar	1,0 bar		
Aldeídos/Cetonas (cont.)								
22	Nonanal ^(b)	X	X					X
23	(Z)-6-Nonenal ^(b)	X	X					
24	Decanal		X					
25	Fenilacetaldéido							X
26	Benzaldeido	X	X					
27	(E)-2-Nonenal ^(b)	X	X					
28	(E,Z)-2,6-Nonadienal ^(b)	X	X					
Ésteres								
29	Etil 2-metilbutanoato ^(b)	X						
30	Ac Metilester octadecanoato	X						
Éteres								
31	Furano-2-carbaldeido							X
32	2-Pentilfurano	X	X		X		X	X
Hidrocarbonetos								
33	Octano	X	X					
34	1-Octeno	X	X					X
35	(E)-2-Octeno		X					
36	2-Octeno	X	X					
37	(Z)-2-Octeno	X	X					
38	Limoneno		X					

^(a)Compostos agrupados em seus respectivos grupos funcionais e estes apresentados em ordem alfabética. Foram identificados utilizando o programa MassaHunter Workstation software – Qualitative Analysis version B.06.00 Agilent Technologies e comparados seus espectros com os existentes no NIST (National Institute of Standards and Technology).

^(b)Descritores pesquisados nas bases de dados acima referidas, bem como nas referências citadas. (PM) - Polpa de melão; (SMC) – Suco de melão clarificado; (SMCC) – Suco de melão clarificado e concentrado a 0,2, 0,5 e 1,0 bar; (SMCCD) – Suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado a 0,5 bar; (C) – Condensado obtido do SMCC a 0,5 bar

Capítulo 5
CONCLUSÕES

5 CONCLUSÕES

Este capítulo apresenta as principais conclusões alcançadas referentes ao objetivo estabelecidos para desenvolver um processo a ser explorado como uma nova rota tecnológica de agregação de valor ao melão amarelo (*Cucumis melo var inodora*), transformando esta matéria-prima, oriunda da fruticultura tropical, em um suco base neutro clarificado, desaromatizado e concentrado, rico em açúcares naturais, vitaminas e minerais, a ser utilizado como um insumo fundamental na composição de sucos, néctares, *blends* e outras bebidas. As conclusões são apresentadas pelas etapas definidas na metodologia para a obtenção do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado. O capítulo é finalizado com as considerações finais nas quais são apresentadas as sugestões e as perspectivas mais pertinentes ao estudo a serem exploradas em futuros projetos.

As conclusões do presente trabalho compreendem:

1° Etapa – Processamento da polpa do melão congelada.

As operações unitárias e as condições operacionais estabelecidas no fluxograma do Processamento Integral da Polpa (PIP) permite elevar o rendimento de extração da polpa do melão. A extração da polpa do melão seguida de um pré-tratamento enzimático, aumenta o rendimento da operação de microfiltração da polpa, ou seja, eleva a quantidade do suco de melão microfiltrado ou clarificado obtido na microfiltração da polpa do melão por membranas. Assim, o fluxograma do Processamento Integral da Polpa (PIP) é adotado como o protocolo padrão a ser utilizado para produzir a polpa do melão que servirá como matéria-prima para a obtenção do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado.

2° Etapa – Microfiltração da polpa do melão para a obtenção do suco de melão clarificado.

A microfiltração tangencial da polpa do melão utilizando membranas cerâmicas tubulares tipo monocaudal com 0,2 μm de diâmetro médio de poros, a uma pressão transmembranar média de 3 bar, velocidade tangencial de circulação da polpa de 6m/s² a temperatura de 30°C, produziu um suco de melão clarificado límpido, translúcido e apresentando um tom levemente esverdeado. O pré-tratamento enzimático realizado com a circulação no próprio sistema piloto, da polpa e uma

mistura de Pectinex UltraSP-L e Celluclast à dosagem de 250 + 250 ppm durante 30 minutos a 30°C, elevou a densidade média do fluxo de permeado para 85 L/h/m², à FRV de 24.7, alcançando um rendimento de 84% de suco de melão clarificado, após 280 minutos de microfiltração. Esses resultados são considerados tecnicamente viáveis para a implementação em escala industrial, pois as condições operacionais aplicadas permitem alcançar um elevado FRV, mantendo a densidade do fluxo de permeado elevado, conseqüentemente, um alto rendimento de suco de melão clarificado e uma menor produção da fração retida, a qual é considerada ainda como resíduo industrial ou co-produto de baixo valor agregado.

Por ser utilizada na microfiltração tangencial condições operacionais pouco agressivas ao produto, a microfiltração permite a preservação das principais características físico-químicas presentes na polpa do melão, no suco microfiltrado ou suco clarificado, como os açúcares, acidez, sólidos solúveis totais (SST), pH, atividade de água e aromas. Na fração retida concentram-se os sólidos suspensos e os pigmentos, transformando-a no final da microfiltração em um fluido pastoso, apresentando uma intensa cor verde brilhante. As características físico-químicas do suco clarificado também são mantidas após a sua desaromatização, com exceção dos aromas descritores do melão e dos pigmentos responsáveis pelo leve tom esverdeado do suco. Estes são adsorvidos pelas resinas durante a passagem do suco clarificado através da coluna de desaromatização. O suco clarificado desaromatizado e concentrado a 67% de sólidos solúveis totais (SST) tem a atividade de água reduzida quando comparado com o suco de melão clarificado obtido após a microfiltração tangencial da polpa do melão. Após ser diluído de 67 % de SST ao mesmo teor de SST do suco clarificado, o suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado mantém inalterado o pH e a acidez, reduz o teor de glicose e sacarose, aumenta a frutose e eleva a intensidade da cor. Os descritores de aroma do melão entre outros compostos aromáticos menos importantes são eliminados durante a desaromatização e a concentração, sendo esta última operação responsável pela formação de alguns neocompostos. Estes novos compostos formados são também encontrados em sucos clarificados e concentrados, amplamente comercializados, derivados de outras matérias-primas.

3° Etapa – Desaromatização do suco de melão clarificado por adsorção em resinas.

A resina acrílica grau alimentício Amberlite XAD7HP quando comparada com a Amberlite XAD4 nas mesmas condições operacionais é mais eficiente na captura dos compostos aromáticos presentes no suco de melão clarificado, inclusive daqueles mais importantes para obtenção do suco de melão clarificado e desaromatizado, descritos na literatura como compostos aromáticos descritores do melão. As duas resinas adsorvem também os pigmentos que conferem um tom esverdeado no suco de melão clarificado tornando-o incolor.

3° Etapa – Concentração do suco de melão clarificado e desaromatizado.

O suco de melão clarificado e concentrado a 67% de SST, pressão absoluta de 0,5 bar, correspondendo a temperatura de 82°C apresenta as melhores características físico-químicas quando comparadas com as características do suco de melão clarificado, submetido a outras condições operacionais de concentração avaliadas. Por isso, essa condição operacional foi utilizada como concentrar o suco de melão clarificado e desaromatizado, além de ser também, uma condição semelhante àquelas geralmente utilizada nas agroindústrias que elaboram sucos concentrados, sendo portando, de fácil implementação nas linhas de processo.

As características físico-químicas do suco de melão clarificado, desaromatizado e concentrado permanecem inalteradas em relação às do suco de melão clarificado e concentrado nas mesmas condições operacionais supra referidas. A extração dos compostos aromáticos descritores do melão e presentes no suco clarificado pode ser realizada tanto por meio da adsorção, utilizando a desaromatização, ou a evaporação, utilizando a concentração. Devemos considerar que o melão amarelo pertencente à variedade “*inodoro*” utilizado neste trabalho pode ter contribuído no resultado obtido referente da extração dos compostos aromáticos, principalmente por meio da concentração.

Conclusão Final

O suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado, rico em nutrientes como açúcares, vitaminas hidrossolúveis e minerais, derivado de uma matéria-prima que apresenta uma alta capacidade produtiva no Nordeste brasileiro, é bastante promissor

para ser utilizado como insumo natural em diversas bebidas, atendendo dessa forma, a uma necessidade global por produtos mais ricos nutricionalmente que não façam uso de componentes que não sejam de origem frutífera, como o açúcar de cana, fontes amiláceas modificadas, entre outros. Associado a este fator tem-se como um bom argumento tecnológico as facilidades da adequação dessa fruta às tecnologias de processos ou sistemas industriais já existentes de despolpamento, clarificação por meio do pré-tratamento enzimático, microfiltração e a adsorção de componentes indesejáveis.

Por fim, além de ser viável tecnicamente a aplicação da rota tecnológica proposta neste trabalho, a utilização do melão amarelo como matéria-prima apresenta-se muito favorável a ser a primeira, dentre as frutas tropicais, a ingressar nesse grande mercado mundial de suco base neutro para suprir à crescente demanda do setor industrial e comercial de sucos de frutas, podendo servir, em um futuro próximo, como estimulador para que outras culturas tropicais como, por exemplo, a banana e o caju, venham a trilhar o mesmo caminho tecnológico.

5.1 Considerações Finais

Sugerimos aqui as principais perspectivas de estudos futuros necessários para a complementação deste trabalho tendo em vista a implementação do processo em escala industrial. Análise sensorial do suco clarificado e desaromatizado e do suco clarificado e concentrado de melão, aplicando o método discriminativo de diferença para duas amostras, mais especificamente o teste de comparação pareada, que tem como objetivo verificar se uma amostra apresenta certo atributo sensorial (sabor de melão) em maior intensidade do que a outra amostra. Definir os parâmetros operacionais da desaromatização detectando a saturação da resina e conseqüentemente a presença dos compostos descritores do melão no suco desaromatizado, tendo como referência os valores de *threshold* (razão entre a concentração do volátil no suco de melão clarificado e desaromatizado dividido pelo limiar da detecção pelo olfato humano do mesmo), visando à otimização do processo para o desenvolvimento de formulações de *blends*. Estudo de estabilidade físico-química, microbiológica e vida de prateleira do suco de melão clarificado desaromatizado e concentrado. Estudo da viabilidade econômica do processo com informações precisas sobre os custos de produção e o mercado de suco base neutros.

