

Artigo

Influência do Pré-tratamento na Microfiltração de Polpa de Cajá-Manga (*Spondiasdulcis*)

Madrona, G. S.*; Santos, S. S.; Cardoso, V. L., Reis, M. H. M.

Rev. Virtual Quim., 2018, 10 (1), 116-123. Data de publicação na Web: 2 de março de 2018

<http://rvq.sbq.org.br>

Influence of Pretreatment on Microfiltration of Cajá-Manga (*Spondias-dulcis*)

Abstract: In this study, was evaluated the use of pretreatment on microfiltration (MF) of caja-manga pulp. Fruits were selected, cleaned and ground with water at a ratio of 1: 3 (w/w). First, through an experimental design was optimized the extraction to obtain a higher concentration of phenolic (CF). For MF flat membrane was used cellulose ester of 0.8 μm (Millipore) batch system with the filtration area of 0.00636 m^2 with and without applying the pretreatment step (centrifugation), it was evaluated total phenolic by Folin-Ciocalteu, total solids, brix, color and turbidity. Data were analyzed by ANOVA and Tukey test ($p < 0.05$). For optimizing, the temperature it was significant that the best extraction occurred in time of 30 min and temperature 75 $^{\circ}\text{C}$. The pretreatment did not influence for the turbidity, color, solid, phenolic compounds and Brix values of the obtained permeated. Analyzing the permeate flow it can be stated that the pretreatment used in this case, namely the centrifugation was efficient to minimize membrane fouling. Thus, it is concluded that the microfiltration process prior to centrifugation has the potential to be applied in the processing of caja-manga pulp.

Keywords: Centrifugation; clarification; fouling.

Resumo

Neste trabalho foi avaliado o uso da microfiltração (MF) da polpa de cajá-manga com e sem pré-tratamento. As frutas foram selecionadas, higienizadas e trituradas com água na proporção de 1:3 (m/m). Primeiramente, por meio de um planejamento de experimentos foi otimizada a extração visando obter maior concentração de compostos fenólicos (CF). Para MF utilizou-se membrana plana de éster de celulose de 0,8 μm (Millipore) em Sistema batelada com área de filtração de 0,00636 m^2 sem e com aplicação da etapa de pré-tratamento (centrifugação), avaliou-se CF pelo método de Folin-Ciocalteu, sólidos totais, brix, cor e turbidez. Os dados foram analisados por ANOVA e teste de Tukey ($p < 0,05$). Em relação a otimização a temperatura foi significativa, sendo que as melhores extrações ocorreram em tempo de 30 min e temperatura 75 $^{\circ}\text{C}$. O pré-tratamento não apresentou influência para os valores de turbidez, cor, sólidos, compostos fenólicos e brix dos permeados obtidos. Analisando o fluxo de permeado pode-se afirmar que o pré-tratamento utilizado neste caso, ou seja, a centrifugação, foi eficiente para minimizar o entupimento da membrana. Assim, conclui-se que o processo de microfiltração com anterior centrifugação apresenta potencial para ser aplicado no processamento de polpa de cajá-manga.

Palavras-chave: Centrifugação; clarificação; entupimento.

* Universidade Estadual de Maringá Av. Colombo, 5790, bloco 13, sala 06, Zona 7, CEP: 87020900, Maringá –PR, Brasil.

✉ gsmadrona@uem.br

DOI: [10.21577/1984-6835.20180011](https://doi.org/10.21577/1984-6835.20180011)

Influência do Pré-tratamento na Microfiltração de Polpa de Cajá-Manga (*Spondiasdulcis*)

Grasiele S. Madrona,^{a,*} Suelen S. dos Santos,^b Vicelma Luiz Cardoso,^c
Miria H. M. Reis^c

^a Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia de Alimentos, Avenida Colombo 5790, Maringá-PR, Brasil.

^b Universidade Estadual de Maringá, Pós-graduação em Ciência de Alimentos, Avenida Colombo 5790, Maringá-PR, Brasil.

^c Universidade Federal de Uberlândia, Faculdade de Engenharia Química, Av. João Naves de Ávila, 2121, CEP 38400-902, Uberlândia-MG, Brasil.

