

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
INSTITUTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
(PPGCTA)**

**MARCELA LAZZARE BRITES**

**SEPARAÇÃO DE FRUTOOLIGOSSACARÍDEOS A PARTIR DO YACON (*Smallanthus  
sonchifolius*) POR ULTRAFILTRAÇÃO E ENCAPSULAMENTO POR ATOMIZAÇÃO**

Porto Alegre  
2013

**MARCELA LAZZARE BRITES**

**SEPARAÇÃO DE FRUTOOLIGOSSACARÍDEOS A PARTIR DO YACON (*Smallanthus sonchifolius*) POR ULTRAFILTRAÇÃO E ENCAPSULAMENTO POR ATOMIZAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos do Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como um dos requisitos para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Caciano Pelayo Zapata Noreña.

Porto Alegre

2013

### CIP - Catalogação na Publicação

Brites, Marcela Lazzare

Separação de frutooligossacarídeos a partir do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) por ultrafiltração e encapsulamento por atomização / Marcela Lazzare

Brites. -- 2013.

146 f.

Orientador: Caciano Pelayo Zapata Noreña.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Porto Alegre, BR-RS, 2013.

1. Yacon. 2. Frutooligossacarídeos. 3. Ultrafiltração. 4. Encapsulação. 5. Atomização. I. Noreña, Caciano Pelayo Zapata , orient. II. Título.

Marcela Lazzare Brites  
(Engenheira de Alimentos/FURG)

**DISSERTAÇÃO**  
**SEPARAÇÃO DE FRUTOOLIGOSSACARÍDEOS A PARTIR DO YACON**  
**(*Smallanthus sonchifolius*) POR ULTRAFILTRAÇÃO E ENCAPSULAMENTO POR**  
**ATOMIZAÇÃO**

Submetida como parte dos requisitos para obtenção do grau em:

**MESTRE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos (PPGCTA)  
Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Porto Alegre, RS, Brasil.

Aprovada em: 27/05/2013

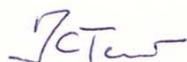
Pela Comissão Examinadora:



Prof. Dr. Caciano Pelayo Zapata Noreña  
Orientador – PPGCTA/UFRGS



Prof. Dr. Eduardo Cesar Tondo  
Banca – PPGCTA/UFRGS



Prof. Dra. Isabel Cristina Tessaro  
Banca – PPGEQ/UFRGS



Prof. Dra. Florência Cladera Olivera  
Banca – PPGCTA/UFRGS

Homologada em: ...../...../.....

Por:

Marco Antônio Záchia Ayub  
Coordenador do Programa de Pós  
Graduação em Ciência e Tecnologia de  
Alimentos (PPGCTA)

Vitor Manfrói  
Diretor do Instituto de Ciência e Tecnologia  
de Alimentos - ICTA/UFRGS

*Pai, Gui e Marco.  
Meu amor e minha eterna gratidão.  
Sem vocês, nada seria possível.*

*Dedico.*

## **AGRADECIMENTOS**

À Deus, por ter me feito capaz de suportar todos os obstáculos, por ter me dado força para continuar e sabedoria para enfrentar as adversidades.

Ao meu pai Abrelino, por ser minha base, meu exemplo, compreendendo o tamanho dos meus sonhos, sem jamais deixar de me amparar e me dar o amor necessário para seguir em frente. Ao meu irmão Guilherme, por entender as minhas ausências, sempre apoiando as minhas escolhas e me incentivando a prosseguir. A minha mãe Carmen, onde quer que esteja, por ser meu exemplo de mulher guerreira e batalhadora, que me ensinou a jamais desistir dos meus ideais. Obrigada, amo vocês.

Ao Marco, sem o qual tudo seria mais difícil, pela dedicação, paciência, carinho, amor, companheirismo, pelas idas nos feriados e finais de semana ao campus, pelas comidas deliciosas, por encher minha vida de coisas boas, pelas palavras que sempre me acalmaram e me deram apoio para não desistir. Obrigada, te amo.

À família Zimmermann pelo acolhimento e carinho que sempre tiveram por mim.

Ao tio Dido, tia Sônia, tia Andi e tio Neri, por me ajudarem a construir esse sonho, torcendo sempre pelo meu sucesso.

Ao professor Caciano, pela orientação e pela oportunidade de exercer este trabalho.

À Tenisa, por estarmos juntas desde o dia da entrevista, sentadinhas uma do lado da outra, nossa torcida pelo sucesso de ambas começou ali e se estendeu pelos dois anos de muita amizade, companheirismo, risadas e conhecimentos compartilhados, pela força para seguir em frente, sempre juntas.

À Camila, pela alegria, amizade, carinho, companheirismo, risadas, orientação e ajuda nos momentos difíceis, essenciais para o sucesso deste trabalho.

À Tainara, pela amizade regada a muito chimarrão no final da tarde, por me ouvir e sempre ter uma palavra de incentivo tornando a caminhada mais leve.

À Patricia, que jamais me abandonou e que foi a responsável por me comunicar a classificação no mestrado, pela amizade de alguns anos, pelo incentivo sempre que preciso, pelas inúmeras risadas e carinho, que mesmo distante foram indispensáveis.

À Renata, Luiza e Carol, pela amizade, ajuda nas análises e conhecimentos compartilhados que foram muito importantes para o meu crescimento científico.

À professora Isabel, pela disposição em me auxiliar sempre que precisei.

Ao Alan Ambrosi por me ajudar com a montagem do equipamento de membranas, ao Maurício Kipper por tantas vezes me ceder às membranas de ultrafiltração e ao professor Eduardo Birnfeld pela ajuda nas análises de HPLC.

Ao professor Adriano, e as meninas do laboratório 218, Stela, Indi, Paula e Ana pela ajuda nas análises e empréstimos de equipamentos.

Ao Edgar, pela disposição de sempre me ajudar em qualquer problema com os equipamentos.

À Chr. Hansen Brasil por ceder gentilmente os microorganismos probióticos utilizados nas análises.

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela oportunidade.

À CAPES, CNPq e FAPERGS pelo apoio financeiro.

*“A mente que se abre a uma nova ideia  
jamais voltará ao seu tamanho original.”*

*Albert Einstein.*

## RESUMO

O yacon (*Smallanthus sonchifolius*) é uma planta de origem andina, cujas raízes tuberosas armazenam açúcares como frutose, glicose, sacarose e, principalmente, frutooligosacarídeos (FOS). Os FOS são designados como prebióticos, que por sua não digestibilidade pelas enzimas do trato digestivo humano, estimulam seletivamente a multiplicação e a atividade de bactérias intestinais promotoras de saúde. Este trabalho visou estudar a separação de FOS do extrato de yacon, mediante o emprego do processo de separação por membranas (PSM) por ultrafiltração (UF) e avaliar as características físico-químicas do pó obtido por *spray drying*, a partir do permeado da UF. As raízes foram descascadas e cortadas em rodelas e submetidas ao branqueamento mediante vapor a 100°C. A partir das fatias branqueadas foi extraído o suco empregando um processador de alimentos; da polpa obtida após a separação do suco, foram extraídos os açúcares restantes mediante a adição de água a 80°C em uma proporção de 2:1 (massa água/massa polpa). O suco de yacon e a solução líquida obtida da polpa foram separadamente filtrados e a mistura dos filtrados constituiu o extrato de yacon. A separação dos FOS foi realizada pelo processo de UF, utilizando duas membranas poliméricas de 10 kDa (UF-10) e 30 kDa (UF-30) com pressões transmembrana de 1,2 bar e 0,75 bar, respectivamente. Encontrou-se que o fluxo de permeado aumentou com o aumento da pressão de 0,5 bar a 2 bar e com a temperatura de 15°C a 35°C. Para a UF-10, a resistência da membrana ( $R_m$ ) aumentou de  $3,25 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  para  $3,41 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  com o aumento da pressão de 0,5 bar para 2 bar; o mesmo ocorreu com a UF-30, aumentando de  $1,69 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  para  $1,89 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . As resistências total ( $R_t$ ), do *fouling* ( $R_f$ ) e da polarização por concentração ( $R_c$ ) apresentaram um leve incremento com o aumento da pressão. Com o aumento da temperatura os valores de  $R_f$  e  $R_c$  diminuíram devido à redução da viscosidade da solução, enquanto que  $R_t$  e  $R_m$  não variaram. A porcentagem de formação do *fouling* diminuiu com o aumento do poro da membrana, de 61,24% na UF-10 para 57,33% na UF-30. O entupimento dos poros da membrana foi revertido empregando procedimentos de limpeza, obtendo-se altas recuperações de fluxo de permeado (76,46% para UF-10 e 83,56% para UF-30). A retenção dos FOS foi de 24,48%, da glicose de 12,95% e da frutose de 22,18% na membrana UF-10, sendo que o aumento do tamanho de poro proporcionou menor retenção dos açúcares, 6,49%, 9,11% e 11,31% para os FOS, glicose e frutose respectivamente para a UF-30. O balanço de massa mostrou que os FOS obtidos no permeado da UF alcançaram pureza de 24,08% para a UF-10 e 18,43% para a UF-30. Ao permeado da UF foi adicionado goma arábica como agente encapsulante nas concentrações de 10% e 15% sob constante agitação até completa homogeneização, seguido de imediata secagem no *spray dryer* empregando temperaturas de entrada de ar de 140°C e 160°C. O produto final apresentou valores de umidade menores que 4 gH<sub>2</sub>O/100 g m.s. e de atividade de água menores que 0,15. O aumento da concentração de goma e da temperatura de secagem resultou em aumento na solubilidade dos pós, obtendo-se valores superiores a 90%, enquanto que a higroscopicidade diminuiu. A microscopia eletrônica de varredura mostrou que as partículas obtidas por atomização apresentaram tamanhos em torno de 5 µm e morfologias distintas, além de uma forte tendência à aglomeração das partículas menores em torno das maiores, principalmente na temperatura de 140°C. Com relação à cor, o parâmetro  $L^*$  diminuiu significativamente com o aumento da temperatura de 140°C para 160°C, resultando em amostras mais escuras; os parâmetros  $a^*$  e  $b^*$  indicaram que as amostras observadas foram esverdeadas e amareladas, com índice de escurecimento significativamente maior a 160°C na UF-30. Durante a secagem, o aumento da temperatura diminuiu as concentrações de inulina, enquanto que os teores de glicose e frutose aumentaram devido à reação de termólise que levou à degradação das cadeias de inulina. Os ensaios de atividade prebiótica mostraram que todas as amostras de permeado e retido sem encapsulação foram metabolizados de forma semelhante à glicose pelas três diferentes bactérias (*Lactobacillus acidophilus* LA-5®, *Bifidobacterium*

*Lactis* BB-12® e *Escherichia coli* ATCC 25922). Com relação às amostras atomizadas, os tratamentos provenientes da UF-30 e que foram metabolizadas pela cultura probiótica LA-5 apresentaram indicativo potencial de atividade prebiótica, por terem sido metabolizadas de forma similar à glicose.

Palavras chave: Yacon, frutooligossacarídeos, processo de separação por membranas, *spray drying*, atividade prebiótica.