Futuros projetos de desenvolvimento e inovação tecnológica poderão ser elaborados visando à implementação modular das operações unitárias apresentadas neste trabalho, com o objetivo de desenvolver processos para a obtenção de novos produtos derivados do melão amarelo, bem como, na utilização de outras matérias-primas oriundas de outros tipos comerciais de melão existentes.

Utilização do suco de melão clarificado em formulações de *blends* de sucos clarificados, néctares, bebidas alcoólicas, energéticos, refrigerantes, etc.

Estudo de viabilidade técnica e econômica para a produção do suco clarificado e pasteurizado de melão. O suco clarificado de melão quando estabilizado por meio de um tratamento térmico, dependendo da sua intensidade, apresentará uma tonalidade amarelo âmbar, em consequência da caramelização dos seus açúcares, e um aspecto límpido e brilhante, características semelhantes ao do suco clarificado de maçã ou de caju, este conhecido como cajuína. O produto poderá ser consumido diretamente ou indiretamente, quando misturado com outros sucos clarificados ou outras bebidas naturais.

O suco de melão clarificado e desaromatizado apresentando as características de uma bebida naturalmente doce, nutritiva, límpida, incolor, com o sabor e aroma “frutado” proveniente dos compostos aromáticos remanescentes da desaromatização, poderá formar um *blend* com produtos que foram submetidos ao mesmo processo, porém derivados de matéria-primas diferentes, como a banana e o caju. Este *blend* poderá ser direcionado para a elaboração de bebidas energéticas naturais, ricas em vitaminas e minerais, a ser consumida por desportistas no lugar dos “isotônicos” artificiais.

Recuperação dos aromas adsorvidos pelas resinas após a desaromatização, bem como aqueles capturados pelo vapor condensado produzido durante a concentração do suco clarificado, visando à obtenção de aromatizantes naturais que poderão ser aplicados em diversos produtos alimentícios.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

- ABDULLAH, A. G. L. et al. Response surface optimization of conditions for clarification of carambola fruit juice using a commercial enzyme. **Journal of Food Engineering**, v. 81, n. 1, p. 65–71, 2007.
- ABRAMOVAY, R. Subsídios e multifuncionalidade na política agrícola europeia. **Economia Rural**, v. 40, n. 2, p. 235–264, 2002.
- ABREU, F. et al. Potentialités de la microfiltration tangentielle sur membranes minérales pour la clarification du jus de pomme de cajou. **Fruits**, v. 60, n. 01, p. 33–40, 2005.
- ACREE, T.; ARN, H. Flavornet and human odor space. **Datu Inc.[Online] Available from: <http://www.flavornet.org> [last accessed 20 Mar 2013]**, 2004.
- ALMANDOZ, C. et al. Corn syrup clarification by microfiltration with ceramic membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 363, n. 1, p. 87–95, 2010.
- AL-SAYED, H. M. A.; AHMED, A. R. Utilization of watermelon rinds and sharlyn melon peels as a natural source of dietary fiber and antioxidants in cake. **Annals of Agricultural Sciences**, v. 58, n. 1, p. 83–95, 2013.
- ANJUM, M. et al. Anaerobic co-digestion of municipal solid organic waste with melon residues to enhance biodegradability and biogas production. **Journal of Material Cycles and Waste Management**, v. 14, n. 4, p. 388–395, 2012.
- APEX BRASIL. **Perfil de exportador de melões brasileiros 2014**. Brasília, DF: [s.n.]. Disponível em: <http://www2.apexbrasil.com.br/media/estudo/BoletimSetorialMeloFINAL_20140328093424.pdf>. Acesso em: 10 fev. 2014.
- ARAGÃO, F. A. S. **Divergência genética de acessos e interação genótipo x ambiente de famílias de meloeiro**. Mossoró: Universidade Federal Rural do Semiárido, 2010. 107p. [s.l.] Tese de Doutorado, [s.d.].
- ARNAL, J. M.; GARCÍA-FAYOS, B.; SANCHO, M. **Membrane cleaning**. [s.l.] INTECH Open Access Publisher, 2011.
- BALDWIN, E. A. Fruit flavor, volatile metabolism and consumer perceptions. **Fruit Quality and its Biological Basis**. CRC Press, Boca Raton, FL, p. 89–106, 2002.
- BALISCHI, L. et al. Influência do tratamento enzimático sobre as características reológicas e microscópicas da polpa de acerola. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 24, p. 1649–1658, 2008.
- BARRETO, N. D. S. **QUALIDADE, COMPOSTOS BIOATIVOS E CAPACIDADE ANTIOXIDANTE DE FRUTOS DE HÍBRIDOS COMERCIAIS DE MELOEIRO CULTIVADOS NO CE E RN**. Universidade Federal Rural do Semiárido, , 2011.

BARROS, S. T. D. Clarificação dos sucos de acerola e abacaxi por ultrafiltração: modelagem e simulação do fluxo do permeado e determinação dos mecanismos de fouling. **Clarificação dos sucos de acerola e abacaxi por ultrafiltração: modelagem e simulação do fluxo do permeado e determinação dos mecanismos de fouling**, 2002.

BASTOS, D. H. M. et al. Composição de voláteis e perfil de aroma e sabor de méis de eucalipto e laranja. **Ciencia e tecnologia de Alimentos**, v. 22, n. 2, p. 122–129, 2002.

BAUCHOT, A. D. et al. Effect of aminocyclopropane-1-carboxylic acid oxidase antisense gene on the formation of volatile esters in cantaloupe Charentais melon (cv. Vedrandais). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 46, n. 11, p. 4787–4792, 1998.

BEAULIEU, J. C.; GRIMM, C. C. Identification of volatile compounds in cantaloupe at various developmental stages using solid phase microextraction. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, n. 3, p. 1345–1352, 2001.

BIAIS, B. et al. Metabolic acclimation to hypoxia revealed by metabolite gradients in melon fruit. **Journal of plant physiology**, v. 167, n. 3, p. 242–245, 2010.

BICALHO, B. et al. Application of high-temperature gas chromatography-mass spectrometry to the investigation of glycosidically bound components related to cashew apple (*Anacardium occidentale* L. var. *nanum*) volatiles. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 48, n. 4, p. 1167–1174, 2000.

BIMBENET, J.-J.; DUQUENOY, A.; TRYSTRAM, G. **Génie des procédés alimentaires: Des bases aux applications**. [s.l.] Dunod, 2002.

BUTTERY, R. G. et al. Additional aroma components of honeydew melon. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 30, n. 6, p. 1208–1211, 1982.

CARDOT, C. **Les traitements de l'eau: procédés physico-chimiques et biologiques: cours et problèmes résolus: génie de l'environnement**. [s.l.] Ellipses-Marketing, 2002.

CARVALHO, J. M.; MIRANDA, D. L. As exportações brasileiras de frutas: um panorama atual. **SOBER, palestra**, 2009.

CASSANO, A. et al. Clarification and concentration of citrus and carrot juices by integrated membrane processes. **Journal of Food Engineering**, v. 57, n. 2, p. 153–163, 2003.

CEAGESP. **Programa Brasileiro para a Modernização da Horticultura**: CQH, Documentos, 27. São Paulo, 2004. Disponível em: <<http://www.hortibrasil.org.br/jnw/images/stories/folders/foldermelao.pdf>>

CEAGESP (COMPANHIA DE ENTREPOSTOS E ARMAZÉNS GERAIS DE SÃO. **Que melão é esse?** São Paulo, 2010. Disponível em:

<http://www.ceagesp.gov.br/produtor/estudos/anexos/que_melao_e_esse.pdf>. Acesso em: 7 ago. 2014

CHEMELLO, E. A Química na Cozinha apresenta: O açúcar. **Revista Eletrônica ZOOM da Editora Cia da Escola**, 2005.

CHERYAN, M. **Ultrafiltration and microfiltration handbook**. [s.l.] CRC press, 1998.

CHERYAN, M.; ALVAREZ, J. R. Food and beverage industry applications. **Membrane Science and Technology**, v. 2, p. 415–465, 1995.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio**. [s.l.] ESAL-FAEPE, 1990.

CHO, M. J.; BUESCHER, R. Degradation of cucumber flavor aldehydes in juice. **Food research international**, v. 44, n. 9, p. 2975–2977, 2011.

CIANCI, F. C. et al. Clarificação e concentração de suco de caju por processos com membranas. **Ciência e tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 3, p. 579–583, 2005.

CIDADES, I. Informações estatísticas 2013. **Instituto Brasileiro de Geografia e Estatísticas (IBGE)**. Acesso em, v. 24, n. 02, 2014.

CISSE, M. et al. The quality of orange juice processed by coupling crossflow microfiltration and osmotic evaporation. **International journal of food science & technology**, v. 40, n. 1, p. 105–116, 2005.

CISSÉ, M. et al. Caractérisation du fruit du baobab et étude de sa transformation en nectar. **Fruits**, v. 64, n. 01, p. 19–34, 2009.

CISSÉ, M. et al. Athermal concentration by osmotic evaporation of roselle extract, apple and grape juices and impact on quality. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 12, n. 3, p. 352–360, 2011.

CORNÉLIO, A. R.; FERRUA, F. Q.; GUERREIRO, M. C. Influência de solventes orgânicos na adsorção de linalol e decanal em sílica gel. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 28, p. 863–870, 2004.

CORRÊA, C. B. et al. Obtenção de suco misto de açaí a partir da fração retida no processo de microfiltração. **Alimentos e Nutrição Araraquara**, v. 21, n. 3, p. 377–383, 2010.

CORREIA, A. A. DA S. et al. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E FÍSICO-QUÍMICA DA POLPA DO NONI (MORINDA CITRIFOLIA) CULTIVADO NO ESTADO DO CEARÁ Chemical and physical-chemical pulp noni (Morinda citrifolia) grown in the state of Ceará. **Alimentos e Nutrição Araraquara**, v. 22, n. 4, p. 609–615, 2012.