* gsmadrona@uem.br

Recebido em 4 de outubro de 2017. Aceito para publicação em 27 de fevereiro de 2018

1. Introdução

2. Material e métodos

- 2.1. Preparo das amostras e otimização da extração dos bioativos
- 2.2. Microfiltração com e sem pré-tratamento
- 2.3. Análises dos extratos e permeados

3. Resultados e discussão

- 3.1. Otimização da extração de bioativos
- 3.2. Microfiltração
- 3.3. Análises dos extratos e permeados

4. Conclusão

1. Introdução

O Brasil possui diversas espécies frutíferas com propriedades nutricionais e funcionais que ainda não foram devidamente exploradas. Os compostos fenólicos presentes nestes alimentos podem influenciar o valor nutricional e a qualidade sensorial, conferindo atributos como cor, textura, amargor e adstringência, além de

atuarem sobre o estresse oxidativo, inibirem o risco de doenças cardiovasculares e crônico-degenerativas.¹⁻³

A cajá-manga (*Spondiasdulcis* Parkinson syn. *Spondiascytherea* Sonn.), fruta exótica que tem origem das Ilhas da Polinésia, também pode ser conhecida como cajarana ou teperebá do sertão, é cultivada geralmente em pomares domésticos, principalmente no Norte e Nordeste brasileiro. As frutas têm formato elipsoide,

do tipo drupa, com sementes compostas de fibras rígidas que parecem espinhos adjacentes à polpa.⁴ Caracterizadas pela sua boa aparência, qualidade nutritiva, aroma e sabor agradáveis, a cajá-manga é muito apreciada para o consumo como frutas frescas ou na forma processada como sucos, polpas, néctares, doces, sorvetes e picolés.⁵ Possuem atividade antioxidante, atribuída aos compostos fenólicos, pró-vitamina A e carotenóides presentes na fruta.⁶

Alguns estudos apresentam dados de composição da cajá-manga. De acordo com Gonalves⁷, 100 gramas da polpa de cajá-manga fornecem em torno de 46 calorias, cerca de 87% de água, 12,5% de hidratos de carbono, baixo teor de gorduras e proteínas, minerais (principalmente fósforo) e vitaminas A, C e do complexo B.

Oliveira⁸ em análise da atividade antioxidante de 14 extratos de cajá-manga, observou a presença de compostos fenólicos, rutina e ácido clorogênico, identificados no ensaio de triagem e técnicas cromatográficas (CCD-Cromatografia em Camada Delgada Comparativa) e espectrofotométricas.

A polpa de cajá-manga foi avaliada por Cheuczuk e Rocha⁹, onde foi constatada a presença de compostos fenólicos utilizando o método Folin-Ciocalteu.

Além da possibilidade de exploração para consumo *in natura*, as frutas podem ser exploradas pela agroindústria pelo processamento de concentrados, sucos, sorvetes, doces, licores, vinhos e outros produtos. Atualmente a indústria utiliza processos como tratamento enzimático e filtração simples, entre outros. O processo de filtração por membranas já vem sendo estudado como uma alternativa para o tratamento de sucos de frutas.^{10,11} A microfiltração (MF) vem sendo aplicada para clarificação e redução da carga microbiana de sucos de frutas e bebidas.^{12,13} Utilizando a microfiltração para o tratamento de sucos é possível eliminar diversas etapas do processamento tradicional (como por exemplo o tratamento enzimático), reduzindo tempo, energia, mão-de-obra e

gastos com coadjuvantes de clarificação.¹⁴

Entretanto, o processo de filtração com membranas apresenta como fator limitante o *fouling* (entupimento da membrana). No caso de sucos de frutas, os principais componentes responsáveis pela formação de *fouling* são a pectina, amido, celulose, lignina e hemicelulose.¹⁵ Neste sentido, faz-se necessário estudar a aplicação de pré-tratamentos para aprimorar o processo de filtração por membranas.

Assim, este trabalho tem como objetivo avaliar a influência do pré-tratamento no processo de microfiltração de polpa de cajá-manga.

2. Material e métodos

2.1. Preparo das amostras e otimização da extração dos bioativos

As frutas foram adquiridas no Ceasa da cidade de Uberlândia-MG em setembro/2015, sendo todas de um mesmo lote. Após prévia seleção e higienização (hipoclorito a 100 ppm) separou-se manualmente a polpa do caroço, sendo que a polpa juntamente com a casca foi triturada em um mixer com água destilada na proporção de 1:3 (m/m). A polpa proveniente foi armazenada em recipientes de polipropileno e acondicionada sob refrigeração até análise.