## ABSTRACT

The yacon (*Smallanthus sonchifolius*) is a plant originated from Andean regions, whose tuberous roots contain sugars such as fructose, glucose, sucrose, and especially fructooligosaccharides (FOS). FOS is referred to as prebiotics due to it is not digestible by enzymes in the human digestive tract, therefore it selectively stimulates the multiplication and activity of health-promoting bacteria. This study aimed to evaluate the separation of FOS from the extract of yacon by ultrafiltration (UF) membrane separation process (PSM), and study the physic-chemical characteristics of the powder obtained by spray drying from the permeate obtained by UF. The juice was extracted from the bleached slices using a food processor; after, the remaining sugars were extracted from the pulp by adding water at 80°C in a ratio of 2:1 (water / pulp). The yacon juice and the liquid solution obtained from the pulp were filtered and the filtrate mixture was the yacon extract. The separation of FOS was carried out by two polymeric membranes of 10 kDa (UF-10) and 30 kDa (UF-30), at pressures of 1.2 bar and 0.75 bar, respectively. The permeate flux increased with increasing pressure from 0.5 bar to 2 bar and temperature from 15°C to 35°C. For the UF-10, the intrinsic membrane resistance ( $R_m$ ) increased from  $3.25 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  to  $3.41 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  with increasing pressure from 0.5 bar to 2 bar. The same occurred with UF-30, in which  $R_m$  increased from  $1.69 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  to  $1.89 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . The total resistance ( $R_t$ ), fouling resistance ( $R_f$ ) and cake layer resistance ( $R_c$ ) slight increased with increasing pressure. As the temperature increased, the values of  $R_f$  and  $R_c$  decreased due to the reduced viscosity of the solution, while  $R_t$  and  $R_m$  values did not change. The percentage of membrane fouling decreased from 61.24% in UF-10 to 57.33% in UF-30 with increasing the membrane pore size. The membrane pore clogging was reversed by cleaning procedures, resulting in high recoveries of the permeate flow (76.46% in UF-10 and 83.56% in UF-30). For UF-10, the FOS retention was 24.48%, while glucose and fructose retention were 12.95% and 22.18% respectively, and the increase in pore size resulted in less retention of sugars, once for the UF-30 the retention percentage was 6.49%, 9.11% and 11.31% for FOS, glucose and fructose, respectively. The mass balance showed that FOS from the UF permeate reached 24.08% purity in UF-10 and 18.43% in UF-30. Gum arabic at concentrations of 10% and 15% was added to the UF permeate as an encapsulating agent with constant stirring until complete homogenization, followed by immediate drying in a spray dryer at inlet temperatures of 140°C and 160°C. The final product presented moisture content less than 4 gH<sub>2</sub>O/100 g d.m. and water activity less than 0.15. Increasing both the arabic gum concentration and drying temperature have increased the powder solubility, with values higher than 90%, and decreased hygroscopicity. Scanning electron microscopy showed that the atomized particles had about 5 µm diameter and exhibited different morphologies, with a strong tendency to particle agglomeration, once smaller particles appeared to overlap large particles, mainly at 140°C. Regarding the color parameters, the parameter  $L^*$  significantly decreased with increasing temperature from 140°C to 160°C, resulting in darker samples. The parameters  $a^*$  and  $b^*$  indicated that the samples were greenish and yellowish with significantly increase in the browning index at 160°C for UF-30. During the drying process, increasing the temperature decreased inulin concentrations, whereas the levels of glucose and fructose increased due to the thermolysis reaction that lead to degradation of inulin chains. The prebiotic activity assay showed that all permeate and retentate samples without encapsulation were metabolized similarly to glucose by the three different bacteria (*Lactobacillus acidophilus* LA-5®, *Bifidobacterium lactis* BB-12® and *Escherichia coli* ATCC 25922). With respect to the atomized samples, the treatments from the UF-30 that were metabolized by the probiotic culture LA-5 seemed to present potential prebiotic activity, since they were metabolized in a manner similar to glucose metabolism.

Keywords: Yacon, fructooligosaccharides, membrane separation process, spray drying, prebiotic activity.

## LISTA DE FIGURAS

### CAPÍTULO 1

<b>Figura 1.</b> Raízes de yacon.....	19
<b>Figura 2.</b> Diferentes formatos e tamanhos das raízes de yacon .....	20
<b>Figura 3.</b> Estrutura química da inulina .....	23
<b>Figura 4.</b> Estrutura química da 1-kestose (GF <sub>2</sub> ), nistose (GF <sub>3</sub> ), frutofuranosil nistose (GF <sub>4</sub> ). .....	25
<b>Figura 5.</b> Benefícios atribuídos aos prebióticos e probióticos.....	28
<b>Figura 6.</b> Esquema ilustrativo da filtração convencional versus tangencial e seus respectivos comportamentos de fluxo e da resistência R <sub>t</sub> causada pela torta em função do tempo .....	31
<b>Figura 7.</b> Representação esquemática do fenômeno de concentração por polarização.....	32
<b>Figura 8.</b> Representação esquemática do processo de UF evidenciando as substâncias que são retidas e permeadas durante o processo.....	34

### CAPÍTULO 2

<b>Figura 1.</b> Representação esquemática do processo de UF. Legenda: (1) tanque de alimentação; (2) bomba; (3) pré-filtro; (4) módulo de membrana; (5) manômetro de entrada; (6) manômetro de saída; (7) válvula de controle de pressão; (8) válvula de bypass .....	45
<b>Figura 2.</b> Compactação das membranas de UF, fluxo do permeado de água em função do tempo a 25°C e $\Delta P=2,5$ bar. UF-10: (■); UF-30: (●).....	52
<b>Figura 3.</b> Fluxo do permeado de água em função da pressão transmembrana a 25°C. UF-10: (■); UF-30: (●) .....	53
<b>Figura 4.</b> Fluxo de permeado do extrato de yacon em função do tempo a 25°C em diferentes pressões empregando as membranas UF-10 (A); UF-30 (B). (▼) 0,5 bar; (▲) 1 bar; (■) 1,5 bar; (●) 2 bar .....	55
<b>Figura 5.</b> Efeito da pressão no fluxo de permeado do extrato de yacon no estado estacionário a 25°C. (●) UF-10; (■) UF-30.....	57
<b>Figura 6.</b> Fluxo de permeado do extrato de yacon durante a ultrafiltração a 25°C. (▲) UF-30, 0,75 bar; (■) UF-10, 1,2 bar .....	58
<b>Figura 7.</b> Fluxo de permeado do extrato de yacon em função do tempo em diferentes valores de temperatura para UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B). (●) 35°C; (■) 25°C; (▲) 15°C .....	59

<b>Figura 8.</b> Efeito da temperatura no fluxo de permeado do extrato de yacon no estado estacionário a 25°C. (●) UF-30, 0,75 bar; (■) UF-10, 1,2 bar.....	60
<b>Figura 9.</b> Fluxo do permeado de água em função da pressão transmembrana a 25°C para as membranas UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B). (●) Fluxo permeado de água da membrana nova após a compactação ( $J_{pi}$ ); (■) Fluxo permeado de água após o procedimento de limpeza ( $J_{pc}$ ); (▲) Fluxo permeado de água após a ultrafiltração com o extrato de yacon ( $J_{pf}$ ).....	62
<b>Figura 10.</b> Efeito da pressão transmembrana sobre as resistências a 25°C, para as membranas UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B). (●) $R_t$ (▼) $R_m$ (■) $R_f$ (▲) $R_c$ .....	65
<b>Figura 11.</b> Efeito da temperatura sobre as resistências a 25°C, para as membranas UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B). (●) $R_t$ (▼) $R_m$ (■) $R_f$ (▲) $R_c$ .....	67

### CAPÍTULO 3

<b>Figura 1.</b> Representação esquemática do processo de UF. Legenda: (1) tanque de alimentação; (2) bomba; (3) pré-filtro; (4) módulo de membrana; (5) manômetro de entrada; (6) manômetro de saída; (7) válvula de controle de pressão; (8) válvula de bypass .....	86
<b>Figura 2.</b> Imagens microscópicas com ampliação $\times 3000$ , do pó atomizado proveniente do permeado da UF-10 à 140°C com 10% de goma arábica (A), 15% de goma arábica (B); 160°C com 10% de goma arábica (C), 15% de goma arábica (D); proveniente do permeado da UF-30 à 140°C com 10% de goma arábica (E), 15% de goma arábica (F); 160°C com 10% de goma arábica (G), 15% de goma arábica (H).....	102
<b>Figura 3.</b> Escore da atividade prebiótica para o crescimento de bactérias: <i>Lactobacillus acidophilus</i> LA-5 (A); <i>Bifidobacterium lactis</i> BB-12 (B); <i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 (C), em diferentes tratamentos. (I) 10% G.A, 140°C; (II) 15% G.A, 140°C; (III) 10% G.A; 160°C; (IV) 15% G.A, 160°C; (V) Permeado sem atomização; (VI) Retido sem atomização; (VII) Glicose. Letras minúsculas diferentes indicam que há diferença significativa ( $p < 0.05$ ), entre os tratamentos para a mesma membrana. Letras maiúsculas diferentes indicam que há diferença significativa ( $p < 0.05$ ) para o mesmo tratamento com relação às duas membranas.....	104

## LISTA DE TABELAS

### CAPÍTULO 1

<b>Tabela 1.</b> Composição química média do yacon em base úmida (g/100g).....	21
<b>Tabela 2.</b> Teores de minerais, vitaminas e polifenóis da raiz do yacon (mg/100g).....	22
<b>Tabela 3.</b> Processos de separação por membranas comerciais .....	32
<b>Tabela 4.</b> Tamanho de poros (nm) e limites de pressão (bar) para as membranas em cada tipo de PSM.....	33
<b>Tabela 5.</b> Principais agentes encapsulantes utilizados em alimentos.....	36

### CAPÍTULO 2

<b>Tabela 1.</b> Características do suco, solução extraída da polpa e do extrato de yacon. pH, sólidos solúveis (° Brix) e conteúdo de açúcares (g/100 g m.s.) .....	50
<b>Tabela 2.</b> <i>Fouling</i> da membrana (%) e a recuperação do fluxo (%) para as membranas UF-10 e UF-30 .....	63
<b>Tabela 3.</b> Concentração de FOS, glicose e frutose em (g.L <sup>-1</sup> ) e retenção observada (%) dos açúcares nas frações de alimentação, permeado e retido no processo de ultrafiltração do extrato de yacon para as membranas UF-10 e UF-30.....	68
<b>Tabela 4.</b> pH e sólidos solúveis (°Brix) na alimentação, permeado e retido de nas membranas UF-10 e UF-30.....	70
<b>Tabela 5.</b> Balanço de massa para o processo de ultrafiltração nas membranas UF-10 e UF-30 nas frações de alimentação, permeado e retido. Massa (g), pureza (%) e rendimento (g.kg <sup>-1</sup> <sub>yacon</sub> ) .....	71

### CAPÍTULO 3

<b>Tabela 1.</b> Condições de secagem do permeado para UF-10 e UF-30 no processo de encapsulação .....	87
<b>Tabela 2.</b> Conteúdo de umidade (g H <sub>2</sub> O/100g m.s) e valores de a <sub>w</sub> do pó encapsulado sob diferentes condições.....	91
<b>Tabela 3.</b> Parâmetros de cor L*, a*, b*, <i>Chroma</i> , <i>Hue</i> e Índice de escurecimento (IE) do pó encapsulado sob diferentes condições.....	95
<b>Tabela 4.</b> Teor de solubilidade (%) do pó encapsulado sob diferentes condições de secagem .....	96
<b>Tabela 5.</b> Higroscopicidade (%) do pó encapsulado sob diferentes condições .....	97

<b>Tabela 6.</b> Concentração de açúcares (g/100 g m.s) no pó encapsulado de permeado do yacon sob diferentes condições .....	99
---	----

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>18</b>
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>19</b>
1.1 YACON ( <i>Smallanthus sonchifolius</i> ) .....	19
1.1.1 Composição química .....	20
1.2 FRUTANOS .....	22
1.2.1 Inulina .....	23
1.2.2 Frutooligossacarídeos .....	25
1.3 ALIMENTOS FUNCIONAIS .....	26
1.3.1 Probióticos .....	26
1.3.2 Prebióticos .....	27
1.3.2.1 Métodos para determinação da atividade prebiótica .....	27
1.4 INATIVAÇÃO ENZIMÁTICA.....	28
1.5 PROCESSOS DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS .....	30
1.5.1 Ultrafiltração .....	33
1.5.2 Aplicações tecnológicas dos PSM .....	34
1.6 ENCAPSULAÇÃO .....	35
1.6.1 <i>Spray drying</i> .....	37
1.6.2 Utilização da inulina como agente encapsulante .....	38
1.7 OBJETIVO GERAL.....	39
1.8 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	39
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>40</b>
Obtenção de frutooligossacarídeos a partir do yacon ( <i>Smallanthus sonchifolius</i> ) pelo processo de ultrafiltração .....	41
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>81</b>
Caracterização do pó obtido do permeado do extrato de yacon ( <i>Smallanthus sonchifolius</i> ) por ultrafiltração e desidratação por <i>spray drying</i> e determinação da atividade prebiótica .....	82
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>119</b>
DISCUSSÃO GERAL.....	120
<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>129</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>130</b>
<b>ANEXO A – PROTOCOLO DE LIMPEZA DAS MEMBRANAS</b> .....	<b>146</b>

## **CAPÍTULO 1**

### **INTRODUÇÃO**

## 1. INTRODUÇÃO

Com o aumento na expectativa de vida da população e crescimento dos custos médicos e hospitalares, a sociedade tem buscado desenvolver novos conhecimentos científicos e tecnológicos, visando modificações importantes no estilo de vida dos indivíduos (ROBERFROID, 2002). Diversos fatores afetam a qualidade de vida, devendo a população conscientizar-se da importância dos alimentos que possam auxiliar a promoção da saúde.

Neste capítulo será apresentada uma revisão da literatura sobre os alimentos funcionais, onde serão abordadas as características do yacon (*Smallanthus sonchifolius*), bem como os benefícios nutricionais da inulina e dos frutooligossacarídeos (FOS), probióticos e prebióticos; também serão abordados uma breve revisão sobre o processo de separação por membranas (PSM) e a encapsulação por *spray drying*.

### 1.1 YACON (*Smallanthus sonchifolius*)

O yacon, mostrado na Figura 1, é uma planta da família *Asteraceae*, originária dos vales andinos, crescendo em altitudes de 1000 a 3500 m (ZARDINI, 1991; KAKIHARA et al., 1996; CAMPOS et al., 2012). Foi introduzida no Brasil, no Estado de São Paulo na década de 90 através de descendentes de japoneses que a plantaram para consumo próprio, mas nos últimos anos vem atraindo o interesse do mundo científico devido ao seu potencial como alimento funcional (GRAU e REA, 1997).