D'SOUZA, N. M.; MAWSON, A. J. Membrane cleaning in the dairy industry: a review. **Critical reviews in food science and nutrition**, v. 45, n. 2, p. 125–134, 2005.

- DĄBROWSKI, A. Adsorption—from theory to practice. **Advances in colloid and interface science**, v. 93, n. 1, p. 135–224, 2001.
- DE ALMEIDA MELO, E. et al. Capacidade antioxidante de frutas. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 44, n. 2, 2008.
- DE CANA, C. DE P. Açúcar e Álcool do Estado de São Paulo Ltda. **Manual de controle químico da fabricação de açúcar**. Piracicaba, 2001.
- DE CASTRO, T. R.; DE ABREU, F. A. P.; CARIOCA, J. O. B. Obtenção de suco clarificado de caju (*Anacardium occidentale*, L) utilizando processos de separação por membranas. **Revista Ciência Agronômica**, v. 38, n. 2, p. 164–168, 2008.
- DE ROOS, K. B. How lipids influence food flavor: The chemistry of flavor interactions. **Food technology**, v. 51, n. 1, p. 60–62, 1997.
- DE SOUSA NUNES, G. H. et al. Divergência genética entre linhagens de melão do grupo *Inodorus*. **Revista Ciência Agronômica**, v. 42, n. 2, p. 448–456, 2011.
- DE VRIES, J. A. et al. Enzymic degradation of apple pectins. **Carbohydrate Polymers**, v. 2, n. 1, p. 25–33, 1982.
- DO CANTO, W. L.; MENEZES, T. J. B. Estudos Econômicos—Alimentos Processados. **Produção, usos e mercado de enzimas**. Campinas: Ital, 1995.
- DOS SANTOS, C. E. ET AL. **Anuário brasileiro da fruticultura 2013** Santa Cruz do Sul Editora Gazeta Santa Cruz., 2013.
- DUDAREVA, N.; PICHERSKY, E.; GERSHENZON, J. Biochemistry of plant volatiles. **Plant Physiology**, v. 135, n. 4, p. 1893–1902, 2004.
- DZIEZAK, J. D. Membrane separation technology offers processors unlimited potential. **Food Technology**, v. 44, n. 9, p. 107–113, 1990.
- EL HADI, M. A. M. et al. Advances in fruit aroma volatile research. **Molecules**, v. 18, n. 7, p. 8200–8229, 2013.
- EL RAYESS, Y. et al. Cross-flow microfiltration applied to oenology: A review. **Journal of Membrane Science**, v. 382, n. 1, p. 1–19, 2011.
- EL-SAYED, A. M. The pherobase: database of insect pheromones and semiochemicals. **Available online: <http://www.pherobase.com> (accessed on 20 August 2014)**, 2011.
- EMBRAPA. **V Plano diretor da Embrapa 2008-2011-2023**. Brasília, DF: Embrapa, v. 329p. 44: [s.n.]. p. v. 329p. 44
- ENDREB, H. U. High Quality Resulting from Product Integrated Environment Protection (PIUS). **Fruit processing: journal for the fruit processing and juice producing european and overseas industry**, v. 10, n. 7, p. 273–277, 2000.

ESTELLER, M. S. et al. Uso de açúcares em produtos panificados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 24, n. 4, p. 602–607, 2004.

FAN, W.; QIAN, M. C. Identification of aroma compounds in Chinese “Yanghe Daqu” liquor by normal phase chromatography fractionation followed by gas chromatography [sol] olfactometry. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 21, n. 2, p. 333–342, 2006.

FAO, F. **FAOstat**FAO, , 2013.

FELLOWS, P. J. et al. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**. [s.l.] Artmed, 2006.

FERNÁNDEZ-TRUJILLO, J. P. et al. Non-Destructive Assessment of Aroma Volatiles from a Climacteric Near-Isogenic Line of Melon Obtained by Headspace Stir-Bar Sorptive Extraction. **Foods**, v. 2, n. 3, p. 401–414, 2013.

FRANCO, M. R. B.; JANZANTTI, N. S. Avanços na metodologia instrumental da pesquisa do sabor. **Franco MRB. Aroma e sabor de alimentos. Campinas: Varela**, p. 17–28, 2004.

GARCIA-CASTELLO, E. M. et al. Reverse osmosis concentration of press liquid from orange juice solid wastes: Flux decline mechanisms. **Journal of Food Engineering**, v. 106, n. 3, p. 199–205, 2011.

GARRUTI, D. DOS S. et al. Compostos voláteis do sabor de pseudofrutos de cajueiro anão precoce (*Anacardium occidentale* L.) CCP-76. 2001.

GENTHNER, E. R. **Identification of key odorants in fresh-cut watermelon aroma and structure-odor relationships of cis, cis-3, 6-nonadienal and ester analogs with cis, cis-3, 6-nonadiene, cis-3-nonene and cis-6-nonene backbone structures**University of Illinois at Urbana-Champaign, , 2010.

GIRARD, B.; FUKUMOTO, L. R.; SEFA KOSEOGLU, S. Membrane processing of fruit juices and beverages: a review. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 20, n. 2, p. 109–175, 2000.

GLAZER, A. N.; NIKAIDO, H. **Microbial biotechnology: fundamentals of applied microbiology**. [s.l.] Cambridge University Press, 2007.

GRATÃO, A. C. A.; BERTO, M. I.; SILVEIRA JÚNIOR, V. Reologia do açúcar líquido invertido: influência da temperatura na viscosidade. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 24, n. 4, p. 652–656, 2004.

GUERREIRO, M. C.; DOS SANASTACIO, A.; DE LIMA, J. M. Metodo de Estudo da Adsorcao de Triadimenol com Micro-colunas de Solo e Centrifugacao. **Química Nova**, v. 27, n. 3, p. 499–502, 2004.

GUILLON, M. Membranes de filtration: plus de resistance, moins de colmatage. In: **Process Alimentaire**. [s.l: s.n.]. p. 155.

GUSTAVSSON, J. et al. Global food losses and food waste: extent, causes and prevention. 2011. **Report by the Swedish Institute for Food and Biotechnology for the Food and Agriculture Organization of the United Nations: Rome**, [s.d.].

HABERT, A. C. et al. **Processos de separação por membranas**. [s.l.] Editora E-papers, 2006.

HAIPOUR, M.; SOLTANIEH, M.; YAZDANSHENAS, M. Investigation of membrane fouling in cross flow microfiltration of non-alcoholic beer and modeling of tubular membrane flow. **Desalination**, v. 251, n. 1, p. 20–28, 2010.

HAMMOND, D. A. Authenticity of fruit juices, jams and preserves. In: **Food authentication**. [s.l.] Springer, 1996. p. 15–59.

HAYATA, Y. et al. Evaluation of aroma compounds contributing to muskmelon flavor in Porapak Q extracts by aroma extract dilution analysis. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 51, n. 11, p. 3415–3418, 2003.

HE, Y.; JI, Z.; LI, S. Effective clarification of apple juice using membrane filtration without enzyme and pasteurization pretreatment. **Separation and Purification Technology**, v. 57, n. 2, p. 366–373, 2007.

HERNÁNDEZ-GÓMEZ, L. F. et al. Comparative production of different melon distillates: Chemical and sensory analyses. **Food chemistry**, v. 90, n. 1, p. 115–125, 2005.

HUANG, S. et al. The genome of the cucumber, *Cucumis sativus* L. **Nature genetics**, v. 41, n. 12, p. 1275–1281, 2009.

HUBBARD, K. L.; FINCH, J. A.; DARLING, G. D. The preparation and characteristics of poly (divinylbenzene-co-ethylvinylbenzene), including Ambeflite XAD-4. Styrenic resins with pendant vinylbenzene groups. **Reactive and Functional Polymers**, v. 36, n. 1, p. 17–30, 1998.

JAMES, C. P. C.; CHUNG, C. C. Cane sugar handbook: a manual for cane sugar manufacturers and their chemists. **Cane sugar handbook: a manual for cane sugar manufacturers and their chemists**, 1993.

JANICK, J.; PARIS, H. S.; PARRISH, D. C. The cucurbits of Mediterranean antiquity: identification of taxa from ancient images and descriptions. **Annals of Botany**, v. 100, n. 7, p. 1441–1457, 2007.

JEFFREY, C. A review of the Cucurbitaceae. **Botanical Journal of the Linnean Society**, v. 81, n. 3, p. 233–247, 1980.

JIAO, B.; CASSANO, A.; DRIOLI, E. Recent advances on membrane processes for the concentration of fruit juices: a review. **Journal of Food Engineering**, v. 63, n. 3, p. 303–324, 2004.

JORDÁN, M. J.; SHAW, P. E.; GOODNER, K. L. Volatile components in aqueous essence and fresh fruit of *Cucumis melo* cv. Athena (muskmelon) by GC-MS and GC-O. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 49, n. 12, p. 5929–5933, 2001.

JUNIOR, J. E. et al. Consumo e digestibilidade de subprodutos do processamento de frutas em ovinos. **R. Bras. Zootec**, v. 34, n. 2, p. 659–669, 2005.

KALLOO, G.; BERGH, B. O. **Genetic improvement of vegetable crops**. [s.l.] Newnes, 2012.

KARCHI, Z. Development of melon culture and breeding in Israel. In: KATZIR, N.; PARIS, K. S. (Eds.). **Proceedings of Cucurbitaceae 2000 Acta Horticulturae 510**. [s.l.] International Society for Horticultural Science, 2000. p. 13–17.

KASHYAP, D. R. et al. Applications of pectinases in the commercial sector: a review. **Bioresource technology**, v. 77, n. 3, p. 215–227, 2001.

KEMP, T. R.; KNAVEL, D. E.; STOLTZ, L. P. cis-6-Nonenal: A flavor component of muskmelon fruit. **Phytochemistry**, v. 11, n. 11, p. 3321–3322, 1972.