Foi otimizada a extração de compostos bioativos utilizado um planejamento experimental com dois fatores, sendo eles tempo (30 a 60 min) e temperatura (40 a 80 °C), com dois pontos centrais e como variável resposta a concentração de compostos fenólicos. Esta etapa foi realizada em chapa de aquecimento com agitação (400 rpm). Os dados foram avaliados pelo programa Statistic 7.0.

O extrato proveniente foi filtrado em filtro de café e armazenado no escuro a 25 °C. Após atingir a temperatura ambiente o

extrato foi colocado em um reator do tipo batelada para que fosse iniciada a microfiltração.

2.2. Microfiltração com e sem pré-tratamento

O extrato recém-preparado e resfriado (25 °C) foi então microfiltrado em um reator batelada do tipo “deadend” (Figura 1). Foi

utilizada uma membrana de éster de celulose (Milipore) com porosidade de 0,8 µm, área de filtração de 6,36x10⁻³ m² a uma pressão de 0,5 bar garantida por um manômetro do tipo bourdon conectado a um cilindro de nitrogênio.¹⁶ A vazão foi monitorada durante o processo da microfiltração. O processo foi interrompido a partir do momento em que a vazão do processo estabilizou. Foram filtrados dois extratos, um deles utilizando centrifugação (5 min a 12000 rpm) como pré-tratamento e outro sem pré-tratamento.

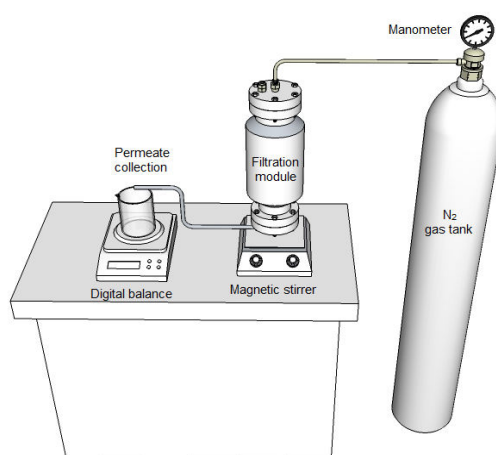


Figura 1. Esquema do módulo de microfiltração “deadend”¹⁶

Após iniciado o processo de filtração foram coletadas amostras (no início a cada minuto e depois a cada 20 e 30 minutos) durante todo o processo para medir o comportamento do fluxo em função do tempo de filtração. O fluxo foi calculado utilizando a Equação 1.

$$J = \frac{m}{At} \quad (1)$$

Onde J é o fluxo de permeado, (Kg/h m²); At é a área de filtração (m²); m (Kg) é a massa de permeado em um determinado tempo de filtração (h).

2.3. Análises dos extratos e permeados

Os compostos fenólicos totais foram determinados pelo método de Folin-Ciocalteu.¹⁷ A análise da absorbância foi realizada em espectrofotômetro UVmini – 1240 Shimadzu a uma frequência de 725 nm, sendo realizadas em triplicata. Os resultados foram expressos em miligrama de ácido gálico equivalente por grama de amostra (mgEAG/g).

A cor foi avaliada por meio do colorímetro portátil Minolta® CR400, utilizando sistema CIEL*a*b*, onde foram medidas as coordenadas: L, representando a luminosidade em uma escala de 0 (preto) a 100 (branco); a* que representa uma escala de tonalidade variando de vermelho (0 + a) a verde (0 – a) e b* que representa uma escala

de amarelo (0 + b) a azul (0 - b). Todas as determinações foram feitas em triplicata.

A turbidez foi medida utilizando turbidímetro (Tecnonon TB-1000) em unidades nefelométricas de turbidez (NTU). Os sólidos totais foram analisados segundo AOAC,¹⁸ e o brix foi medido utilizando refratômetro (HI 96801 Hanna), todas as análises foram realizadas em triplicata.

Os dados foram analisados por Anova e teste de Tukey ($p < 0,05$) no Sisvar 5.3.¹⁹

3. Resultados e discussão

3.1. Otimização da extração de bioativos

A Figura 2 apresenta a superfície de resposta obtida para a otimização da extração de compostos bioativos, sendo que após tal análise observou-se que a maior influência foi a temperatura (conforme inclinação do eixo), logo nas etapas seguintes optou-se por trabalhar com o menor tempo de extração (30 min) e alta temperatura 75 °C.