**Figura 1.** Raízes de yacon.

Fonte: Manrique et al. (2005).

A planta pode crescer até 3 m de altura, com sistema radicular composto de 4 a 20 raízes tuberosas comestíveis, podendo variar em formato, tamanho, cor e peso de 100 a 1200 g, de acordo com a Figura 2; possui textura suculenta e sabor doce que lembram a pêra. Apesar de não fazer parte da família da batata, ficou conhecido pelo seu aspecto físico, como batata do yacon (CAZETTA et al., 2005).



**Figura 2.** Diferentes formatos e tamanhos das raízes de yacon.

Fonte: Silva (2007).

No aspecto econômico, a produção de yacon tem sido vista de modo particular pela sua alta produtividade. Enquanto a batata-inglesa e a mandioca produzem cerca de 10 a 20 toneladas por hectare, o yacon alcança até 120 toneladas por hectare (KAKIHARA et al., 1996).

As raízes tuberosas recém-colhidas são insípidas e quando destinadas ao consumo *in natura*, devem ser expostas ao sol por 3 a 5 dias para que ocorra a reação de hidrólise dos frutanos que resulta no aumento do teor de frutose e sacarose livre, tornando-as assim suculentas e doces, sendo, nesta forma, muito apreciadas pela população andina (ZARDINI, 1991). Entretanto, se destinadas ao consumo de diabéticos ou para a obtenção de inulina e frutooligossacarídeos (FOS), devem ser processadas ou consumidas imediatamente após a colheita (SILVA, 2007).

### **1.1.1 Composição química**

A composição química do yacon é muito variável em razão de sua rápida capacidade de perder água e decomposição dos FOS, que variam de acordo com o período em que é retirado do solo, com a sazonalidade, o clima, a altitude, o tipo de solo e o tratamento pós-colheita (GRAEFE et al., 2004).

Na Tabela 1 está apresentada a composição química média das raízes de yacon; o percentual de água das raízes situa-se em torno de 83 a 90% do peso fresco. Devido ao alto conteúdo de água, o valor energético da raiz é baixo (SANTANA e CARDOSO, 2008). Este fator também reduz sua vida útil em condições ambientais para aproximadamente sete dias, visto que os tecidos internos das raízes são muito delicados, característica que os predispõem a sofrer rachaduras ou a romperem-se facilmente durante a colheita, embalagem e transporte (MANRIQUE et al., 2005).

**Tabela 1.** Composição química média do yacon em base úmida (g/100g).

Componentes	Graefe et al., (2004)	Nieto, (1991)	Lachman et al., (2003)
Água	87,30	84,80	81,3
Açúcares	11,0	-	13,8
Proteínas	-	0,56	1,0
Lipídeos	-	0,02	0,1
Fibras	-	3,40	0,9
Cinzas	-	3,50	1,1

(-) Dado não avaliado.

Fonte: GRAEFE et al., (2004); NIETO, (1991); LACHMAN et al., (2003).

As raízes tuberosas apresentam teores significativos de potássio, fósforo e ferro (NIETO, 1991), elevado conteúdo de cálcio, compostos fenólicos derivados de ácido caféico, substâncias antioxidantes como ácido clorogênico e triptofano, e várias fitoalexinas com atividade fungicida e baixo conteúdo de lipídios, vitaminas e outros minerais (TAKENAKA et al., 2003). A Tabela 2 apresenta os teores de minerais, vitaminas e polifenóis da raiz do yacon.

**Tabela 2.** Teores de minerais, vitaminas e polifenóis da raiz do yacon (mg/100g).

Componentes	Nieto, (1991)	Lachman et al., (2003)
Cálcio	12,16	12
Cobre	0,001	-
Ferro	0,015	0,2
Zinco	0,059	-
Fósforo	20	34
Potássio	330	334
Sódio	1,50	0,4
Magnésio	-	8,4
Vitamina B1	-	0,07
Vitamina B2	-	0,31
Vitamina C	-	5,0
$\beta$ -caroteno	-	0,13
Polifenóis	-	203

(-) Dado não avaliado.

Fonte: NIETO, (1991); LACHMAN et al., (2003).

Ao contrário da maioria das espécies vegetais, o yacon não estoca carboidratos em forma de amido, mas sim na forma de frutanos (KAPULER e GURUSIDDIAH, 1994) sendo, portanto menos calórico.

Asami et al. (1989) observaram flutuação no conteúdo de inulina em raízes tuberosas de yacon durante seu desenvolvimento e armazenagem, encontrando que o grau médio de polimerização da inulina aumentou linearmente durante o desenvolvimento, porém após a colheita diminuiu. Segundo Graefe et al. (2004) quando o tubérculo atinge a maturidade, a tendência dos FOS é se degradarem em compostos menores até frutose, sacarose e glicose livres.

## 1.2 FRUTANOS

Os frutanos são polímeros de frutose sintetizados na natureza a partir da sacarose, tendo como diferença sua estrutura molecular e massa molar, podendo ser classificados em três tipos principais: o grupo da inulina, o grupo dos levanos e o grupo ramificado. O grupo da inulina consiste em moléculas que tem em sua maioria ou exclusivamente ligações  $\beta(2\rightarrow1)$  frutossil-frutose. Levanos contêm principalmente ou exclusivamente ligações  $\beta(2\rightarrow6)$  fructossil-frutose. O grupo ramificado tem tanto as

ligações  $\beta(2\rightarrow1)$  e  $\beta(2\rightarrow6)$  frutossil-frutose em quantidades significativas (LEWIS, 1993; MUÑOZ-GUTIÉRREZ et al., 2009).

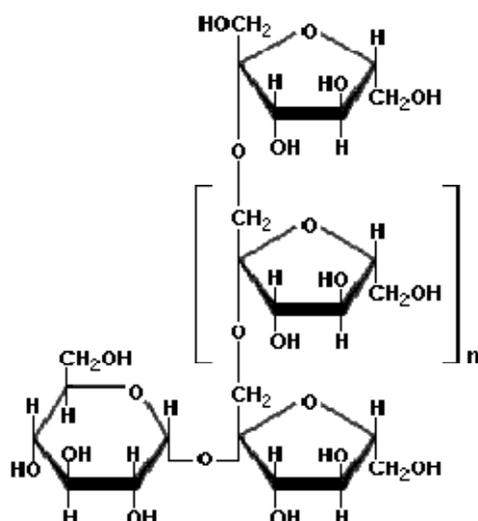
Os frutanos possuem diversificados graus de polimerização (DP), como a inulina que pode apresentar longas cadeias com DP em torno de 50 e os levanos com DP ao redor de 200 (GOTO et al., 1995; AVIGAD e DEY, 1997).

Os levanos são os frutanos produzidos pela excreção de bactérias como as *Pseudomonaceae*, *Enterobacteraceae*, *Streptococcaceae*, *Actinomycetes* e *Bacillaceae* durante sua multiplicação (FRANCK e LEENHEER, 2005). De acordo com Pollock (1986), a estrutura dos levanos tem como base a 6-kestose, onde os resíduos de frutose se unem à molécula de sacarose por ligações  $\beta(2\rightarrow6)$ .

Os frutanos que compõem o grupo ramificado também são provenientes de bactérias, onde o resíduo de glicose se une diretamente aos resíduos de frutose, nas posições 1 e 6. Portanto, o grupo ramificado possui moléculas com ligações  $\beta(2\rightarrow1)$  e  $\beta(2\rightarrow6)$  (MARX et al., 1997).

### 1.2.1 Inulina

A inulina nativa, mostrada na Figura 3, é uma mistura de oligômeros e longas cadeias de polímeros contendo moléculas de diferentes DP, de 2 até 60 unidades, com grau médio de polimerização de aproximadamente 12, geralmente incluindo uma molécula de glicose no final da cadeia ligadas entre si por ligações  $\beta(2\rightarrow1)$  glicosídicas (VILLEGAS e COSTELL, 2007; JUDPRASONG et al., 2011). O termo “nativa” refere-se à inulina que é extraída de raízes frescas (FRANCK e LEENHEER, 2005).



**Figura 3.** Estrutura química da inulina.

Fonte: Delgado et al. 2010.

Na Figura 3,  $n$  corresponde ao número de moléculas de frutose presentes na cadeia. Segundo Carabin e Flamm (1999), a inulina pode dividir-se em dois grupos gerais: a inulina e os compostos a ela relacionados (a oligofrutose e os FOS). As propriedades físico-químicas da inulina estão ligadas ao DP, ou seja, o número de unidades individuais de monossacarídeos que compõem a molécula (MEYER et al., 2011).

Oligofrutose e FOS são termos sinônimos utilizados para denominar a inulina com DP inferior a 10. Seus nomes derivam de oligossacarídeos (carboidratos com menos de 10 subunidades de monossacarídeos) compostos predominantemente de frutose. O termo oligofrutose é mais freqüentemente empregado na literatura para descrever inulinas de cadeia curta, obtidas por hidrólise parcial da inulina, enquanto que o termo FOS tende a descrever misturas de inulina de cadeia curta, sintetizados a partir da sacarose (CARABIN e FLAMM, 1999).

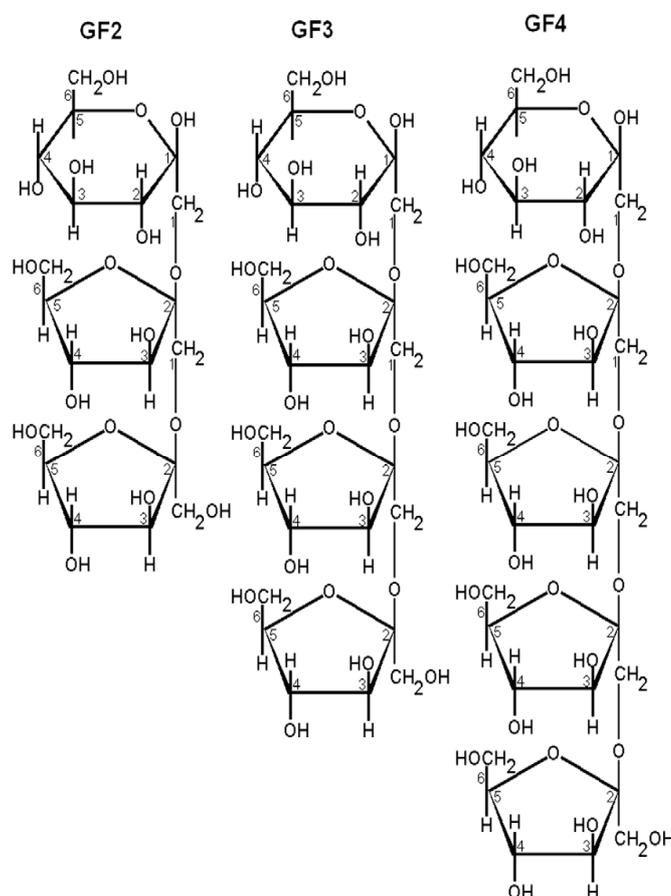
Pela hidrólise enzimática parcial da inulina nativa podem ser obtidas oligofrutoses onde o DP varia de 2 a 7 unidades com um valor médio de 4; alternativamente, os oligômeros com DP abaixo de 10 podem ser separados da inulina nativa por métodos físicos tais como ultrafiltração ou cristalização, permitindo dessa forma também, a separação da inulina de cadeia longa (22 a 25 unidades) (FRANCK, 2002).

Compostos como a oligofrutose e os FOS podem ser utilizados como substituintes de açúcares, pois são muito mais solúveis e doces do que a inulina nativa e de cadeia longa (MEYER et al., 2011), são mais solúveis que a sacarose e fornecem entre 30 – 50% da doçura desta. As oligofrutoses contribuem para encorpar produtos lácteos e melhorar a umectância de produtos de panificação, diminuir o ponto de congelamento de sobremesas congeladas, fornecer crocância a biscoitos de baixo teor de gordura e agir como um aglutinante em barras nutricionais. Deste modo, elas exercem o mesmo papel que a sacarose, mas possuem a vantagem de apresentar menor valor calórico e ainda enriquecer o teor de fibras e outras propriedades nutricionais em alimentos (HAULY e MOSCATTO, 2002).

A inulina com DP maior que 10 é menos solúvel e mais viscosa podendo assim atuar como substituinte de gordura, produzindo sensação similar na boca (MEYER, et al., 2011). A inulina pode ser usada para modificar a textura em produtos lácteos, como em queijos e mousse de chocolate e reforçar a cremosidade de iogurtes com baixo teor de gordura (KAUR e GUPTA, 2002).