KORESH, J. E.; SOFER, A. Molecular sieve carbon permselective membrane. Part I. Presentation of a new device for gas mixture separation. **Separation Science and Technology**, v. 18, n. 8, p. 723–734, 1983.

KOURKOUTAS, D.; ELMORE, J. S.; MOTTRAM, D. S. Comparison of the volatile compositions and flavour properties of cantaloupe, Galia and honeydew muskmelons. **Food Chemistry**, v. 97, n. 1, p. 95–102, 2006.

KRANZ, P.; ADLER, P.; KUNZ, B. Sorption of citrus flavour compounds on XAD-7HP resin during the debittering of grapefruit juice. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 46, n. 1, p. 30–36, 2011.

LAORKO, A. et al. Effect of membrane property and operating conditions on phytochemical properties and permeate flux during clarification of pineapple juice. **Journal of food engineering**, v. 100, n. 3, p. 514–521, 2010.

LEE, H. S.; KIM, J. G. Effects of debittering on red grapefruit juice concentrate. **Food Chemistry**, v. 82, n. 2, p. 177–180, 2003.

LEE, W. C. et al. Optimizing conditions for enzymatic clarification of banana juice using response surface methodology (RSM). **Journal of food Engineering**, v. 73, n. 1, p. 55–63, 2006.

LSPA, I. **Levantamento Sistemático da Produção Agrícola**. 2011, 2012.

MACHADO, R. M. D. et al. Effect of enzymatic treatment on the cross-flow microfiltration of acai pulp: Analysis of the fouling and recovery of phytochemicals. **Journal of Food Engineering**, v. 113, n. 3, p. 442–452, 2012.

MALACRIDA, C. R. et al. Composição química e potencial antioxidante de extratos de sementes de melão amarelo em óleo de soja. **Revista Ciência Agronômica**, v. 38, n. 4, p. 372–376, 2008.

MARELLA, C.; MUTHUKUMARAPPAN, K.; METZGER, L. E. Application of Membrane Separation Technology for Developing Novel Dairy Food Ingredients. **Journal of Food Processing & Technology**, v. 4, n. 9, p. 269–274, 2013.

MATTA, V. M.; MORETTI, R. H.; CABRAL, L. M. C. Microfiltration and reverse osmosis for clarification and concentration of acerola juice. **Journal of Food Engineering**, v. 61, n. 3, p. 477–482, fev. 2004.

MAULE, R. F.; MAZZA, J. A.; MARTHA JÚNIOR, G. B. Produtividade agrícola de cultivares de cana-de-açúcar em diferentes solos e épocas de colheita. **Scientia Agricola**, v. 58, n. 2, p. 295–301, 2001.

MAYES, P. A. Intermediary metabolism of fructose. **The American journal of clinical nutrition**, v. 58, n. 5, p. 754S–765S, 1993.

MENDONÇA, F. V. DE S. et al. Armazenamento de melão amarelo, híbrido RX 20094, sob temperatura ambiente. **Horticultura Brasileira**, v. 22, n. 1, p. 76–79, 2004.

MENEZES, J. B. et al. Efeito do tempo de insolação pós-colheita sobre a qualidade do melão amarelo. **Horticultura Brasileira, Brasília**, v. 16, n. 1, p. 80–81, 1998.

MICELI, D. C. C. et al. **Efeito do pre-tratamento na microfiltração de suco de melão**. Embrapa Agroindústria de Alimentos-Resumo em anais de congresso (ALICE). **Anais...**In: SIMPÓSIO LATINO AMERICANO DE CIÊNCIA DE ALIMENTOS, 8., 2009, Campinas. Ciência de alimentos no mundo globalizado: novos desafios, novas perspectivas. Campinas: Unicamp, 2009. 1 CD-ROM., 2010

MIGUEL, A. C. A. et al. Aproveitamento agroindustrial de resíduos sólidos provenientes do melão minimamente processado. **Ciênc. Tecnol. Aliment**, v. 28, n. 3, p. 733–737, 2008.

MIRSAEEDGHAZI, H. et al. Clarification of pomegranate juice by microfiltration with PVDF membranes. **Desalination**, v. 264, n. 3, p. 243–248, 2010.

MITCHELL, J. M. et al. **Fruit quality and aroma characteristics of a specialty Redfleshed Melon (Cucumis melo L.), “Red Moon”**Proc Fla State Hort Soc. **Anais...**2008

MORAVIA, W. G.; LANGE, L. C.; AMARAL, M. C. S. Avaliação da microfiltração para remoção do lodo gerado no processo oxidativo avançado empregando o reagente de Fenton no tratamento de lixiviado de aterro sanitário. **Engenharia Sanitária Ambiental**, v. 16, n. 4, p. 379–386, 2011.

MORESI, M.; LO PRESTI, S. Present and potential applications of membrane processing in the food industry. **Italian journal of food science**, v. 15, n. 1, p. 3–34, 2003.

MOTA, J. K. M. et al. Qualidade e vida útil pós-colheita do melão Gold Mine produzido na época das chuvas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 4, n. 1, p. 23–28, 2002.

MOYANO, S. et al. On-line preconcentration system for bismuth determination in urine by flow injection hydride generation inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. **Talanta**, v. 54, n. 2, p. 211–219, 2001.

MOZAFFAR, Z.; MIRANDA, Q. R.; SAXENA, V. **Flowing fluid, ie, grapefruit juice, through adsorbent bed of styrene-divinylbenzene resin to isolate bitter flavor compounds** Google Patents, , 4 abr. 2000.

MULDER, M. Basic principles of membrane technology. 1991.

MULDER, M. **Basic principles of membrane technology**. [s.l.] Springer Science & Business Media, 1996.

NACHREINER, M. L.; BOTEON, M.; PAULA, T. S. DE. **de Sistema agroindustrial do melão: Mossoró versus Juazeiro** CONGRESSO BRASILEIRO DE ECONOMIA E SOCIOLOGIA RURAL (SOBER). **Anais...**2002

NASCIMENTO, A. P. S. et al. Efeitos da relação tempo/temperatura e concentração/pH na reação de Maillard em diferentes açúcares. **Revista Brasileira de Agrotecnologia**, v. 5, n. 1, p. 1–8, 2015.

NOOKARAJU, A. et al. Molecular approaches for enhancing sweetness in fruits and vegetables. **Scientia horticulturae**, v. 127, n. 1, p. 1–15, 2010.

NPC EQUIPAMENTOS. **Tabela de rendimentos**. Disponível em: <<http://www.npcequipamentos.com.br/>>. Acesso em: 12 ago. 2014.

NUNES, G. H. DE S. et al. Desempenho de híbridos de melão do grupo *inodorus* em Mossoró. **Horticultura Brasileira**, v. 23, p. 90–93, 2005.

OBANDO-ULLOA, J. M. et al. Climacteric or non-climacteric behavior in melon fruit: 1. Aroma volatiles. **Postharvest Biology and Technology**, v. 49, n. 1, p. 27–37, 2008.

ONSEKIZOGLU, P.; BAHCECI, K. S.; ACAR, M. J. Clarification and the concentration of apple juice using membrane processes: A comparative quality assessment. **Journal of Membrane Science**, v. 352, n. 1, p. 160–165, 2010.

PADUAN, M. T.; CAMPOS, R. P.; CLEMENTE, E. Qualidade dos frutos de tipos de melão, produzidos em ambiente protegido. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 29, n. 3, p. 535–539, 2007.

PERRY, P. L.; WANG, Y.; LIN, J. Analysis of honeydew melon (*Cucumis melo* var. *inodorus*) flavour and GC–MS/MS identification of (E, Z)-2, 6-nonadienyl acetate. **Flavour and fragrance journal**, v. 24, n. 6, p. 341–347, 2009.

PINTO DE ABREU, F. A. **Étude d'un procédé intégrant la microfiltration tangentielle pour la production d'extraits concentrés en caroténoïdes à partir de pomme de cajou**. Montpellier, França: Université Montpellier 2, 2012.

PRIYANKA, D. et al. Influence of thermal processing on the volatile constituents of muskmelon puree. **Journal of food science and technology**, v. 52, n. 5, p. 3111–3116, 2015.

PRO, F.-. **Food and Agriculture Organization of the United Nations**. Disponível em: <<http://faostat3.fao.org/browse/Q/QC/E>>. Acesso em: 13 fev. 2015.

QI, H. et al. Effect of grafting on 2-methyl-1-butyl acetate biosynthesis in oriental sweet melon (*Cucumis melo* var. Makuwa makino) peel and flesh tissues. **Acta Horticulturae**, v. 932, p. 271–277, 2012.

RAI, C. et al. Mechanism of permeate flux decline during microfiltration of watermelon (*Citrullus lanatus*) juice. **Food and Bioprocess Technology**, v. 3, n. 4, p. 545–553, 2010.

RASHID, U. et al. Muskmelon (*Cucumis melo*) seed oil: A potential non-food oil source for biodiesel production. **Energy**, v. 36, n. 9, p. 5632–5639, 2011.

RAZI, B.; AROUJALIAN, A.; FATHIZADEH, M. Modeling of fouling layer deposition in cross-flow microfiltration during tomato juice clarification. **Food and Bioprocess Technology**, v. 90, n. 4, p. 841–848, 2012.

REKTOR, A.; VATAI, G. Application of membrane filtration methods for must processing and preservation. **Desalination**, v. 162, p. 271–277, 2004.

RIBEIRO, A. P. B. et al. Aplicações da tecnologia de membranas no processamento de óleos vegetais. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 23, n. 1, 2005.

RIBEIRO, M. H.; SILVEIRA, D.; FERREIRA-DIAS, S. Selective adsorption of limonin and naringin from orange juice to natural and synthetic adsorbents. **European food research and technology**, v. 215, n. 6, p. 462–471, 2002.

ROBINSON, R. W.; DECKER-WALTERS, D. S. **Cucurbits**.[s.l.] Cab international, 1997.