Sabe-se que a temperatura pode influenciar a extração de fenólicos de diferentes maneiras, aumentando ou diminuindo seu conteúdo. O solvente utilizado também pode ser uma variável neste tipo de extração, entretanto neste caso de estudo optou-se por utilizar a água como solvente, por se tratar de um produto alimentício.

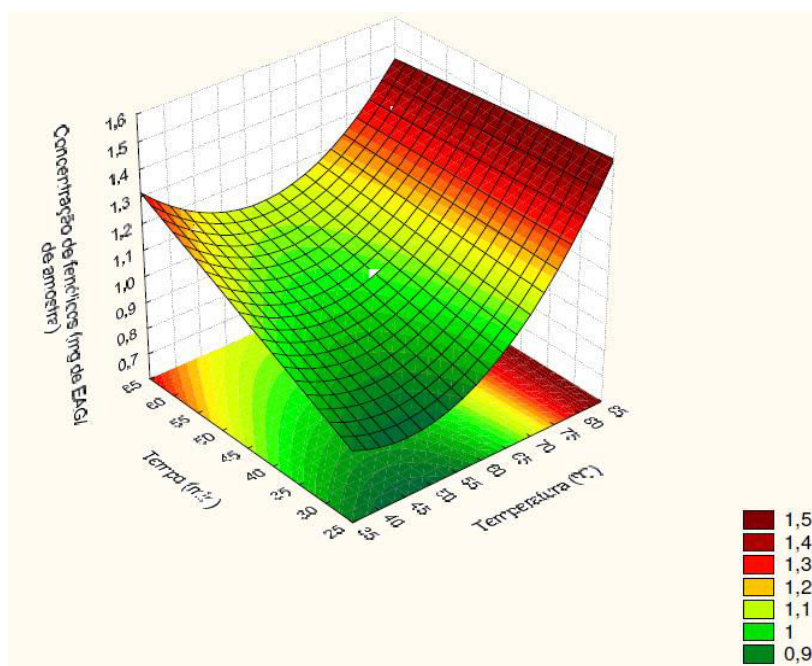


Figura 2. Superfície de resposta da otimização de extração, considerando as variáveis tempo e temperatura

3.2. Microfiltração

A Figura 3 apresenta o comportamento do fluxo em função do tempo para microfiltração com e sem pré-tratamento.

Observa-se (Figura 3) que o tanto o fluxo inicial quanto o final do processo sem tratamento se apresentaram menores que quando se utilizou a centrifugação como pré-tratamento, sendo que comparando os dois processos esta redução foi de aproximadamente 38% no fluxo inicial e de

45% no final do processo, assim pode-se afirmar que o pré-tratamento utilizado neste caso foi eficiente para minimizar o entupimento da membrana. Nota-se ainda que o fluxo mesmo diminui abruptamente

durante os primeiros 30 minutos de filtração, segundo Silva¹⁶ tal fato pode estar relacionado à formação de torta sobre a superfície da membrana.

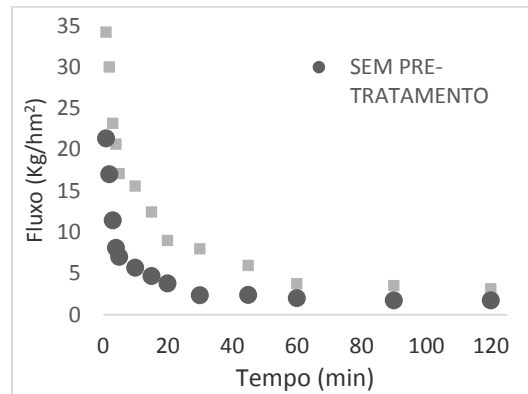


Figura 3. Fluxo em função do tempo obtidos para microfiltração de cajá-manga

Sabe-se que o fluxo de permeado é uma variável crítica na determinação da eficiência do processo de separação por membranas, existem uma série de fatores que reduzem o fluxo de permeado, os quais são denominados como *fouling*. Para controle e diminuição do *fouling*, pré-tratamentos são geralmente efetuados anteriormente à microfiltração, visando diminuir o teor de macromoléculas capazes de se acumularem na superfície da membrana, aumentando assim o fluxo de permeado. Para microfiltração de sucos de frutas alguns processos vêm sendo amplamente estudados, como é o caso da utilização de enzimas pectinolíticas.²⁰

Outros tipos de pré-tratamento para a separação por membrana podem ser realizados como a centrifugação, que é capaz de diminuir o teor de polpa do produto a ser clarificado resultando num aumento ainda mais expressivo do rendimento da filtração por membrana.²¹

3.3. Análises dos extratos e permeados

A Tabela 1 apresenta os resultados dos parâmetros avaliados antes do processo de filtração por membranas, ou seja, o extrato inicial e o extrato centrifugado.