## 1.2.2 Frutooligossacarídeos

Frutooligossacarídeos (FOS) são oligossacarídeos de ocorrência natural, principalmente em produtos de origem vegetal (HARTEMINK et al., 1997), tais como alho, cebola, aspargo, trigo, centeio, triticales e alcachofra de Jerusalém (BORNET, 1994). Os FOS são definidos como uma combinação de três açúcares, mostrados na Figura 4, 1-kestose (GF<sub>2</sub>), nistose (GF<sub>3</sub>) e frutofuranosil nistose (GF<sub>4</sub>) em que as unidades frutossiltransferase (F) são ligados na posição β(2→1) da sacarose (GF) (LEWIS, 1993; YUN, 1996).



**Figura 4.** Estrutura química da 1-kestose (GF<sub>2</sub>), nistose (GF<sub>3</sub>), frutofuranosil nistose (GF<sub>4</sub>).

Fonte: PASSOS e PARK, (2003).

Como status legal na maioria dos países, os FOS são considerados ingredientes e não aditivos alimentares. São fibras dietéticas, característica confirmada pelas autoridades legais em vários países, nos Estados Unidos possuem o status GRAS (Generally recognized as safe).

Os FOS são classificados como prebióticos, uma vez que não podem ser hidrolisados nem absorvidos na parte superior do trato digestivo, sendo fermentados seletivamente por bactérias benéficas no cólon (GIBSON e ROBERFROID, 1995). Essa característica faz com que os FOS promovam uma série de benefícios à saúde humana, desde a redução de colesterol sérico até o auxílio na prevenção de alguns tipos de câncer (PASSOS e PARK, 2003).

Esses açúcares não convencionais foram classificados como assistentes da flora amigável do trato intestinal, como *Lactobacillus* e *Bifidobacteria*. Eles melhoram o metabolismo e diminuem o pH do intestino grosso, destruindo bactérias putrefativas. A ingestão diária desses carboidratos pode resultar num aumento de lactobacilos e bifidobactérias no trato intestinal (HARTEMINK et al., 1997).

Devido a essas características, os FOS podem ser utilizados em produtos funcionais que promovam efeito nutricional adicional nas áreas de prebióticos, fibras dietéticas e simbióticos (PASSOS e PARK, 2003).

Os FOS possuem características que permitem sua aplicação em várias áreas. Apresentam cerca de um terço do poder adoçante e solubilidade maior que da sacarose, não cristalizam e não precipitam (YUN, 1996); além disso, podem ser hidrolisados em frutose em condições muito ácidas e em condições de exposição prolongada de temperatura (BORNET, 1994).

### **1.3 ALIMENTOS FUNCIONAIS**

Alimento funcional é definido como sendo aquele alimento ou ingrediente que, além das funções nutritivas básicas, quando consumido como parte da dieta usual, produza efeitos metabólicos e/ou fisiológicos e/ou benéficos à saúde, devendo ser seguro para consumo sem supervisão médica (BRASIL, 1999).

O termo alimento funcional foi introduzido no Japão nos anos 80 e se refere aos alimentos processados contendo ingredientes que ajudam no funcionamento de partes específicas do organismo, além de serem nutritivos (HASLER, 1998).

Estes podem ser classificados em probióticos e prebióticos.

#### **1.3.1 Probióticos**

Probióticos são microorganismos vivos, administrados em quantidades adequadas, que conferem benefícios à saúde do hospedeiro (FAO, 2001).

Alguns estudos científicos propõem uma dose de  $10^8$ - $10^9$  UFC para exercer os efeitos benéficos, que correspondem à ingestão diária de 100 g de um alimento probiótico contendo de  $10^6$ - $10^7$  UFC.g<sup>-1</sup> (BLANCHETTE et al., 1996).

Probióticos incluem principalmente lactobacilos e bifidobactérias. Esta microbiota deve estar presente no intestino de indivíduos saudáveis e seu consumo em produtos lácteos fermentados afeta favoravelmente a saúde humana (REID et al., 2003).

A seleção de bactérias probióticas tem como base os seguintes critérios preferenciais: o gênero ao qual pertence à bactéria, serem de origem humana, apresentarem estabilidade frente a ácidos e à bile, a capacidade de aderir à mucosa intestinal e de colonizar, ao menos temporariamente, o trato gastrointestinal humano, a capacidade de produzir compostos antimicrobianos e serem metabolicamente ativas no intestino. Outros critérios fundamentais são: a segurança para uso humano, histórico de não patogenicidade e não estarem associadas a outras doenças, tais como endocardite, além da ausência de genes determinantes da resistência aos antibióticos (SAARELA et al., 2000).

Conforme Fuller (1989), os efeitos benéficos dos probióticos à saúde humana estão relacionados ao controle das infecções intestinais, diminuição dos níveis de colesterol (LDL), estímulos do sistema imunológico (produção de anticorpos e atividade fagocítica contra microorganismos patógenos), melhora no trânsito intestinal, principalmente àquelas pessoas com problemas de constipação, melhora na absorção de nutrientes, melhor digestibilidade da lactose e ao caráter anticarcinogênico.

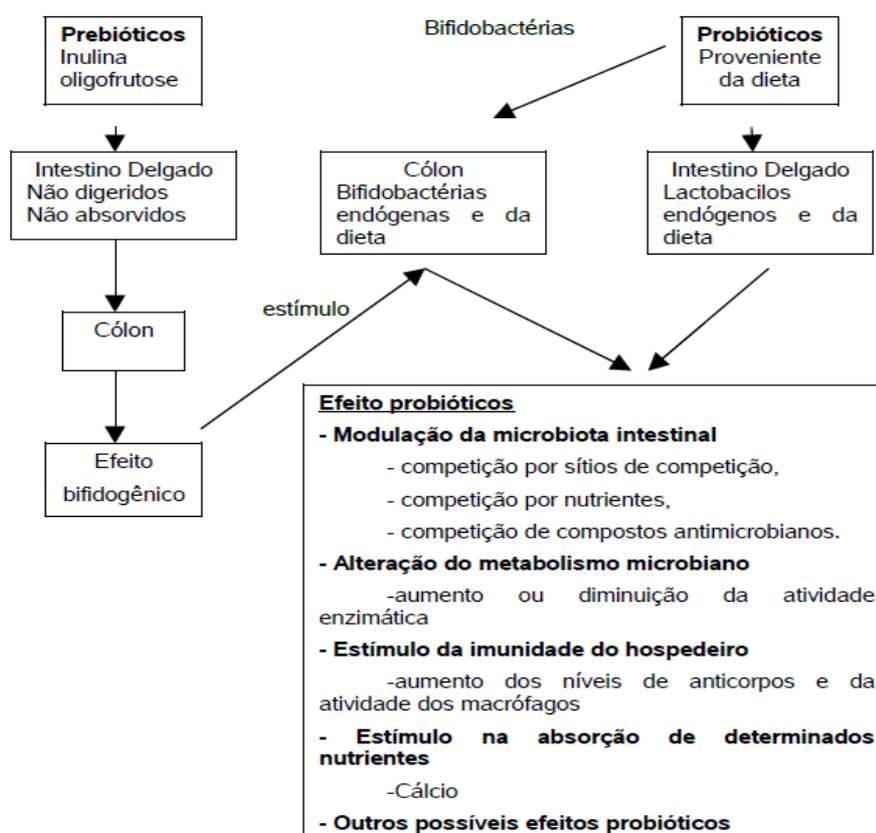
### **1.3.2 Prebióticos**

Prebióticos são componentes alimentares não digeríveis que beneficiam a proliferação ou atividade de bifidobactérias e lactobacilos no cólon, podendo inibir a multiplicação de patógenos, garantindo melhora à saúde do hospedeiro. Esses componentes atuam mais frequentemente no intestino grosso, embora eles possam ter também algum impacto sobre os microrganismos do intestino delgado (GIBSON e ROBERFROID, 1995).

Pesquisas demonstram que a suplementação de prebióticos (inulina e oligofrutose) estimula o predomínio de bifidobactérias no cólon (fator bifidogênico), resultando no estímulo do sistema imunológico, melhorando os efeitos de constipação, reduzindo o risco de osteoporose devido ao aumento na absorção do cálcio, com a provável diminuição do risco de aterosclerose pela diminuição da síntese de triglicerídeos e ácidos graxos no fígado e a nível sanguíneo (KAUR e GUPTA, 2002).

Conforme Roberfroid (1993), quando a frutose se encontra ligada, como nas oligofrutoses, 40% é convertido em biomassa bacteriana, 5% em CO<sub>2</sub>, 40% em ácidos graxos de cadeia curta e 15% em lactato, sendo que 90% destes metabólitos é absorvido no sangue. O metabolismo destes compostos no fígado produz 14 mols de ATP, que correspondem a 35% do conteúdo calórico da frutose livre. Isto conduz a um valor calórico de 1,4 kcal.g<sup>-1</sup> de oligofrutoses.

A Figura 5 apresenta os principais benefícios atribuídos aos prebióticos e probióticos.



**Figura 5.** Benefícios atribuídos aos prebióticos e probióticos.

Fonte: SAAD, (2006).

### 1.3.2.1 Métodos para determinação da atividade prebiótica

Huebner et al. (2007) estabeleceram uma contagem quantitativa para descrever o grau em que os prebióticos (FOS, inulina e galactooligossacarídeo) apóiam a multiplicação seletiva de lactobacilos e bifidobactérias. Os ensaios de atividade prebiótica foram baseados na modificação da biomassa celular após 24 horas de multiplicação da cepa probiótica em 1% prebiótico ou 1% de glicose em relação à alteração de biomassa celular de cepas entéricas (*Escherichia coli*) cultivadas sob as mesmas condições. A

partir dos dados de biomassa, um escore de atividade prebiótica foi calculado para cinco culturas de lactobacilos e cinco de bifidobactérias através da enumeração das amostras em 0, 24 e 48 h após a incubação, em ágar Man Rogosa Sharpe (MRS) para lactobacilos e bifidobactérias e ágar Triptona de Soja (TSA) para *E. coli*.

Huebner et al. (2008) determinaram a estabilidade funcional do prebiótico frutooligossacarídeo (FOS) e inulina através de ensaios de atividade prebiótica. Os ensaios foram realizados com base na modificação da biomassa celular de *Lactobacillus paracasei* 1195 em relação à prebióticos comerciais (NutraFlora P-95, Raftilose P95, Inulin-S, Raftiline HP) e *Escherichia coli*, em condições equivalentes. Os prebióticos foram dissolvidos em soluções tampão de citrato-fosfato (10% de FOS ou 2% de inulina) e, em seguida, expostos a cada um de três tratamentos, simulando as condições de processamento de alimentos: baixo pH (pH 3-6), calor a um pH baixo (30 min a 85°C, pH 4-7) e as condições de reação de Maillard (até 6 h a 85°C com 1% de glicina, pH 7). Densidades celulares foram determinadas com base na densidade óptica (DO) à 600 nm.

No trabalho de Wichienchot et al. 2010 foram utilizados oligossacarídeos mistos obtidos a partir da pitaita branca e inulina (prebiótico) como fonte de carbono para a multiplicação de duas cepas probióticas (*Bifidobacterium bifidum* NCIMB 702715 e *Lactobacillus delbrueckii* BCC 13296). Inóculo de *L. delbrueckii* BCC 13296 foi preparado por cultura em caldo MRS a 37°C durante 24 h. Um mililitro de solução de amostra foi preparada (1% p/v) e adicionado ao caldo MRS (3 mL), 1 mL de inóculo também foi adicionado para se obter uma concentração final de  $10^8$  células/mL. A cultura foi incubada a 37°C durante 48 h em condições anaeróbicas. Enumerações das colônias foram realizadas em 0, 24 e 48 h pela contagem direta padrão usando um hemocitômetro. *B. bifidum* 702715 foi sub-cultivado em Reinforced Clostridial Médio (RCM) a 37°C, 24 h antes de ser utilizado como inóculo. Um mililitro da solução de amostra foi preparada (1% p/v) e adicionou-se asepticamente a RCM (3 mL) em condições anaeróbicas, 1 mL de inóculo também foi adicionado. O cultivo foi realizado sob condições anaeróbicas a 37°C durante 72 h. Contagens foram realizadas em 0, 24, 48 e 72 h para a enumeração de bactérias por contagem direta padrão.

#### **1.4 INATIVAÇÃO ENZIMÁTICA**

O branqueamento é um tratamento térmico utilizado no processamento de vegetais para inativar enzimas indesejáveis, podendo ainda facilitar a remoção do ar do interior do alimento, causar destruição parcial de microrganismos, melhorar a textura e acentuar a coloração. Esse tratamento térmico deve ser rápido, de preferência em meio

úmido (vapor ou água quente) para proporcionar aquecimento uniforme e altas taxas de transferência de calor (CRUZ et al., 2006).

O escurecimento enzimático observado quando a maioria das frutas e dos vegetais é amassada, cortada ou triturada, é oriunda de reações catalisadas pela enzima polifenoloxidase (PPO). A ação dessa enzima em diversas frutas e vegetais *in natura* acarreta perdas econômicas consideráveis, além de diminuição da qualidade nutritiva e alteração do sabor (LUÍZ et al., 2007).