ROSA, M. F. et al. **Valorização de resíduos da agroindústria** (I. SIGERA, Ed.) Valorização de resíduos da agroindústria. **Anais...**Foz do Iguaçu, PR: 2011

SANT'ANNA, M. C. S. et al. Characterization of briquetes obtained agro-industrial residues. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 14, n. 3, p. 289–294, 2012.

SANZ, C.; OLIAS, J. M.; PEREZ, A. G. **Aroma biochemistry of fruits and vegetables** PROCEEDINGS-PHYTOCHEMICAL SOCIETY OF EUROPE. **Anais...**Oxford University Press Inc., 1996

SCHIEBERLE, P.; OFNER, S.; GROSCH, W. Evaluation of potent odorants in cucumbers (*Cucumis sativus*) and muskmelons (*Cucumis melo*) by aroma extract dilution analysis. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 1, p. 193–195, 1990.

SCHNEIDER, R. P.; TSUTIYA, M. T. Membranas filtrantes para o tratamento de água, esgoto e água de reuso. In: **Membranas filtrantes para o tratamento de água, esgoto e água de reuso**. [s.l.] ABES, 2001.

SENAR - SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM RURAL. **Cultivo de melão: manejo, colheita, pós-colheita e comercialização** Brasília, DF SENAR, , 2007.

SENESE, E. et al. Relationships between volatile composition and sensory evaluation in eight varieties of netted muskmelon (*Cucumis melo* L var *reticulatus* Naud). **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 82, n. 6, p. 655–662, 2002.

SENESE, E. et al. Influence of ripening stage on volatiles composition, physicochemical indexes and sensory evaluation in two varieties of muskmelon (*Cucumis melo* L var *reticulatus* Naud). **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, n. 8, p. 1241–1251, 2005.

SENER, S. D. Identification of Additional Volatile Compounds from Cbntaloupe. **Journal of Food Science**, v. 52, n. 4, p. 1097–1098, 1987.

SHALIT, M. et al. Acetyl-CoA: alcohol acetyltransferase activity and aroma formation in ripening melon fruits. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, n. 2, p. 794–799, 2001.

SHAW, P. E.; WILSON, C. W. Reduction of Bitterness in Grapefruit Juice with β -Cyclodextrin Polymer in a Continuous-Flow Process. **Journal of Food Science**, v. 50, n. 4, p. 1205–1207, 1985.

SHEET, P. D. AMBERLITE® XAD7HP. **Amberlite™ XAD™ Product Literature, Rohm and Hass Company**, 2003.

SINGH, R. S.; DHALIWAL, R.; PURI, M. Production of high fructose syrup from Asparagus inulin using immobilized exoinulinase from *Kluyveromyces marxianus* YS-1. **Journal of industrial microbiology & biotechnology**, v. 34, n. 10, p. 649–655, 2007.

SONG, J.; FORNEY, C. F. Flavour volatile production and regulation in fruit. **Canadian Journal of Plant Science**, v. 88, n. 3, p. 537–550, 2008.

SORO, D. et al. The cashew (*Anacardium occidentale*) industry in Côte d'Ivoire: analysis and prospects for development. **Fruits**, v. 66, n. 04, p. 237–245, 2011.

SOUZA, M. DA C.; MENEZES, J. B.; ALVES, R. E. Tecnologia pós-colheita e produção de melão no Estado do Rio Grande do Norte. **Horticultura brasileira**, v. 12, n. 2, p. 188–190, 1994.

STRATHMANN, H.; PORTER, M. C. Handbook of Industrial Membrane Technology. **Synthetic Membranes and their Preparation, Porter, MC (Ed.), Noyes Publications, New Jersey**, 1990.

SZUROMI, E. et al. Polymerization of norbornene and methyl acrylate by a bimetallic palladium (II) allyl complex. **Organometallics**, v. 27, n. 3, p. 402–409, 2008.

THIJSSSEN, H. A. C. Concentration processes for liquid foods containing volatile flavours and aromas. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 5, n. 3, p. 211–229, 1970.

THOMAZINI, M.; FRANCO, M. R. B. Metodologia para análise dos constituintes voláteis do sabor. **Bol. SBCTA**, v. 34, n. 1, p. 52–59, 2000.

TOCHI, B. N. et al. The influence of a pectinase and pectinase/hemicellulases enzyme preparations on percentage pineapple juice recovery, particulates and sensory attributes. **Pakistan Journal of Nutrition**, v. 8, n. 8, p. 1184–1189, 2009.

TOMAZ, H. V. DE Q. et al. Qualidade pós-colheita de diferentes híbridos de melão-amarelo armazenados sob refrigeração. **Rev. Bras. Frutic., Jaboticabal**, v. 31, n. 4, 2009.

TRINDADE, R. S. Caracterização de membranas poliméricas aplicadas ao processo de microfiltração. 2010.

TRUGO, L. C.; MACRAE, R. A study of the effect of roasting on the chlorogenic acid composition of coffee using HPLC. **Food Chemistry**, v. 15, n. 3, p. 219–227, 1984.

USHIKUBO, F. Y.; WATANABE, A. P.; VIOTTO, L. A. Microfiltration of umbu (*Spondias tuberosa* Arr. Cam.) juice. **Journal of Membrane Science**, v. 288, n. 1, p. 61–66, 2007.

VAILLANT, F. et al. Crossflow microfiltration of passion fruit juice after partial enzymatic liquefaction. **Journal of Food Engineering**, v. 42, n. 4, p. 215–224, 1999.

VAILLANT, F. et al. Strategy for economical optimisation of the clarification of pulpy fruit juices using crossflow microfiltration. **Journal of Food Engineering**, v. 48, n. 1, p. 83–90, 2001.

VAILLANT, F. et al. Clarification and concentration of melon juice using membrane processes. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 6, n. 2, p. 213–220, 2005a.

VAILLANT, F. et al. Clarification and concentration of melon juice using membrane processes. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 6, n. 2, p. 213–220, 2005b.

VAILLANT, F. et al. Turbidity of pulpy fruit juice: A key factor for predicting cross-flow microfiltration performance. **Journal of Membrane Science**, v. 325, n. 1, p. 404–412, 2008.

VERZERA, A. et al. Fast quantitative determination of aroma volatile constituents in melon fruits by headspace–solid-phase microextraction and gas chromatography–mass spectrometry. **Food Analytical Methods**, v. 4, n. 2, p. 141–149, 2011.

VERZERA, A. et al. Aroma and sensory quality of honeydew melon fruits (*Cucumis melo* L. subsp. *melo* var. *inodorus* H. Jacq.) in relation to different rootstocks. **Scientia Horticulturae**, v. 169, p. 118–124, 2014.

VIADERO, R. C.; NOBLET, J. A. Membrane filtration for removal of fine solids from aquaculture process water. **Aquacultural Engineering**, v. 26, n. 3, p. 151–169, 2002.

VICENTE, O. et al. Determination of some rare earth elements in seawater by inductively coupled plasma mass spectrometry using flow injection preconcentration. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, v. 53, n. 9, p. 1281–1287, 1998.

VOLPE, G.; MALLETT, V. N. Recovery of fenitrothion from water using amberlite resin XAD-7. **Journal of Chromatography A**, v. 177, n. 2, p. 385–389, 1979.

WAACK, R. S. et al. Competitividade do sistema agroindustrial da cana-de-açúcar. **Competitividade no agribusiness brasileiro: versão final. São Paulo: Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada/USP**, v. 5, p. 1–194, 1998.

WANG, B.-J.; WEI, T.-C.; YU, Z.-R. Effect of operating temperature on component distribution of West Indian cherry juice in a microfiltration system. **LWT-Food Science and Technology**, v. 38, n. 6, p. 683–689, 2005.

WATANABE, A. P.; USHIKUBO, F. Y.; VIOTTO, L. A. Evaluation of permeate flux in microfiltration of Tamarind (*Tamarindus indica* L.) juice using polypropylene membrane. **Desalination**, v. 200, n. 1, p. 337–338, 2006.

WHITE, J. A.; OSBERGER, T. F. **Crystalline fructose**. [s.l.] Marcel Dekker, New York, NY, USA, 2001.

WYLLIE, S. G. et al. **Sulfur volatiles in Cucumis melo cv. Makdimon (muskmelon) aroma: sensory evaluation by gas chromatography-olfactometry** ACS symposium series (USA). **Anais...**1994

XISTO, A. L. R. P. et al. Volatile profile and physical, chemical, and biochemical changes in fresh cut watermelon during storage. **Food Science and Technology (Campinas)**, v. 32, n. 1, p. 173–178, 2012.

YAJIMA, I. et al. Volatile flavor components of watermelon (*Citrullus vulgaris*). **Agricultural and Biological Chemistry**, v. 49, n. 11, p. 3145–3150, 1985.

YAMAGUCHI, M. et al. Quality of cantaloupe muskmelons: variability and attributes. **Scientia Horticulturae**, v. 6, n. 1, p. 59–70, 1977.

YANTY, N. A. M. et al. Physicochemical properties of *Cucumis melo* var. *inodorus* (honeydew melon) seed and seed oil. **Journal of Food Lipids**, v. 15, n. 1, p. 42–55, 2008.

YU, J.; LENCKI, R. W. Effect of enzyme treatments on the fouling behavior of apple juice during microfiltration. **Journal of food engineering**, v. 63, n. 4, p. 413–423, 2004.

ZONGWEI, Q. et al. Comparison of the Aromatic Compounds and Nutritional Quality among Different Types of Melon Fruits [J]. **Chinese Agricultural Science Bulletin**, v. 12, p. 40, 2009.

早田保義 et al. Analysis of Aromatic Volatile Compounds in 'Miyabi' Melon (*Cucumis melo* L.) using the Porapak Q Column. **園芸学会雑誌**, v. 71, n. 4, p. 517–525, 2002.