Observou-se que o pré-tratamento não apresentou influencia para os valores de turbidez, cor, sólidos, compostos fenólicos e brix dos permeados obtidos. Escassos são os trabalhos com filtração de cajá-manga, Candea e colaboradores²² utilizaram membrana tubular cerâmica (0,1 μm) e pressão de 2 bar, na filtração de cajá e encontraram teores iniciais de brix de 10,2 (polpa) e após o processo de 8,2, sendo este valor final superior ao observado na presente pesquisa. Em relação ao teor de compostos fenólicos os autores encontraram valores de 1,76 mg de EAG/g de polpa e de 0,38 mg de EAG/g no permeado, sendo este último valor inferior ao encontrado na presente pesquisa.

Tabela 1. Resultados dos parâmetros analisados dos extratos e permeados de cajá-manga

Parâmetro/ extrato	Ext. inicial	MF1	Ext. centrifugado	MF2
Turbidez (NTU)	1494,0 ^c	9,2 ^a	16,9 ^b	14,3 ^{a,b}
°Brix	4,6 ^b	3,9 ^a	4,5 ^b	3,8 ^a
Sólidos (mg/L)	40060 ^c	31060 ^a	36330 ^b	30970 ^a
Compostos fenólicos (mg EAG/g)	1,43 ^a	1,24 ^a	1,09 ^a	1,10 ^a
L	66,59 ^a	85,89 ^c	74,35 ^b	86,54 ^c
a*	-4,67 ^a	-4,67 ^a	-4,64 ^a	-4,65 ^a
b*	15,29 ^c	5,44 ^c	7,33 ^b	5,70 ^c

* Letras iguais na mesma linha indicam diferença significativa ($p < 0,05$). MF1: permeado obtido na MF sem pré-tratamento; MF2: permeado obtido na MF com pré-tratamento.

Em relação ao teor de sólidos totais, o processo sem pré-tratamento apresentou a maior eficiência, reduzindo em 22,5% em relação ao valor inicial (extrato). Nos dois casos avaliados foi significativa a redução de sólidos em relação ao extrato inicial, tal fato era esperado e já foi reportado na literatura, Chandini e colaboradores,²³ por exemplo, microfiltraram chá preto em uma membrana de porosidade igual a 0,2 μm e obtiveram valores de redução de 25,8% para os sólidos totais.

Em relação à cor os permeados se apresentaram mais claros, ou seja, maiores valores de luminosidade e com tendência a cor verde. Em relação ao parâmetro b^* , as amostras de permeado se apresentaram com menor coloração amarela quando comparadas aos extratos. Assim, conclui-se que a microfiltração pode ser utilizada também para clarificação de polpa de cajá-manga.

4. Conclusão

Os resultados indicam que a etapa de pré-tratamento (centrifugação) anterior ao processo de microfiltração foi eficiente para remoção de sólidos e conseqüentemente diminuição do entupimento da membrana. Observou-se ainda que o pré-tratamento não

apresentou influência significativa nas características avaliadas dos permeados, sendo que estas se apresentaram mais claras em relação aos extratos. A polpa clarificada obtida poderia ser utilizada como fonte de compostos fenólicos e saborizante na fabricação de bebidas energéticas, carbonatadas, licores entre outros. Assim, conclui-se que o processo de microfiltração apresenta potencial para ser aplicado no processamento de polpa de cajá-manga.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pela bolsa concedida.