A peroxidase é uma oxidoreductase envolvida no escurecimento enzimático, pois utiliza o peróxido de hidrogênio para oxidar seus substratos além da oxidação de uma variedade de compostos orgânicos e inorgânicos (HAMID e REHMAN, 2009), promovendo uma grande variedade de reações de biodegradação e com isso apresenta um alto grau de versatilidade. Logo, a atividade da peroxidase em muitas indústrias de alimentos é utilizada como índice de branqueamento (LING e LUND, 1978).

A inativação enzimática, através do tratamento térmico, é uma das soluções encontradas pela indústria alimentícia, sendo esse recurso utilizado principalmente na conservação do produto, em seu período de elaboração e armazenamento (LUÍZ et al., 2007).

A presença de compostos fenólicos, como o ácido clorogênico e o L-triptofano, tornam as raízes do yacon susceptíveis ao escurecimento enzimático, causado pela enzima polifenoloxidase (PPO) (YAN et al., 1999). Nesta reação ocorre a formação da melanina (pigmento escuro), proveniente da polimerização oxidativa de quinonas, que deprecia a qualidade do produto. O controle dessa reação pode ser feito pela inativação da enzima, pelo calor ou pelo uso de agentes redutores como o ácido ascórbico (SCHWEIGGERT et al., 2005).

Fante e Noreña (2012) relatam que prolongado branqueamento em água quente conduz a uma série de alterações indesejáveis nos alimentos, incluindo perdas de sabor, cor e textura. A maioria dos nutrientes é solúvel em água, resultando em uma maior perda durante o branqueamento com água quente do que durante branqueamento com vapor (SCHWEIGGERT et al., 2005).

Quinteros (2000) realizou branqueamento do yacon com água fervente por 10 minutos e observou uma redução média de 35% no valor de sólidos solúveis (°Brix); utilizando tratamento com vapor, a redução foi menor que 10%.

As enzimas peroxidase (PER), polifenoloxidase (PPO) e inulinase podem ser inativadas com o uso desses tratamentos, controlando o tempo e temperatura para a melhor inativação (SCHWEIGGERT et al., 2005). A enzima inulinase deve sofrer inativação quando se deseja manter a integridade da inulina, a perda de atividade da

inulinase é obtida em temperaturas superiores a 70°C onde a atividade catalítica é destruída, mantendo desta forma a integridade da inulina (SHARMA et al., 2006).

Fante e Noreña (2012) estudaram o branqueamento do alho com vapor a 100°C e água quente a 80 e 90°C. As melhores condições de branqueamento foram em vapor e em água a 90°C durante 4 minutos, e em água a 80°C durante 6 minutos relatando que as atividades enzimáticas foram reduzidas em 93,53%, 91,96% e 89,77% para polifenoloxidase, 92,15%, 89,79% e 77,4% para peroxidase e 81,96%, 78,51% para 74,66% inulinase, respectivamente; estes resultados corresponderam a 3,72%, 24,88% e 25,58%, da perda de inulina respectivamente.

## 1.5 PROCESSO DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS

Os processos de separação por membranas (PSM) são operações que utilizam membranas no fracionamento de misturas, soluções e suspensões envolvendo espécies de tamanho e natureza química diferentes.

A tecnologia de separação por membranas tem se desenvolvido muito nos últimos anos, pois apresenta características únicas em relação aos processos convencionais e industriais de separação tais como destilação, centrifugação, extração com solventes, etc (HABERT et al., 2006).

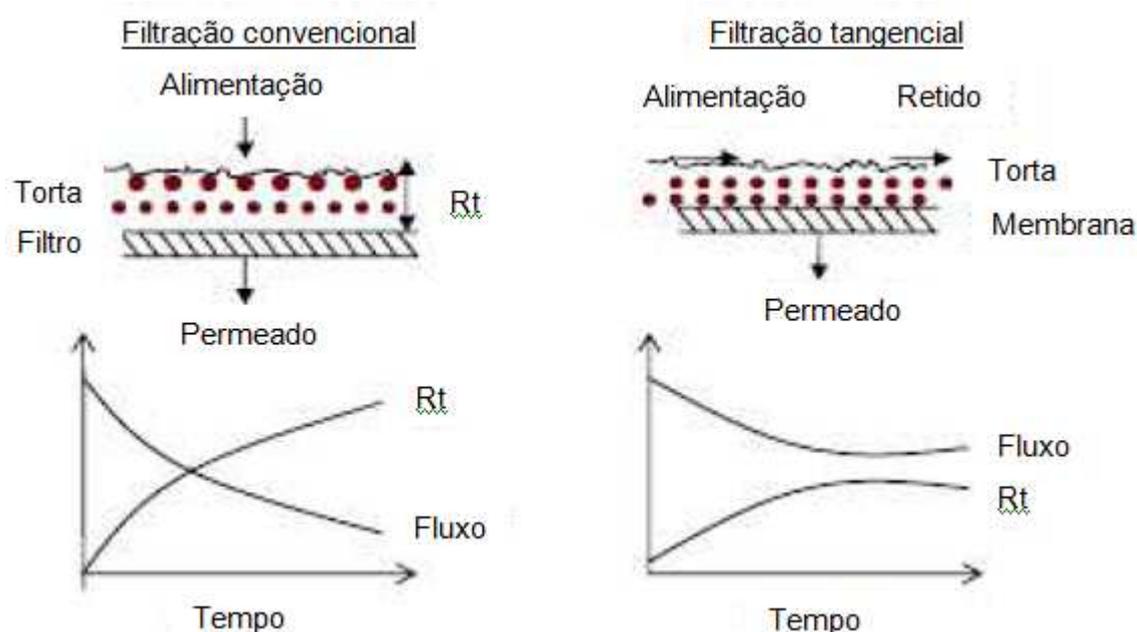
Habert et al. (2006), afirmam que este processo baseia-se no princípio de que os componentes de misturas líquidas ou gasosas, de acordo com suas características moleculares, podem permear seletivamente através de uma membrana, porém para que ocorra o transporte é necessária a existência de uma força motriz, tais como o gradiente de potencial químico e/ou de potencial elétrico. Como os processos são em geral isotérmicos, o gradiente de potencial químico pode ser expresso em termos dos gradientes de pressão ou concentração.

Os PSM são hoje sistemas consolidados em diversos setores produtivos, uma vez que o processo de separação não envolve calor e nenhuma mudança de fase ou uso de agentes químicos (CASSANO et al., 2007). Esta tecnologia também se destaca pela sua seletividade, simplicidade de operação e escalonamento e por ser energeticamente econômica. Além disso, a separação pode ser realizada continuamente e não é necessário o acréscimo de aditivos (CASTRO et al., 2007).

A membrana é definida como uma interface ou uma barreira semi-seletiva que separa duas fases (permeado e retido) e restringe, total ou parcialmente, o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nestas fases. Elas podem ainda apresentar inúmeras características podendo ser naturais ou sintéticas, neutras ou carregadas, espessas ou finas, estrutura simétrica ou assimétrica, com mecanismo de transporte ativo

ou passivo (MULDER, 1996). Em função da morfologia da membrana e do tipo de força motriz empregada, o transporte das diferentes espécies na membrana pode ocorrer pelo mecanismo de convecção ou difusão (HABERT et al., 2006).

O tipo de filtração (Figura 6) pode ser convencional, onde a solução permeia perpendicularmente à membrana formando uma única corrente de saída (*dead end filtration*) e com isso os solutos e os materiais em suspensão ficam retidos na superfície da membrana, já na filtração tangencial a alimentação escoia paralelamente à membrana (*Crossflow filtration*) originando duas correntes, permeado e retido, e possibilitando que a fração retida retorne ao tanque de alimentação, sendo recirculada (MULDER, 1996; HABERT et al., 2006).



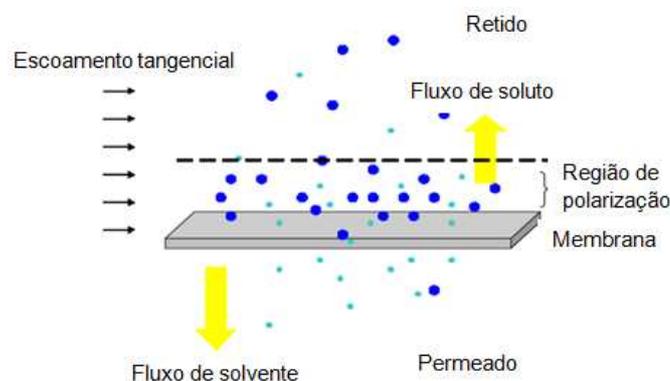
**Figura 6.** Esquema ilustrativo da filtração convencional versus tangencial e seus respectivos comportamentos de fluxo e da resistência ( $R_t$ ) causada pela torta em função do tempo.

Fonte: CHERYAN, (1998).

Dentre os processos de membranas, os que mais se destacam é a osmose inversa (OI), a ultrafiltração (UF), a nanofiltração (NF), a microfiltração (MF), a eletrodialise e a pervaporação. A eficiência de uma membrana é determinada essencialmente por dois parâmetros: seletividade e permeabilidade (MULDER, 1996).

Estes PSM apresentam algumas limitações, como o fenômeno de polarização por concentração (Figura 7) e o *fouling*. O primeiro, é um fenômeno de camada limite, ocorre nos primeiros minutos do processo e é caracterizado pelo aumento da concentração de

solutos próximo à superfície da membrana, dificultando a permeação do solvente e resultando na diminuição do fluxo permeado, este fenômeno é reversível. Porém, o *fouling* é consequência do declínio do fluxo permeado, resultante do entupimento dos poros da membrana e pode ser um fenômeno irreversível dependendo da situação (WU, 1990).



**Figura 7.** Representação esquemática do fenômeno de concentração por polarização.

Fonte: ALVES, (2006).

A Tabela 3 apresenta os PSM comerciais indicando suas principais características, força motriz e exemplos de aplicações.

**Tabela 3.** Processos de separação por membranas comerciais.

Processo	Material Retido	Material que Permeia	Aplicações
Microfiltração (MF)	Material em suspensão, bactérias. MM>500 kDa (0,01µm)	Água e sólidos dissolvidos	Esterilização bacteriana; clarificação de vinhos e cervejas, concentração de células
Ultrafiltração (UF)	Colóides, macromolécula. MM>5000 Da	Água (solvente), sais solúveis de baixa massa molar	Fracionamento/ concentração de proteínas, recuperação de pigmentos/ óleos
Nanofiltração (NF)	Moléculas de massa molar média 500<MM<2000 Da	Água, sais e moléculas de baixa massa molar	Purificação de enzimas; biorreatores
Osmose Inversa (OI)	Todo material solúvel ou em suspensão	Água (solvente)	Dessalinização e desmineralização de águas; concentração de suco de frutas

MM: massa molar.

Fonte: Adaptado de HABERT et al. (2006).

A Tabela 4 apresenta a faixa de tamanhos de poros das membranas para os diversos tipos de PSM e os limites de pressão para cada processo.

**Tabela 4.** Tamanho de poros (nm) e limites de pressão (bar) para as membranas em cada tipo de PSM.

PSM	Tamanho de poros (nm)	Limites de pressão (bar)
Microfiltração	50 – 10000	0,1 – 0,2
Ultrafiltração	1 – 100	1,0 – 5,0
Nanofiltração	<1	5,0 – 20
Osmose inversa	Sem poros	10 – 100

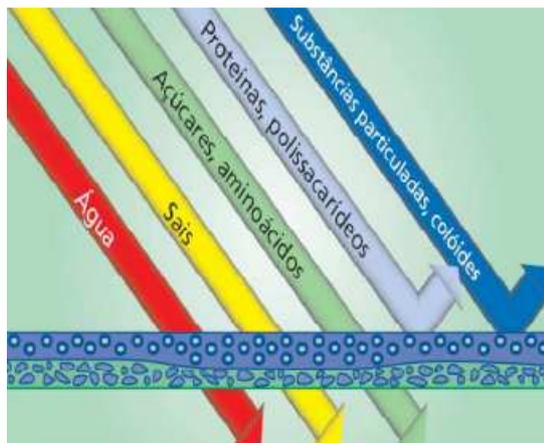
Fonte: MULDER, 1996.

### 1.5.1 Ultrafiltração

A ultrafiltração (UF) é um processo intermediário entre a osmose inversa (OI) e a microfiltração (MF) que tornou-se uma ferramenta de separação promissora em muitos processos industriais, sendo aplicada principalmente no fracionamento e concentração de substâncias (CHERYAN, 1998; SUSANTO e ULBRICHT, 2009).