ANEXOS

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO

GABINETE DO MINISTRO

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 19, DE 19 DE JUNHO DE 2013

O MINISTRO DE ESTADO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que lhe confere o art. 87, parágrafo único, inciso II, da Constituição, tendo em vista o disposto no Decreto nº 6.871, de 04 de junho de 2009, que regulamenta a Lei nº 8.918, de 14 de julho de 1994, e o que consta do Processo nº 21000.009965/2010-18, resolve:

Art. 1º Estabelecer em todo território nacional a complementação dos padrões de identidade e qualidade para as seguintes bebidas:

I - refresco;

II - refrigerante;

III - bebida composta;

IV - chá pronto para consumo; e

V - soda.

Art. 2º Os valores mínimos de sólidos solúveis para suco de fruta, suco de vegetal e polpa de fruta, a quantidade de suco de fruta, suco de vegetal, polpa de fruta, extrato padronizado e extrato de fruta para cem mililitros de refresco, a quantidade de suco de fruta, suco de vegetal, polpa de fruta, extrato padronizado e extrato de fruta para cem mililitros de refrigerante e a quantidade de suco de fruta, suco de vegetal, polpa de fruta, extrato padronizado e extrato de fruta para cem mililitros de bebida composta devem obedecer os dispostos nos Anexos I a IV da presente Instrução Normativa.

TÍTULO I

DOS PROCEDIMENTOS GERAIS

CAPÍTULO I

DAS DISPOSIÇÕES PRELIMINARES

Art. 3º Para efeito desta Instrução Normativa considera-se:

I - fruta: a designação genérica do fruto comestível, incluído o pseudofruto e a infrutescência, apresentado na forma de suco de fruta ou de polpa de fruta, e destinado à produção de bebida;

II - vegetal: a planta e suas partes, exceto a fruta, apresentadas na forma de suco de vegetal, e destinadas à produção de bebida pronta para o consumo, a soja em suas diversas formas de apresentação, previstas em legislação específica da ANVISA, também é considerada vegetal;

III - extrato padronizado: o produto obtido por esgotamento, a frio ou a quente, a partir de vegetal, ou da fruta, devendo conter os princípios sápidos aromáticos naturais, voláteis e fixos, característicos da espécie de origem, e destinado à produção de bebida pronta para o consumo;

IV - extrato aquoso: extrato obtido de espécies vegetais e suas partes, previstas em legislação específica da ANVISA, e obtidas por métodos físicos, utilizando água como único agente extrator;

V - ingrediente característico: a fruta, o vegetal, ou extrato padronizado, ou extrato aquoso utilizados para atendimento dos padrões de identidade e qualidade da bebida pronta para o consumo, e sempre considerados de forma separada, isto é, uma ou mais frutas, um ou mais vegetais, e um ou mais extratos padronizados e um ou mais extratos aquosos, conforme se segue:

a) bebida contendo uva (fruta) corresponde a um ingrediente característico b) bebida contendo laranja (fruta) e banana (fruta) corresponde a um ingrediente característico;

c) refrigerante contendo cenoura (vegetal) corresponde a um ingrediente característico;

d) refresco contendo soja (vegetal) e banana (fruta) corresponde a dois ingredientes característicos;

e) refresco contendo chá verde (extrato aquoso) e guaraná (extrato padronizado) corresponde a dois ingredientes característicos; e

f) refrigerante contendo guaraná (extrato), berinjela (vegetal) e maçã (fruta) corresponde a três ingredientes característicos;

VI - ingrediente alternativo: a substância isolada ou mistura de substâncias, devidamente autorizada em legislação específica da ANVISA, adicionada sem o propósito de cumprir o atendimento a um padrão de identidade e qualidade da bebida pronta para o consumo, nem de conferir a esta propriedade terapêutica ou medicamentosa; e

VII - bebida pronta para consumo: quaisquer das bebidas previstas no art. 1º desta Instrução Normativa que seja produzida a partir de um ou mais ingredientes característicos.

Art. 4º Os extratos permitidos para utilização como ingredientes característicos na bebida pronta para consumo, são somente os extratos aquosos, previstos em legislação específica da ANVISA, e os extratos padronizados, previstos nesta Instrução Normativa e demais legislações do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA).

Parágrafo único. O uso de extrato de fruta é permitido somente de forma complementar na bebida pronta para consumo, sendo proibida a substituição total ou parcial dos ingredientes característicos por este extrato.

Art. 5º Todo ingrediente utilizado na elaboração da bebida pronta para o consumo deve atender ao respectivo regulamento técnico que o rege.

Art. 6º As características sensoriais e físico-químicas da bebida pronta para o consumo devem estar em consonância com a composição do produto.

Art. 7º É vedada a utilização de recipientes e embalagens tipo conta-gotas, spray, ampolas, ou outros que caracterizem os produtos similares àqueles de uso farmacêutico, medicamentoso ou terapêutico.

Art. 8º É permitido o uso de aditivo e coadjuvante de tecnologia autorizado em legislação específica da ANVISA, salvo aquele expressamente proibido ou com restrição de uso pelo MAPA.

Art. 9º É proibido a presença nas bebidas prontas para o consumo de:

I - contaminante microbiológico em concentração superior ao limite estabelecido pela legislação específica da ANVISA;

II - resíduo de agrotóxico não autorizado para a fruta ou para o vegetal empregado como matéria-prima na produção da bebida;

III - qualquer contaminante orgânico ou inorgânico em concentração superior ao limite estabelecido em legislação específica da ANVISA; e

IV - qualquer contaminante em quantidade que possa se tornar nociva para a saúde humana, observados limites da legislação específica da ANVISA.

Art. 10. Para efeito da rotulagem aplica-se todas as legislações específicas.

Art. 11. Os valores de sólidos solúveis, em grua Brix (º Brix), das frutas e vegetais para fins desta Instrução Normativa estão previstos no Anexo I à esta Instrução Normativa e na Instrução Normativa nº 001, de 07 de janeiro de 2000.

CAPÍTULO II

DA DECLARAÇÃO QUANTITATIVA DE INGREDIENTES

Art. 12. A quantidade de polpa de fruta e de suco de fruta ou de vegetal, nas bebida pronta para o consumo, com exceção das bebidas contendo somente extrato padronizado e ou aquoso como ingrediente característico, deve ser declarada no rótulo.

§ 1º A declaração prevista no caput deve ser feita obrigatoriamente:

I - no painel principal do rótulo, isolada, em destaque, com caracteres em caixa alta, em porcentagem volume por volume (v/v), com uma cifra decimal, de suco integral ou polpa ou o somatório destes, conforme o caso, de acordo com seguinte:

a) 6g (seis gramas) de suco concentrado de tangerina a 21º Brix (vinte e um graus Brix), deve ser escrito no painel principal a expressão "11,0% DE SUCO";

b) 1g (um grama) de suco concentrado de laranja a 66° Brix (sessenta e seis graus Brix) e 1g (um grama) de suco concentrado de acerola a 40° Brix (quarenta graus Brix), deve ser escrito no painel principal a expressão "13,5% DE SUCO";

c) 5g (cinco grammas) de suco concentrado de laranja a 50° Brix (cinquenta graus Brix) e 2g (dois grammas) de suco concentrado de cana de açúcar a 30° Brix (trinta graus Brix), deve ser escrito no painel principal a expressão "22,8% DE SUCO"; e

II - com o valor numérico e o sinal de porcentagem (%) de, no mínimo, o dobro do tamanho da denominação do produto, e a expressão "DE SUCO" de, no mínimo, uma vez e meia o tamanho da denominação do produto.

§ 2º A declaração prevista no caput pode ser feita, opcionalmente, na lista de ingredientes, em porcentagem de volume por volume (v/v), com uma cifra decimal, de suco integral, ou polpa, ou de soja, imediatamente a seguir do nome da polpa de fruta ou do suco de fruta ou de vegetal, ou de soja, que lhe deu origem, conforme o seguinte:

I - Ingr: suco concentrado de laranja (equivale a 10,0% de suco), suco concentrado de tangerina (equivale a 5,0% de suco), açaí médio (equivale 35,0% de polpa), extrato de soja em pó (equivale a 0,5% de proteína de soja); ou

II - Ingr: suco concentrado de laranja (= 10,5% de suco), suco concentrado de tomate (= 5,0% de suco), açaí médio (= 35,0 % de polpa), proteína isolada de soja (= 0,5% de proteína de soja).

§ 3º A declaração prevista no § 2º deste artigo é obrigatória para soja, em equivalentes a proteína de soja, no caso da bebida pronta para consumo adicionada de soja.

CAPÍTULO III

DA DENOMINAÇÃO, CLASSIFICAÇÃO E COMPOSIÇÃO DAS BEBIDAS

Seção I

Do Refresco

Art. 13. Refresco é a bebida definida no [art. 22 do Decreto nº 6.871, de 04 de junho de 2009](#), produzida por meio de processo tecnológico adequado que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo.

Parágrafo único. O refresco adicionado de gás carbônico deve apresentar gaseificação de, no mínimo, 2,0 V (dois volumes) de CO₂ (gás carbônico).

Art. 14. As denominações refresco e bebida são equivalentes, porém, mutuamente excludentes.

Art. 15. O refresco é classificado e denominado na forma abaixo, de acordo com o ingrediente obrigatório constante da sua composição:

I - refresco de fruta, aquele obtido de suco de fruta ou de polpa de fruta, ou da combinação destes;

II - refresco de vegetal, aquele obtido de vegetal;

III - refresco de extrato, aquele obtido de extrato padronizado;

IV - refresco misto, aquele obtido de dois ou mais ingredientes característicos;

§ 1º É proibida a especificação do nome da fruta, do vegetal e do extrato padronizado na denominação de qualquer refresco salvo quando se tratar de refresco gaseificado, ou aqueles previstos nos §§ 2º, 3º, 4º, 6º e 7º do art. 22 do Decreto nº 6.871, de 2009,

§ 2º Quando o refresco for adicionado de açúcares, a denominação deve ser terminada com a palavra adoçado.

§ 3º Quando o refresco for adicionado de gás carbônico a denominação deve ser terminada com a palavra gaseificado.