Referências Bibliográficas

- Everette, J. D.; Bryant, Q. M.; Green, A. M.; Abbey, Y. A.; Wangila, G. W.; Walker, R. B. Thorough study of reactivity of various compound classes toward the Folin-Ciocalteou reagent. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **2010**, *58*, 8139. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Imeh. U.; Khokhar. S. Distribution of Conjugated and Free Phenols in Fruits: Antioxidant Activity and Cultivar

- Variations. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **2002**, *50*, 6301. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- ³ Rocha, W. S.; Lopes, R. M.; Silva, D. B.; Vieira, B. F.; Silva, J. P.; Agostini-Costa, T. Compostos fenólicos totais e taninos condensados em frutas nativas do cerrado. *Revista Brasileira de Fruticultura* **2011**, *33*, 1215. [[CrossRef](#)]
- ⁴ Lorenzi, H.; Bacher, L.; Lacerda, M.; Sartori, S. *Frutas brasileiras e exóticas cultivadas*. Nova Odessa: Instituto Plantarum de Estudos da Flora, 2006.
- ⁵ Souza, F. X. Spondias agroindustriais e os seus métodos de propagação. Fortaleza: Embrapa-CNPAT/SEBRAE/CE, 26p. (Embrapa-CNPAT. Documentos, 27), 1998.
- ⁶ Gouado, I.; Ejoh, A. R.; Somélssa, T.; Schweigert, F. J.; Tchouanguep, M. F. Carotenoids content of some locally consumed fruits and yams in Cameroon. *Pakistan Journal of Nutrition* **2007**, *6*, 497. [[CrossRef](#)]
- ⁷ Gonsalves, P. E. *Livro dos Alimentos*. MG editores, 1992. 266 p.
- ⁸ de Oliveira, J. R. S. *Tese de Doutorado*. Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, 2011.
- ⁹ Cheuczuk, F.; Rocha, L. A. *Trabalho de Conclusão de Curso*. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2014.
- ¹⁰ Domingues, R. C. C.; Ramos, A. A.; Cardoso, V. L.; Reis, M. H. M. Microfiltration of passion fruit juice using hollow fibre membranes and evaluation of fouling mechanisms. *Journal of Food Engineering* **2014**, *121*, 73. [[CrossRef](#)]
- ¹¹ Echavarría, A. P.; Torras, C.; Pagán, J.; Ibarz, A. Fruit Juice Processing and Membrane Technology Application. *Food Engineering* **2011**, *3*, 136. [[CrossRef](#)]
- ¹² Carneiro, L.; Sá, I. S.; Gomes, F. S.; Matta, V. M.; Cabral, L. M. C. Cold sterilization and clarification of pineapple juice by tangential microfiltration. *Desalination* **2002**, *148*, 93. [[CrossRef](#)]
- ¹³ 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* **2004**, *61*, 477. [[CrossRef](#)]
- ¹⁴ Girard, B.; Fukumoto, L. R. Membrane processing of fruit juices and beverages: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* **2000**, *40*, 91. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- ¹⁵ Vaillant A. R.; Mazzoni I.; Tudan C.; Boudreau M.; Kaplan D. R.; Miller F. D. Depolarization and neurotrophins converge on the phosphatidylinositol 3-kinase-Akt pathway to synergistically regulate neuronal survival. *The Journal of Cell Biology* **1999**, *146*, 955. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- ¹⁶ Silva, F. C.; Rossi, D. A.; Cardoso, V. L.; Reis, M. H. M. Stabilization of açaí (*Euterpe oleracea* Mart.) juice by the microfiltration process. *Acta Scientiarum Technology* **2016**, *38*, 7. [[CrossRef](#)]
- ¹⁷ Singleton, V. L.; Rossi JR, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture* **1965**, *16*, 144. [[Link](#)]
- ¹⁸ AOAC. Association of Official Agricultural Chemists. *Official methods of analysis of AOAC International*. 16. ed. Arlington: AOAC International, 2000.
- ¹⁹ Ferreira, D. F. Sisvar: um programa para análises e ensino de estatística. *Revista Symposium* **2008**, *6*, 36. [[Link](#)]
- ²⁰ Barros, S. T. D.; *Tese de doutorado*. Universidade Estadual de Campinas, 2002.
- ²¹ Docê, C. R.; *Dissertação de mestrado*. Universidade Estadual de Maringá, 2008.
- ²² Candea, I. V.; Mecenas, A.S.; Candea, T.V.; Gomes, F.S.; Cabral, L.M.C.; Matta, V. M. *Resumos do Congresso Brasileiro de Fruticultura*. Natal, Brasil, 2010.
- ²³ Chandini, S. K.; Rao, L. J.; Subramania, R. Membrane Clarification of Black Tea Extracts. *Food and Bioprocess Technology* **2013**, *6*, 1926. [[CrossRef](#)]