Uma importante diferença entre as membranas utilizadas nos processos de UF em relação às membranas de MF é a estrutura assimétrica, com tamanho de poro e porosidade da superfície menores, o que gera maior resistência à passagem do permeado (SCOTT, 1995). As membranas comerciais mais utilizadas são preparadas a partir de polissulfona e poliétersulfona e os módulos mais empregados são de membranas tipo espiral e fibra oca. Por esse motivo, elas podem reter de maneira distinta solutos de massas molares diferentes sendo normalmente especificadas através de seu ponto de corte nominal ou MWCO, que designa a massa molar do menor componente que será retido com eficiência de pelo menos 95% (MODLER, 2000).

As membranas de UF apresentam poros na faixa entre 1 e 100 nm e o processo utiliza o gradiente de pressão como força motriz, sendo que as diferenças de pressão através da membrana variam de 1 a 5 bar. Soluções contendo solutos na faixa de massa molar de  $10^3$ - $10^6$  Dalton podem ser tratadas por este processo (HABERT et al., 2006). A Figura 8 apresenta as principais substâncias que podem ser separadas através da ultrafiltração.



**Figura 8.** Representação esquemática do processo de UF evidenciando as substâncias que são retidas e permeadas durante o processo.

### 1.5.2 Aplicações tecnológicas dos PSM

Os processos baseados em separação por membranas têm ganhado importância como técnicas para a purificação de oligossacarídeos presentes nos carboidratos (LI e CHASE, 2010), devido a que uma das principais aplicações é para o consumo humano, a purificação deste produto é um requisito indispensável (PINELO et al., 2009).

Urano et al. (1997) estudaram a separação por membranas de nanofiltração (G5, G10, G20 e G50 com a rejeição nominal de sal de 65, 30, 10 e 3%, respectivamente) para soluções de oligossacarídeos, desenvolvendo sistemas de purificação de oligossacarídeos extraídos da alcachofra de Jerusalém (*Helianthus tuberosus L.*), observando que o fluxo de permeado ( $J_p$ ) aumentou linearmente com a pressão, enquanto que a retenção observada ( $R_{obs}$ ) aumentou com a massa molar do oligossacarídeo.

A purificação de uma mistura de oligossacarídeos comerciais (GF2, GF3 e GF4) pela tecnologia de NF foi estudado por Li et al. (2004) por diafiltração (diluição do sistema com água) com volume variável e com volume constante, obtendo pureza de 90%.

Gibertoni et al. (2006) avaliaram a separação da inulina, a partir de suco de yacon clarificado, empregando membranas cerâmicas de micro e ultrafiltração com tamanho de poro nominal e massa molar de corte de 0,14  $\mu\text{m}$  e 50 kDa respectivamente, sendo que nas condições experimentais utilizadas, não foi possível a purificação da inulina de maior grau de polimerização, devido aos tamanhos de poros das membranas empregadas serem maiores do que o tamanho dos FOS a serem purificados.

Kamada et al. (2002b) avaliaram a eficácia da combinação de UF e NF na purificação e concentração de FOS das raízes de yacon. Na primeira etapa de UF, foram utilizadas membranas de polissulfona com massa molar de corte de 20 kDa, a taxa de escoamento foi de 6 L/min e pressão transmembrana de 5,2 bar. Essa etapa teve o objetivo de reter moléculas grandes, como proteínas e outros materiais em suspensão. Para o processo de NF, foram utilizadas membranas de poliamida, com taxa de escoamento de 6,2 L/min e pressão transmembrana de 50 bar, essa etapa foi necessária para reter os oligossacarídeos e permear açúcares livres e sais. Ao final dos dois processos, foram obtidos FOS com 98 % de pureza.

Alles (2012) avaliou a tecnologia de separação por membranas para concentração e purificação dos FOS a partir de um extrato obtido da raiz de yacon, mediante o emprego de UF e NF, com e sem utilização de diafiltração (DF) descontínua. A UF teve como objetivo clarificar o extrato de yacon, removendo partículas em suspensão de alta massa molar e recolhendo os açúcares no permeado. A NF do permeado, obtido previamente por UF, foi realizada para remover os sais e açúcares simples e concentrar os FOS no retido. Após o processo combinado de UF-NF, os FOS recuperados no retido da nanofiltração alcançaram pureza de 19,75%.

## 1.6 ENCAPSULAÇÃO

A encapsulação é um processo no qual minúsculas porções de ingredientes ativos de gás, líquidos ou sólidos são empacotados dentro de um material (gomas, carboidratos, proteínas, entre outros) com o objetivo de protegê-los das condições adversas do meio, tais como luz, umidade, oxigênio e interações com outros compostos, estabilizando o produto e aumentando a sua vida útil (SHAHIDI e HAN, 1993). O material encapsulado é denominado recheio ou núcleo e o material que forma a barreira de cápsula, encapsulante, cobertura ou parede (RÉ, 1998).

As cápsulas podem ser classificadas como macro (>5000  $\mu\text{m}$ ), micro (0,2-5000  $\mu\text{m}$ ) e nano (<0,2  $\mu\text{m}$ ) (BAKER, 1986). Quanto à sua forma, podem ser idealmente esféricas, embora seu formato seja influenciado pela estrutura original do ingrediente (SHAHIDI e HAN, 1993; RISCH e REINECCIUS, 1995).

De acordo com Reineccius (1991) e Pszczola (1998), os objetivos da encapsulação são:

- a. reduzir o impacto de fatores ambientais (luz, umidade, temperatura, entre outros) no núcleo, retardando alterações que podem resultar em perda de aroma, alteração de cor ou perda do valor nutricional;
- b. separar componentes reativos ou incompatíveis;

- c. reduzir ou controlar a taxa de migração do material do núcleo para o ambiente externo;
- d. mascarar compostos de sabor indesejável;
- e. promover melhor solubilidade do núcleo e melhor incorporação em sistemas secos.

Favaro-Trindade et al. (2008) destacam que o passo inicial para a encapsulação de ingredientes alimentícios é a seleção de um material de cobertura adequado. Os principais agentes encapsulantes utilizados em alimentos, estão descritos na Tabela 5.

**Tabela 5.** Principais agentes encapsulantes utilizados em alimentos.

Classe	Encapsulante
Gomas	Goma arábica, alginato de sódio, carragena e goma xantana.
Carboidratos	Amido, maltodextrinas, xarope de milho.
Lipídeos	Cera, parafina, ácido esteárico, mono e diglicerídeos, óleos, óleos solidificados, gorduras.
Celulose	Carboximetilcelulose, metil e etil celulose, acetil celulose, nitrocelulose.
Proteínas	Glúten, caseína, gelatina, albumina, peptídeos.

Fonte: JACKSON e LEE (1991).

A goma arábica ou goma acácia é um exsudado vegetal natural de acácias, com estrutura complexa altamente ramificada, a sua cadeia principal é composta por unidades de D-galactopiranosse unidas através de ligações  $\beta$ -D-glicosídicas (1→3). As cadeias laterais com estruturas químicas diferentes estão ligadas à cadeia principal por ligações  $\beta$ (1→6) (VERBEKEN et al., 2003). Fonte nativa de fibra solúvel, apresenta propriedades nutricionais excepcionais com benefícios à saúde, como seu efeito prebiótico, sua alta tolerância digestiva e seu impacto benéfico no índice glicêmico do produto final; possui baixo valor calórico e por ser não-cariogênica a torna adequada a diversas formulações de alimentos funcionais (bebidas, barras de cereais, produtos extrusados, etc.) (ALI et al., 2009). Trata-se de um excelente emulsificante, com baixa higroscopicidade, baixa viscosidade e aroma suave, que proporciona boa retenção de voláteis durante a secagem (REINECCIUS, 1989).

### 1.6.1 *Spray drying*

A escolha do método de encapsulação para uma aplicação específica depende de uma série de fatores, como: tamanho de partículas requerido, propriedades físicas e

químicas do núcleo e da parede, aplicação do produto final, mecanismos desejados de liberação, escala de produção e custos (RÉ, 1998).

A secagem por atomização é uma técnica que utiliza um equipamento denominado atomizador ou *spray dryer* que consiste basicamente de uma câmara, geralmente cônica, na qual o material a ser desidratado é introduzido por aspersão sob pressão, por meio de bicos atomizadores, resultando em microgotículas. Estas, ao entrar em contato com o ar quente que supre o calor necessário à evaporação, formam microesferas. Em seguida, ocorre a separação do produto seco do ar de saída, sendo aquele recolhido em um compartimento. Esse processo produz partículas esféricas devido à suspensão livre das gotículas líquidas no meio gasoso. As partículas formadas podem ser sólidas ou porosas, dependendo das características do material utilizado e das condições de secagem (SHAHIDI e HAN, 1993).

Apesar de ser uma técnica que utiliza altas temperaturas, é considerada apropriada para a secagem de produtos termosensíveis, pois a evaporação da água ocorre tão rapidamente durante o processo que não consegue afetar a qualidade do material ativo (RÉ, 2000).

As microcápsulas produzidas por atomização apresentam uma estrutura amorfa em estado vítreo, com uma permeabilidade mínima aos componentes que serão encapsulados em seu interior. Nos processos de secagem, a presença de açúcares ou polímeros no sistema de encapsulação diminui a atividade de água. Essa redução aumenta a temperatura de transição vítrea, resultando em uma matriz impermeável aos compostos orgânicos e ao oxigênio; no entanto a permeabilidade à água permanece limitada. Esta difusão seletiva é a base para a encapsulação utilizando a atomização (KAREL e FLINK, 1983).

Os materiais de parede normalmente empregados em *spray dryer* são a goma arábica, os amidos modificados e os amidos hidrolisados (maltodextrinas). Todos possuem o requisito de baixa viscosidade a altas concentrações, sendo que as maltodextrinas não possuem propriedades emulsificantes e, portanto, são normalmente combinadas com outros materiais (REINECCIUS, 1989).

### **1.6.2 Utilização da inulina como agente encapsulante**

Diversos autores têm estudado o comportamento da inulina como agente encapsulante. Barreiros (2009) estudou a inulina, como matriz encapsulante de compostos aromáticos, através dos processos de secagem por liofilização e atomização. Os ensaios efetuados mostraram que o processo de atomização foi o mais eficaz na formação de cápsulas de inulina. O diâmetro médio das partículas formadas variou entre

3 e 5  $\mu\text{m}$  e foi observado que o diâmetro diminuiu à medida que o grau de polimerização aumentou.

A microencapsulação do extrato aquoso e alcoólico de inulina das raízes de chicória em ágar foi estudado por Dobre et al. (2008). As cápsulas resultantes apresentaram tamanho de partículas entre 400-800  $\mu\text{m}$ .

Saéñz et al. (2009) estudaram o microencapsulamento por *spray drying* de compostos bioativos da polpa e extratos etanólicos do figo da Índia, utilizando como agente encapsulante a inulina e temperatura do ar de entrada de 120°C com proporções polpa-inulina e extrato etanólico-inulina, de 3:1 e 5:1, respectivamente.

Toledo et al. (2008) estudaram o efeito da umidade na microestrutura da inulina em pó, obtida por atomização a 210°C, separada a partir de raízes de chicória.

O processo de obtenção de inulina em pó a partir da chicória foi analisado por Nogueira (2002), estudando simultaneamente o efeito da temperatura de atomização (116°C, 130°C, 165°C, 200°C e 214°C) e a adição de agentes encapsulantes (amido hidrolisado e amido modificado) em concentrações de 4,36%, 15%, 25,64% e 30% sendo que as soluções atomizadas a 130°C originaram partículas esféricas de diversos tamanhos e com superfícies enrugadas, em que o aumento da temperatura para 200°C originou a formação de partículas igualmente esféricas, porém de superfície mais homogênea e menos enrugada.

## 1.7 OBJETIVO GERAL

O presente trabalho visou estudar a separação dos frutooligossacarídeos a partir das raízes do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) pelo método de separação de membranas por ultrafiltração, assim com obtenção e avaliação do produto em pó pelo método de secagem por atomização.

## 1.8 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Estudar a separação dos frutooligossacarídeos a partir das raízes do yacon utilizando o método de separação por membranas por ultrafiltração;

Empregar duas membranas de ultrafiltração com diferentes massas molares de corte, de 10 e 30 kDa, para a remoção de partículas em suspensão de alta massa molar e recolhimento dos açúcares no permeado;

Avaliar o efeito da pressão transmembrana (0,5, 1, 1,5 e 2 bar) e o efeito da temperatura (15, 25 e 35°C) no processo de ultrafiltração a fim de maximizar o fluxo e minimizar o *fouling* e a formação de concentração por polarização;

Estudar a secagem da solução permeada de yacon, proveniente do processo de separação por membranas, pelo método de atomização a 140 e 160°C, utilizando goma arábica como agente encapsulante nas concentrações de 10 e 15%;

Determinar a atividade prebiótica no permeado e retido de yacon e no produto em pó atomizado;

Analisar os açúcares glicose, frutose e inulina no permeado e retido proveniente do processo de separação por membranas e no produto em pó;

Realizar análises físico-químicas e estruturais no produto em pó atomizado.