§ 4º Quando o refresco atender simultaneamente às condições dispostas nos §§ 2º e 3º deste artigo, o termo gaseificado deve estar no fim da denominação.

Art. 16. São ingredientes opcionais:

I - açúcares;

II - gás carbônico, industrialmente puro;

III - vitaminas, sais minerais, fibras e outros nutrientes, em conjunto ou separadamente, desde que em conformidade com o estabelecido em legislação específica da ANVISA, em que o cloreto de sódio, em quantidade inferior à considerada não significativa para sódio; e

IV - ingrediente alternativo.

Art. 17. As quantidades mínimas de suco de fruta, suco de vegetal, polpa de fruta, extrato padronizado e extrato de fruta para refresco são as previstas no Anexo II desta Instrução Normativa.

§ 1º O refresco de fruta cuja matéria-prima não conste do Anexo mencionado no caput deste artigo deve conter uma quantidade mínima de 10% v/v (dez por cento volume por volume) de suco ou polpa da fruta.

§ 2º O refresco de vegetal cuja matéria-prima não conste do Anexo mencionado no caput deste artigo deve conter uma quantidade mínima de 5% v/v (cinco por cento volume por volume) de suco do vegetal.

I - o refresco de vegetal com mais de dois vegetais sendo um deles a soja, deve conter no mínimo 0,5% m/v (cinco por cento massa por volume) de proteína de soja; e

II - o somatório dos vegetais, excluindo a soja, no refresco de vegetal contendo soja, deve ser de, no mínimo, 0,2% m/v (dois décimos por cento massa por volume).

§ 3º A soma dos ingredientes característicos que compõem o refresco misto, excluindo o extrato padronizado e o extrato de fruta, deve ser de, no mínimo, 10% m/v (dez por cento massa por volume):

I - o refresco misto contendo soja deve conter, no mínimo.

0,5% m/v (meio por cento massa por volume) de proteína de soja; e

II - o somatório dos ingredientes característicos, excluindo a soja, no refresco misto contendo soja, deve ser de, no mínimo, 1,5 m/v (um e meio por cento massa por volume).

Seção II

Do Refrigerante

Art. 18. Refrigerante é a bebida definida no art. 23 do Decreto nº 6.871, de 2009, produzida por meio de processo tecnológico adequado que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo.

§ 1º O refrigerante deve apresentar gaseificação igual ou superior a 2,5V (dois e meio volumes) de CO₂ (gás carbônico).

§ 2º O refrigerante que for adicionado de até 2,5V (dois e meio volumes) de CO₂ (gás carbônico), deve ter a inscrição levemente gaseificado no rótulo.

Art. 19. O refrigerante deve ser classificado e denominado de acordo com o ingrediente obrigatório constante da sua composição como se segue:

I - refrigerante de fruta, aquele obtido de suco de fruta ou de polpa de fruta, ou da combinação destes;

II - refrigerante de vegetal, aquele obtido de vegetal;

III - refrigerante de extrato, aquele obtido de extrato padronizado; e

IV - refrigerante misto, aquele obtido da mistura de dois ou mais ingrediente característicos.

Parágrafo único. É proibida a especificação do nome da fruta, do vegetal e do extrato padronizado na denominação de qualquer refrigerante, salvo quando se tratar dos refrigerantes previstos nos §§ 2º, 3º, 4º, 5º e 6º do art. 23 e no art. 25 do Decreto nº 6.871, de 2009.

Art. 20. São ingredientes opcionais:

I - vitaminas, sais minerais, fibras e outros nutrientes, em conjunto ou separadamente, desde que em conformidade com o estabelecido em legislação específica da ANVISA, em que o cloreto de sódio, em quantidades inferiores às consideradas não significativas para sódio; e

II - ingrediente alternativo.

Art. 21. As quantidades mínimas de suco de fruta, suco de vegetal, polpa de fruta, extrato padronizado e extrato de fruta para refrigerante são as constantes no Anexo III desta Instrução Normativa.

§ 1º O refrigerante de fruta cuja matéria-prima não conste do anexo mencionado no caput deste artigo deve conter uma quantidade mínima de 5% v/v (cinco por cento volume por volume) de suco ou polpa da fruta.

§ 2º O refrigerante de vegetal cuja matéria-prima não conste do anexo mencionado no caput deste artigo deve conter uma quantidade mínima de 5% m/v (cinco por cento massa por volume) de suco do vegetal.

§ 3º A soma dos ingredientes característicos que compõem o refrigerante misto, com exceção do extrato padronizado e do extrato de fruta, deve ser de, no mínimo, 5% m/v (cinco por cento massa por volume).

Seção III

Da Bebida Composta

Art. 22. Bebida composta é a bebida definida no [art. 34 do Decreto nº 6.871, de 2009](#), produzida por meio de processo tecnológico adequado que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo.

§ 1º A predominância do ingrediente de origem vegetal sobre o ingrediente de origem animal será obtida pela maior proporção quantitativa de sucos de frutas, de vegetais, polpas de frutas ou extratos vegetais, ou de qualquer associação destes.

§ 2º É proibida a substituição da matéria-prima animal por aditivo aromatizante.

Art. 23. A bebida composta é classificada e denominada na forma abaixo, de acordo com o ingrediente obrigatório constante da sua composição como se segue:

I - bebida composta de fruta, aquela obtida da mistura de suco de fruta ou polpa de fruta, ou da combinação destes, com ingrediente de origem animal;

II - bebida composta de vegetal, aquela obtida da mistura de vegetal com ingrediente de origem animal;

III - bebida composta de extrato, aquela obtida da mistura de extrato padronizado com ingrediente de origem animal; e

IV - bebida composta mista, aquela obtida da mistura de dois ou mais ingredientes característicos com ingrediente de origem animal.

Parágrafo único. É proibida a especificação do nome da fruta, do vegetal e do extrato padronizado na denominação de qualquer bebida composta.

Art. 24. São ingredientes opcionais:

I - açúcar;

II - vitamina, sal mineral, fibra e outros nutrientes, em conjunto ou separadamente, desde que em conformidade com o estabelecido em legislação específica da ANVISA em que o cloreto de sódio, em quantidades inferiores às consideradas não significativas para sódio; e

III - ingrediente alternativo.

Art. 25. As quantidades mínimas de suco de fruta, suco de vegetal, polpa de fruta, extrato padronizado e extrato de fruta para a elaboração da bebida composta são as estabelecidas no Anexo IV desta Instrução Normativa.

§ 1º A bebida composta de fruta cuja matéria-prima não conste do Anexo mencionado no caput deste artigo deve conter uma quantidade mínima de 10% v/v (dez por cento volume por volume) de suco ou polpa da respectiva fruta.

§ 2º A bebida composta de vegetal cuja matéria-prima não conste do Anexo mencionado no caput deste artigo deve conter uma quantidade mínima de 0,2% m/v (dois décimos por cento massa por volume) de suco do respectivo vegetal.

§ 3º A soma dos ingredientes característicos que compõem a bebida composta mista, com exceção do extrato padronizado e do extrato de fruta, deve ser de, no mínimo, 10% m/v (dez por cento massa por volume).

Seção IV

Do Chá Pronto Para o Consumo

Art. 26. Chá pronto para o consumo é a bebida definida no [art. 32 do Decreto nº 6.871, de 2009](#), produzida por meio de processo tecnológico adequado que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo.

Parágrafo único: No preparo do chá pronto para consumo poderá ser utilizado como ingrediente característico extrato aquoso líquido ou desidratado, desde que obtido por maceração, infusão ou percolação de folhas e brotos das espécies vegetais definidas em legislação específica da ANVISA.

Art. 27. O chá pronto para consumo deve ser classificado e denominado de acordo com o ingrediente obrigatório constante da sua composição, como se segue:

I - chá, aquele obtido de partes da mesma espécie vegetal ou de espécies vegetais diferentes;

II - chá com fruta, aquele definido no inciso I e adicionado de suco de fruta ou de polpa de fruta, ou da combinação destes;

III - chá com vegetal, aquele definido no inciso I e adicionado de vegetal;

IV - chá com extrato, aquele definido no inciso I adicionado de extrato padronizado;

V - chá misto, aquele definido no inciso I deste artigo, adicionado de dois ou mais ingrediente característicos;

VI - chá mate ou mate, aquele definido no [§ 1º do art. 32 do Decreto nº 6.871, de 2009](#);

VII - Chá mate verde ou mate verde aquele definido no [§ 1º do art. 32 do Decreto nº 6.871, de 2009](#), e ainda in natura;

VIII - chá preto, aquele obtido da espécie *Thea sinensis* L. ou *Camellia sinensis* (L.) Kuntze, submetidas a processo de fermentação;

IX - chá verde, aquele obtido da espécie *Thea sinensis* L. ou *Camellia sinensis* (L.) Kuntze, sem nenhum processo de fermentação; e

X - chá branco, aquele obtido da espécie *Thea sinensis* L. ou *Camellia sinensis* (L.) Kuntze, submetidas a processo de fermentação incompleta e tratamento térmico com uma coloração amarelo clara.

§ 1º Os chás previstos nos incisos VI a IX deste artigo poderão ser adicionados de fruta, de vegetal e de extrato padronizado, devendo, ser classificados e denominados de forma análoga àquela determinada para os chás previstos nos incisos II a IV deste artigo, conforme o caso.

§ 2º Somente poderão ser utilizadas espécies vegetais e suas respectivas partes quando devidamente previstas em legislação específica da ANVISA.

§ 3º É proibida a especificação do nome da fruta, do vegetal e do extrato padronizado na denominação de qualquer chá.

Art. 28. São ingredientes opcionais:

I - açúcares;

II - vitaminas, sais minerais, fibras e outros nutrientes, em conjunto ou separadamente, desde que em conformidade com o estabelecido em legislação específica da ANVISA, em que o cloreto de sódio, em quantidades inferiores às consideradas não significativas para sódio; e

III - ingrediente alternativo.