Para a execução e cumprimento dos objetivos gerais e específicos deste trabalho de dissertação, foram apresentados os resultados obtidos na forma de dois artigos científicos.

- Obtenção de frutooligossacarídeos a partir do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) pelo processo de ultrafiltração.
- Caracterização do pó obtido do permeado do extrato de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) por ultrafiltração e desidratado por *spray drying* e determinação da atividade prebiótica.

Apresenta-se também, uma discussão geral ao final do trabalho, onde se retoma de forma resumida os resultados obtidos nos dois artigos.

## CAPÍTULO 2

### **Obtenção de frutooligossacarídeos a partir do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) pelo processo de ultrafiltração**

Artigo a ser formatado e submetido para publicação na revista *Journal of Membrane Science*.

## **Obtenção de frutooligossacarídeos a partir do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) pelo processo de ultrafiltração**

Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Laboratório de Engenharia e Processos em Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil, Av. Bento Gonçalves, nº9500, Prédio 43.212, CEP 91501-970.

**Resumo:** O objetivo deste trabalho foi estudar a separação de frutooligossacarídeos (FOS) do extrato de yacon utilizando o processo de separação por membranas por ultrafiltração com membranas de 10 e 30 kDa. Também foram avaliadas as resistências total ( $R_t$ ), da membrana ( $R_m$ ), do *fouling* ( $R_f$ ) e da polarização por concentração ( $R_c$ ) durante o processo de separação. As pressões de separação empregadas foram de 1,2 bar e 0,75 bar para a UF-10 e UF-30, respectivamente. Observou-se que o fluxo de permeado aumentou com o aumento da pressão de 0,5 a 2 bar e com a temperatura de 15 a 35°C. Os valores das resistências mostraram um leve incremento com o aumento da pressão, porém com o aumento da temperatura os valores de  $R_f$  e  $R_c$  diminuíram, enquanto que  $R_t$  e  $R_m$  não mudaram. As porcentagens de formação de *fouling* na membrana foram de 61,24% e 57,33% para a UF-10 e UF-30, sendo reversível após o procedimento de limpeza com solução básica e ácida, obtendo-se altas porcentagens de recuperação do fluxo de 76,46% para UF-10 e 83,56% para UF-30. Os valores de retenção de FOS foram de 24,48% e 6,49% nas membranas UF-10 e UF-30, correspondendo a 24% e 18,4% de pureza.

Palavras-chave: Yacon, frutooligossacarídeos, ultrafiltração, resistência, pureza.

## 1. INTRODUÇÃO

Nos dias de hoje, está cada vez mais evidente a procura da população por alimentos que além de promoverem o bem-estar, possam atuar na melhoria da saúde diminuindo os riscos de doenças. Com isso, o alimento que por muitos anos foi somente considerado como fonte de nutrientes necessários à manutenção da vida, tornou-se objeto de estudos que o relacionem à prevenção de doenças e melhora da função de órgãos e tecidos.

Neste contexto, encontra-se o yacon (*Smallanthus sonchifolius*), uma planta originária das regiões andinas, pertencente à família *Asteraceae* [1-6]. Suas raízes tuberosas são semelhantes a batatas doces em aparência, possuem gosto doce e polpa crocante, sendo bastante consumidas na forma *in natura*. O percentual de água das raízes situa-se em torno de 83 a 90% do peso fresco, por essa razão, possui reduzido valor energético [7]. As raízes do yacon contêm de 60 a 70% de inulina [8]. A inulina nativa é uma mistura de oligômeros e longas cadeias de polímeros contendo moléculas de diferentes graus de polimerização (DP), de 2 até 60 unidades, com DP médio de aproximadamente 12. A inulina presente no yacon possui baixo DP, entre 3 e 10, sendo então designados como frutooligossacarídeos (FOS) [2,9].

Segundo Lewis [10], os FOS são definidos como uma combinação de três açúcares: 1-kestose (GF2), nistose (GF3) e frutofuranosil nistose (GF4) onde as unidades frutossiltransferase (F) são ligadas na posição  $\beta$  (2 $\rightarrow$ 1) da sacarose (GF). Compostos como os FOS podem ser utilizados como substituintes de açúcares, pois são mais solúveis e doces do que a inulina nativa e de cadeia longa [11].

Os FOS têm sido designados como prebióticos e fibras alimentares solúveis, uma vez que passam pelo estômago e intestino delgado sem serem digeridos, não gerando contribuição calórica, entretanto, são fermentados por bactérias, tais como as bifidobactérias, auxiliando no aumento desta microflora que está relacionada com a melhoria da saúde do cólon, influenciando o bem estar geral do corpo [12].

Por este motivo, procura-se há várias décadas separar estes constituintes das suas fontes naturais, de forma a torná-los mais disponíveis ao consumo humano incorporando-os em diversos alimentos. Uma alternativa é o processo de separação por membranas (PSM) considerada uma tecnologia limpa. Esse método possui maior seletividade quando comparado a outros processos convencionais de filtração; além disso, não faz uso de produtos químicos durante a separação, apenas de uma força motriz capaz de separar os compostos de interesse [13].

A ultrafiltração (UF) é um tipo de PSM que se apresenta como um método alternativo bastante atraente, uma vez que não faz uso de calor e não envolve mudança

de fase, o que torna o processo de concentração mais econômico [14]. Os diâmetros de poro nas membranas de UF variam entre 0,01  $\mu\text{m}$  e 0,001  $\mu\text{m}$  sendo utilizadas para concentrar ou fracionar macromoléculas, tais como lipídios, proteínas e colóides presentes na solução, cuja massa molar varie entre 300 e 500.000 Daltons (Da) [15]. Estas membranas podem reter, de maneira distinta, solutos de massas molares diferentes sendo normalmente especificadas através de seu ponto de corte nominal ou MWCO, que designa a massa molar do menor componente que será retido com eficiência de pelo menos 95% [16].

Membranas de UF são comumente utilizadas para clarificar e estabilizar sucos de frutas em processos comerciais possuindo vantagens sobre o processo convencional, como aumento no rendimento e melhor clarificação do suco, ausência da necessidade de pasteurização, possibilidade de operar em uma única etapa, evitar utilização de gelatinas e outros auxiliares de filtração, fácil limpeza e manutenção do equipamento, redução dos tempos de filtração e redução de produtos residuais [17].

Trabalhos têm sido reportados com a utilização desta técnica de filtração, para a separação de inulina e FOS provenientes do yacon. Gibertoni et al. [18] avaliaram a produção de um xarope rico em frutanos, a partir de suco de yacon clarificado, empregando membranas cerâmicas de microfiltração com tamanho nominal de poro de 0,14  $\mu\text{m}$  e ultrafiltração com massa molar de corte de 50 kDa. Kamada et al. [19] avaliaram o efeito combinado da separação por ultra e nanofiltração, na purificação e concentração de FOS da raiz de yacon, conseguindo a remoção da maior parte dos mono e dissacarídeos e obtendo um produto concentrado com moléculas de grau de polimerização (DP) de três ou mais, com 98% de pureza.

Os PSM apresentam algumas limitações ao processo, destacando-se o fenômeno de concentração por polarização e o *fouling*. A polarização ocorre nos primeiros minutos do processo quando os solutos da alimentação são retidos na superfície da membrana, dificultando a permeação do solvente e resultando na diminuição do fluxo permeado, sendo um fenômeno reversível. Já o *fouling* é caracterizado pelo declínio do fluxo permeado, resultante do entupimento dos poros da membrana, o que dependendo da situação é um fenômeno irreversível [20].

O objetivo deste trabalho foi estudar a separação de FOS do extrato de yacon utilizando o processo de separação por membranas por ultrafiltração. Também foram avaliadas a resistência total, da membrana, do *fouling* e da concentração por polarização das membranas durante o processo de separação.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Matéria-prima

As raízes de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) foram provenientes do Estado de São Paulo e adquiridas na Central de Abastecimento do Rio Grande do Sul – CEASA na cidade de Porto Alegre – RS, Brasil. As raízes foram limpas e selecionadas considerando a ausência de injúrias visuais e infecções, ficando armazenadas sob refrigeração ( $8^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ ) até o momento do uso, por um período máximo de 3 dias.

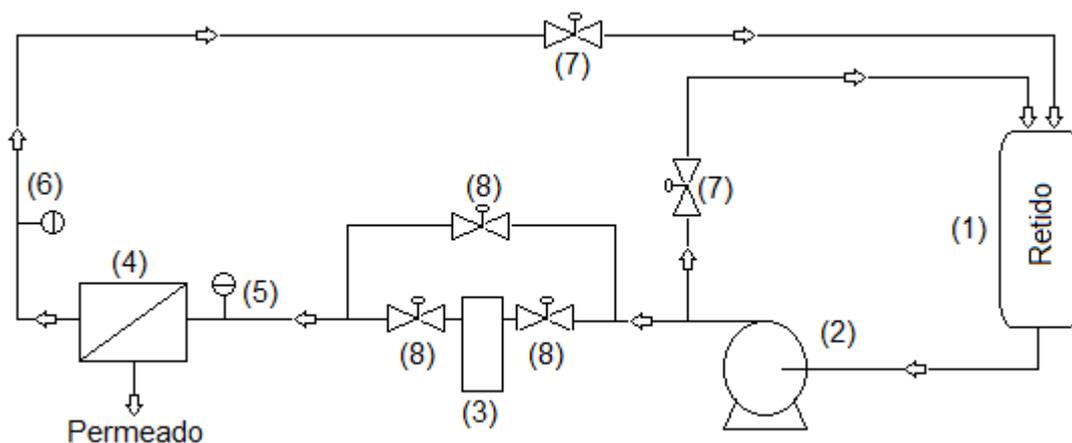
### 2.2 Processo de Inativação Enzimática e Obtenção do Extrato de Yacon

As raízes de yacon foram descascadas, cortadas em rodela com um diâmetro médio de  $4,55\pm 0,25$  mm e espessura de  $1,75\pm 0,35$  mm [21] e submetidas ao branqueamento mediante vapor a  $100^{\circ}\text{C}$  por 4 minutos, seguido do resfriamento em banho de gelo durante 3 minutos [22]; das fatias branqueadas foi extraído o suco empregando um processador de alimentos. Da polpa obtida após a separação do suco, foram extraídos os açúcares restantes mediante a adição de água a  $80^{\circ}\text{C}$  numa proporção de 2:1 (massa água/massa polpa), mantendo a mistura a  $80^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  durante uma hora, de acordo com a metodologia proposta por Toneli et al. [23]. O suco do yacon e a solução líquida obtida da polpa, foram separadamente filtrados a vácuo, em bomba modelo 613 da Cientec (Piracicaba, SP) à pressão de 400 mmHg, empregando papel filtro Whatman nº01. A mistura dos filtrados constituiu o extrato de yacon que foi congelado a  $-18^{\circ}\text{C}$  até o momento do uso, por um período máximo de 2 meses.

### 2.3 Processo de Separação por Membranas

Para o PSM, o extrato de yacon foi descongelado e adicionou-se 1% (p/v) de ácido cítrico com o objetivo de evitar uma possível oxidação pelo contato com componentes metálicos utilizados no equipamento de PSM, seguindo o método descrito por Lattanzio et al. [24]. O extrato assim tratado foi pré filtrado em papel filtro Whatman nº01 para retirar partículas sólidas em suspensão.

Foram empregadas membranas poliméricas de ultrafiltração (UF), com massa molar nominal de corte (NMWCO) de 10.000 e 30.000 Daltons, fabricadas em polietersulfona (PES) pela Synder Filtration Headquarters (Vacaville, USA). O processo de UF foi realizado em uma unidade montada para este fim, representada esquematicamente na Figura 1.



**Figura 1.** Representação esquemática do processo de UF. Legenda: (1) tanque de alimentação; (2) bomba; (3) pré-filtro; (4) módulo de membrana; (5) manômetro de entrada; (6) manômetro de saída; (7) válvula de controle de pressão; (8) válvula de bypass.

O sistema compreende os seguintes equipamentos: (1) tanque de alimentação encamisado de vidro com volume total de 2,0 litros interligado a um banho ultratermostático modelo CE-110/10, CienlaB, (Campinas, SP) com faixa de operação de -10 a 100°C; (2) bomba pneumática tipo diafragma, modelo Ingersoll-Rand PD05P-ARS-PAA-B com vazão nominal de 54,5 L/min e pressão de trabalho máxima de 6,9 bar, operada com compressor de ar comprimido modelo MSV 20, SCHULZ (Joinville, SC); (3) pré filtro modelo 1BR2 fabricado em aço inoxidável 304; (4) módulo para membrana plana fabricado em aço inoxidável 316 com área de 0,008118 m<sup>2</sup> para a membrana; (5) manômetro de entrada em aço inoxidável 316 com escala de 0 a 12 bar; (6) manômetro de saída em aço inoxidável 316 com escala de 0 a 12 bar; (7) válvulas para controle de pressão.