Seção V

Da Soda

Art. 29. Soda é a bebida definida no [art. 24 do Decreto nº 6.871, de 2009](#) , produzida por meio de processo tecnológico adequado que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo.

Art. 30. A soda deve ser classificada e denominada como se segue:

I - soda, aquela sem adição de aromatizante; e

II - soda aromatizada ou soda com aroma natural, aquela adicionada de aditivo aromatizante natural.

Parágrafo único. É proibida a especificação do nome da matéria-prima que deu origem ao aroma na denominação da soda.

Art. 31. São ingredientes opcionais:

I - sais minerais, desde que em conformidade com o estabelecido em legislação específica da ANVISA;

II - vitaminas, fibras e outros nutrientes, em conjunto ou separadamente, desde que em conformidade com o estabelecido em legislação específica da ANVISA; e

III - ingrediente alternativo.

CAPÍTULO IV

DAS DISPOSIÇÕES TRANSITÓRIAS E FINAIS

Art. 32. Fica estabelecido o prazo de 360 (trezentos e sessenta) dias para a adequação às alterações constantes desta Instrução Normativa, após a data de sua publicação.

Parágrafo único. Os produtos fabricados na vigência do prazo definido no caput poderão ser comercializados até a data de suas validades.

Art. 33. Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

ANTÔNIO ANDRADE

ANEXO I

TABELA DOS VALORES MÍNIMOS DE SÓLIDOS SOLÚVEIS PARA SUCO DE FRUTA, SUCO DE VEGETAL E POLPA DE FRUTA	
	Teor mínimo de sólidos solúveis
AMEIXA (<i>Prunus domestica</i> L.)	12,0
BANANA (<i>Musa acuminata</i> L.)	18,0
CANA-DE-AÇÚCAR (<i>Saccharum</i> , L.)	15,0
CARAMBOLA (<i>Averrhoa carambola</i>)	7,5
CRANBERRY (<i>Vaccinium macrocarpon</i> , L.)	7,5
FRAMBOESA NEGRA (<i>Rubus occidentalis</i> , L.)	11,1
FRAMBOESA VERMELHA (<i>Rubus idaeus</i> , L.)	8,0
JENIPAPO (<i>Genipa americana</i>)	17,0
GROSELHA NEGRA (<i>Ribes nigrum</i> , L.)	11,0
GROSELHA VERMELHA (<i>Ribes rubrum</i> , L.)	10,0
LICHIA (<i>Lichi chinensis</i> , Sonn.)	11,2
MELÃO (<i>Cucumis melo</i> L.)	7,5
MELANCIA (<i>Citrullus vulgares</i> L.)	8,0
MIRTILO (<i>Vaccinium myrtillus</i> , L.)	10,0
MORANGO (<i>Fragaria x. ananassa</i>)	7,5
NECTARINA (<i>Prunus persica</i> var. <i>nucipersica</i>)	10,5
PÊSSEGO (<i>Prunus pérsica</i> L.)	10,5
POMELO / TORANJA (<i>Citrus paradisi</i> , Macfad)	10,0
ROMÃ (<i>Punica granatum</i> L.)	12,0
TAMARINDO (<i>Tamarindus indica</i>)	6,0
TANGERINA (<i>Citrus reticulata</i> , Blanca)	10,5
TOMATE (<i>Lycopersicon esculentum</i> , L.)	5,0
UMBU (<i>Spondias tuberosa</i> Arruda ex Kost.)	9,0

ANEXO II

QUANTIDADES DE SUCO DE FRUTA, SUCO DE VEGETAL, POLPA DE FRUTA, EXTRATO PADRONIZADO E EXTRATO DE FRUTA PARA CEM MILITROS DE REFRESCO		
FRUTA	Quantidade mínima em mililitros	Quantidade mínima de sólidos totais do açaí ou juçara em mililitros
ABACAXI	30,0	-
AÇAÍ, açaí fino, açaí médio, açaí grosso ou polpa de açaí	-	4,0
AÇAÍ, açaí fino clarificado	3,5	-
AÇAÍ, açaí médio clarificado	3,0	-
AÇAÍ, açaí grosso clarificado	2,5	-
AÇAÍ, polpa de açaí clarificado	10,0	-
CAJÁ	20,0	-
CAJU	10,0	-
JUÇARA (<i>Eutherpe edulis</i>)	-	4,0
JUÇARA (<i>Eutherpe edulis</i>) clarificado	5,0	-
GOLABA	15,0	-
MANGA	20,0	-
MANGABA	15,0	-
MARACUJÁ	6,0	-
MORANGO	5,0	-
PERA	20,0	-
PÊSSEGO	30,0	-
TOMATE, suco DUAS OU MAIS	30,0	-
FRUTAS	10,0	-
VEGETAL		Quantidade mínima em gramas
CAJU, castanha		5,0
CANA-DE-AÇÚCAR, suco de cana / caldo de cana		30,0
SOJA, em proteína de soja		2,0
DOIS OU MAIS VEGETAIS		5,0
EXTRATO PADRONIZADO		Quantidade mínima em gramas
GENGIBRE, Extrato padronizado com, no mínimo, 0,03% de gingerol		0,20
GUARANÁ, semente de guaraná ou equivalente em extrato padronizado com, no mínimo, 1,2% de cafeína		0,02
AÇAÍ, extrato padronizado com, no mínimo, 0,025% de antocianinas		0,5
EXTRATO DE FRUTA		
CEREJA a 20º Brís		0,5
FRAMBOESA a 19º Brís		0,5
KIWI a 10,0º Brís		0,5

ANEXO III

QUANTIDADES DE SUCO DE FRUTA, SUCO DE VEGETAL, POLPA DE FRUTA, EXTRATO PADRONIZADO E EXTRATO DE FRUTA PARA CEM MILILITROS DE REFRIGERANTE		
FRUTA	Quantidade mínima em mililitros	Quantidade mínima de sólidos totais do açaí ou juçara em mililitros
ABACAXI	10,0	-
AÇAÍ, açaí fino, açaí médio, açaí grosso e polpa de açaí	-	2,0
AÇAÍ, açaí fino clarificado	1,8	-
AÇAÍ, açaí médio clarificado	1,6	-
AÇAÍ, açaí grosso clarificado	1,25	2,0
AÇAÍ, polpa de açaí clarificado	5,0	-
CAJÁ	5,0	-
CAJÚ	5,0	-
JUÇARA (<i>Euterpe edulis</i>)	-	2,0
JUÇARA (<i>Euterpe edulis</i>) clarificado	2,5	-
GOLABA	5,0	-
MANGA	5,0	-
MARACUJÁ	3,0	-
MORANGO	2,5	-
PERA	5,0	-
PÊSSEGO	5,0	-
TOMATE, suco	10,0	-
DUAS OU MAIS FRUTAS	5,0	-
VEGETAL	Quantidade mínima em gramas	
CAJÚ, castanha	2,5	-
CANA-DE-AÇÚCAR, suco de cana/callo de cana	20	-
SOJA, em proteína de soja	1,0	-
DOIS OU MAIS VEGETAIS	5,0	-
EXTRATO PADRONIZADO	Quantidade mínima em gramas	
GENGIBRE, extrato padronizado com, no mínimo, 0,03% de gingerol	0,020	-
GUARANA, semente de guaraná ou equivalente em extrato padronizado com, no mínimo, 1,2% de cafeína	0,02	-
AÇAÍ, extrato padronizado com, no mínimo, 0,025% de antocianinas	0,5	-
EXTRATO DE FRUTA	Quantidade mínima em gramas	
CEREJA a 20º Brix	0,5	-
FRAMBOESA a 19º Brix	0,5	-
KIWI a 10,0º Brix	0,5	-

QUANTIDADES DE SUCO DE FRUTA, SUCO DE VEGETAL, POLPA DE FRUTA, EXTRATO PADRONIZADO E EXTRATO DE FRUTA PARA CEM MILILITROS DE BEBIDA COMPOSTA		
FRUTA	Quantidade mínima em mililitros	Quantidade mínima de sólidos totais de açaí ou juçara em mililitros
ABACAXI	5,0	-
AÇAÍ, açaí fino, açaí médio, açaí grosso e polpa de açaí	-	2,0
AÇAÍ, açaí fino clarificado	3,5	-
AÇAÍ, açaí médio clarificado	3,0	-
AÇAÍ, açaí grosso clarificado	2,5	-
AÇAÍ, polpa de açaí clarificado	10,0	-
CAJÁ	5,0	-
CAMU-CAMU	5,0	-
CLIPUAÇU	5,0	-
GOLABA	15,0	-
JUÇARA (<i>Euterpe edulis</i>)	-	2,0
JUÇARA (<i>Euterpe edulis</i>) clarificado	2,5	-
LIMA	5,0	-
LIMÃO	5,0	-
MANGA	20,0	-
MANGABA	15,0	-
MARACUJÁ	5,0	-
MORANGO	5,0	-
PERA	20,0	-
PÊSSEGO	30,0	-
TAMARINDO	5,0	-
TANGERINA	5,0	-
TOMATE, suco	30,0	-
DUAS OU MAIS FRUTAS	10,0	-
VEGETAL	Quantidade mínima em gramas	
CAJU, castanha	5,0	
CANA-DE-AÇÚCAR, suco de cana / caldo de cana	30,0	
SOJA, em proteína de soja	2,0	
DOIS OU MAIS VEGETAIS	0,2	
EXTRATO PADRONIZADO	Quantidade mínima em gramas	
GENGIBRE, extrato padronizado com, no mínimo, 0,03% de gingerol	0,20	
AÇAÍ, extrato padronizado com, no mínimo, 0,025% de antocianinas	0,5	
GUARANÁ, semente de guaraná ou equivalente em extrato padronizado com, no mínimo, 1,2% de cafeína	0,02	
EXTRATO DE FRUTA	0,5	
CEREJA a 20° Brix	0,5	
FRAMBOESA a 19° Brix	0,5	
KIWI a 10,0° Brix	0,5	