## 2.4 Procedimento Experimental

O ciclo de UF consistiu das seguintes etapas: colocação de uma membrana nova, compactação com água, separação do extrato de yacon em permeado e retido, após separação foi retirado o retido que ainda se encontrava no sistema e se fez recircular água dentro dele. Posteriormente foi realizada a limpeza (Anexo A) com solução básica (0,35 g.L<sup>-1</sup>, pH 10,5) e ácida (5 g.L<sup>-1</sup>, pH 2,0), intercalando com a circulação de água pura no equipamento. Ao final do procedimento de limpeza foi realizado o enxágue para retirar completamente as soluções de limpeza e foi adicionada água novamente para circular dentro do sistema.

Nos experimentos, as membranas novas foram compactadas seguindo a metodologia descrita por Rai et al. [25] impondo pressões maiores do que a pressão utilizada no estudo, até o fluxo permeado de água tornar-se constante com o tempo. A compactação foi realizada utilizando uma pressão transmembrana (TMP) de 2,5 bar e a água ficou recirculando durante 150 minutos para a estabilização do sistema, ou seja, quando o fluxo de água tornou-se constante. Medidas de fluxo de água também foram realizadas antes de cada experimento, com o objetivo de avaliar o fenômeno da descompactação da membrana. Esse procedimento foi realizado para as diferentes temperaturas utilizadas, de 15, 25 e 35°C.

O fluxo de água ( $J_p$ ) foi calculado de acordo com a Equação 1:

$$J_p = \frac{V_p}{A \times t} \quad (1)$$

onde  $V_p$  é o volume de permeado (L),  $A$  é a área efetiva da membrana ( $m^2$ ) e  $t$  é o tempo necessário (h) para coletar  $V_p$ .

Após a compactação das membranas, a fim de estimar a permeabilidade hidráulica de água na membrana nova ( $L_{pi}$ ) ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot bar^{-1}$ ), foram realizados experimentos que consistiram em obter diferentes valores de fluxo de permeado de água em função de diferentes valores de TMP (2,5, 2, 1,5, 1 e 0,5 bar). A permeabilidade foi obtida da inclinação da reta do gráfico do fluxo de permeado em função da pressão transmembrana. O mesmo procedimento foi realizado para o cálculo da permeabilidade hidráulica com água, após o processo de separação do extrato de yacon ( $L_{pi}$ ) ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot bar^{-1}$ ) e após a limpeza do sistema ( $L_{pc}$ ) ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1} \cdot bar^{-1}$ ). Essas permeabilidades foram obtidas as temperaturas de 15, 25 e 35°C.

Para o processo de separação do extrato de yacon por UF, os experimentos seguiram a metodologia proposta por Kamada et al. [19]. O extrato de yacon foi processado no modo batelada, com recirculação total do retido no tanque de alimentação e retirada do permeado; inicialmente a solução passa por um pré-filtro com tamanho de poro nominal de 5  $\mu m$  capaz de reter partículas grandes que poderiam causar algum tipo de entupimento seguido pela passagem na membrana de UF. O fluxo do permeado foi medido a cada 15 minutos na primeira hora e a cada 30 minutos nas horas seguintes. O processo de UF foi conduzido durante 6 horas para a UF-10 e durante 5 horas e 30 minutos para a UF-30, tempo necessário para o recolhimento de aproximadamente 200 mL de permeado. Amostras do extrato de yacon antes do processo, do permeado e retido foram retiradas e acondicionadas em vidro âmbar e congeladas a  $-18^\circ C$  até o momento das análises.

## 2.5 Análise das Resistências

O declínio do fluxo de permeado foi analisado através do modelo de resistência em série [26, 27]. O fluxo permeado para a UF é normalmente escrito em termos de diferença de pressão transmembrana e da resistência total, como reportado na Equação 2:

$$J_p = \frac{\Delta P}{\mu R_t} \quad (2)$$

onde  $J_p$  é o fluxo permeado (m/s),  $\Delta P$  é a pressão transmembrana (bar),  $\mu$  é a viscosidade do permeado (Pa.s) e  $R_t$  é a resistência total ( $m^{-1}$ ).

A resistência total do processo pode ser expressa em termos das outras resistências de acordo com a Equação 3:

$$R_t = R_m + R_c + R_f \quad (3)$$

onde  $R_m$  é a resistência da membrana nova com água ( $m^{-1}$ );  $R_c$  é a resistência à concentração por polarização na superfície da membrana ( $m^{-1}$ ); e  $R_f$  é a resistência ao *fouling* devido às incrustações no interior dos poros ( $m^{-1}$ ).

Experimentalmente, as resistências foram calculadas a partir dos valores de permeabilidade hidráulica com água. A  $R_m$  foi calculada medindo-se a permeabilidade hidráulica da membrana nova através da Equação 4:

$$R_m = \frac{1}{\mu_w L_{pi}} \quad (4)$$

onde  $\mu_w$  é a viscosidade da água (Pa.s).

$R_t$  foi calculado medindo-se a permeabilidade da água após o processo de UF, utilizando a Equação 5:

$$R_t = \frac{1}{\mu_w L_{pf}} \quad (5)$$

Após o procedimento de limpeza (Anexo A) foi determinada a  $R_f$  com a permeabilidade da água após o procedimento de limpeza, pela Equação 6:

$$R_m + R_f = \frac{1}{\mu_w L_{pc}} \quad (6)$$

A resistência  $R_c$  foi calculada por diferença das demais resistências, utilizando a Equação 3.

## 2.6 *Fouling* da Membrana, Eficiência do Protocolo de Limpeza e Retenção da Membrana

A permeabilidade da água antes e após cada experimento de UF foi medida para a quantificação do *fouling* na membrana, que foi calculado pela Equação 7 e expresso em % de acordo com Saha et al. [28]:

$$Fouling = \left( \frac{L_{pi} - L_{pf}}{L_{pi}} \right) \times 100 \quad (7)$$

A eficiência da limpeza química da UF foi mensurada pela recuperação do fluxo (%), de acordo com a Equação 8 [29]:

$$Recuperação\ do\ fluxo = \left( \frac{J_{pc}}{J_{pi}} \right) \times 100 \quad (8)$$

onde  $J_{pc}$  é o fluxo permeado de água após o procedimento de limpeza ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$ ) e  $J_{pi}$  é o fluxo permeado de água da membrana nova ( $L \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$ ).

A retenção observada (%) foi calculada conforme a Equação 9, indicada por Cissé et al. [30] e é baseada na concentração no permeado e retido de cada açúcar (inulina, glicose ou frutose) no final do processo:

$$R_{obs} = \left[ 1 - \frac{C_p}{C_r} \right] \times 100 \quad (9)$$

onde  $C_p$  é a concentração do permeado de determinado açúcar ( $g \cdot L^{-1}$ ) e  $C_r$  é a concentração do retido deste mesmo açúcar ( $g \cdot L^{-1}$ ).

## 2.7 Pureza e Rendimento dos Açúcares

A pureza dos açúcares no processo de UF foi calculada na alimentação, permeado e retido e expresso em % de acordo com a Equação 10 [31]:

$$Pureza = \left( \frac{C_s^i}{C_s^{total}} \right) \times 100 \quad (10)$$

onde  $C_s^i$  é a concentração ( $g \cdot L^{-1}$ ) de açúcar (inulina, glicose ou frutose) na alimentação, no permeado ou no retido e  $C_s^{total}$  é a concentração total ( $g \cdot L^{-1}$ ) de açúcares na alimentação, no permeado ou no retido.

O rendimento dos açúcares foi expresso ( $\text{g.kg}^{-1}_{\text{yacon}}$ ) e calculado de acordo com a Equação (11) [31]:

$$\text{Rendimento} = \frac{m_s^i}{m_{\text{yacon}}} \quad (11)$$

onde  $m_s^i$  é a massa (g) de açúcar (inulina, glicose ou frutose) na alimentação, no permeado ou no retido e  $m_{\text{yacon}}$  é a massa de yacon (kg) utilizada para preparar o extrato de yacon em cada experimento de UF.

## 2.8 Análises Físico-Químicas

### 2.8.1 Determinação de pH

O pH da amostra foi determinado utilizando-se um pHmetro digital marca QUIMIS modelo Q400M1 de acordo com a AOAC (1990) método nº 981.12 [32].

### 2.8.2 Determinação de Sólidos Solúveis

O conteúdo de sólidos solúveis foi determinado utilizando um refratômetro (Atago, NAR T3, Atago Co, Ltda, Tokyo, Japan) a 25°C de acordo com a AOAC (2000) método nº 932.12 [33].

### 2.8.3 Determinação de Açúcares por HPLC

Para as análises dos conteúdos de inulina, glicose e frutose, as amostras foram descongeladas, filtradas em membrana com poro de 0,22  $\mu\text{m}$  e colocadas em sonicador por 3 minutos para posterior injeção no HPLC.

As análises foram realizadas adaptando-se o método descrito por Zuleta e Sambucetti [34] que consistiu na determinação direta pelo método de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC-RI). Foi utilizado um cromatógrafo da marca Perkin Elmer série 200, com detector de índice de refração, água Mili-Q como fase móvel a uma vazão de 0,6 mL/min, temperatura 80°C e coluna da Rezex RHM Monosaccharide da marca Phenomenex, 300 x 7,8mm e tempo total de corrida de 14 minutos. O processo descrito foi realizado em duplicata para cada amostra.

## 2.9 Análise Estatística

Para as análises estatísticas foi utilizado a ANOVA e a comparação entre os tratamentos foi feita através das provas de comparações múltiplas de médias de Tukey, utilizando o programa SAS 9.3 (SAS Institute Inc.) a 95% de confiança. Os gráficos foram construídos a partir do programa Sigma Plot 8.0 e para avaliação dos efeitos da pressão e temperatura no fluxo permeado do extrato de yacon, foram realizados três experimentos para cada tratamento.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Caracterização do Suco, Líquido Extraído da Polpa e do Extrato de Yacon.

As raízes de yacon apresentaram um conteúdo de umidade de  $89,53 \pm 0,37\%$ , esse percentual está próximo ao valor encontrado por Scher et al. [21] para as raízes de yacon de  $88,69 \pm 0,10\%$  e para outros autores como Nieto [35] que encontrou um valor de  $84,80\%$ , Grau e Rea [36] de  $70-93\%$ , Vilhena [37] de  $85,93\%$  e Lachman et al. [38] de  $81,3\%$ . De acordo com Graefe et al. [39], a composição química do yacon é muito variável em razão de sua rápida capacidade de perder água e decomposição dos FOS, que variam de acordo com o período em que é retirado do solo, com a sazonalidade, o clima, a altitude, o tipo de solo e o tratamento pós-colheita.

O suco de yacon, a solução extraída da polpa e o extrato de yacon foram caracterizados quanto ao pH, sólidos solúveis ( $^{\circ}$ Brix) e o conteúdo dos açúcares em g/100 g de matéria seca (m.s.), como demonstrado na Tabela 1.

**Tabela 1.** Características do suco, solução extraída da polpa e do extrato de yacon. pH, sólidos solúveis ( $^{\circ}$  Brix) e conteúdo de açúcares (g/100 g m.s.).

Parâmetro	Suco de yacon	Solução extraída da polpa	Extrato de yacon
pH	$6,26 \pm 0,06$	$5,58 \pm 0,05$	$6,32 \pm 0,03$
Sólidos solúveis	$7,98 \pm 0,34$	$4,34 \pm 0,29$	$7,06 \pm 0,29$
Inulina	$5,42 \pm 0,01$	$1,41 \pm 0,00$	$8,21 \pm 0,01$
Glicose	$4,74 \pm 0,01$	$2,57 \pm 0,09$	$11,36 \pm 0,08$
Frutose	$11,00 \pm 0,03$	$3,17 \pm 0,02$	$16,44 \pm 0,07$

Com respeito ao pH, o valor encontrado para o suco de yacon foi de  $6,26 \pm 0,06$ , Scher et al. [21] encontraram um valor de  $6,09 \pm 0,01$  e Vilhena [37] de  $5,5$ . Para o teor de

sólidos solúveis, o suco de yacon apresentou um valor de  $7,98 \pm 0,34$  °Brix, Scher et al. [21] reportaram um valor de  $9,9 \pm 0,01$  °Brix, de acordo com Manrique et al. [40] os valores de sólidos solúveis podem variar de 8 a 12 °Brix para as raízes de yacon. Ribeiro [41] reporta que com o processo de maturação do yacon, os valores de pH e sólidos solúveis aumentam. A difícil comparação entre os valores de sólidos solúveis dos açúcares presentes no yacon resultam de muitos fatores, como ano e método de cultivo, além do grau de maturação das raízes e a forma de armazenamento pós-colheita. O extrato de yacon apresentou um valor de sólidos solúveis de  $7,06 \pm 0,29$  °Brix, esse valor diminuiu devido à mistura do suco de yacon e da solução extraída da polpa, que foi diluída em água.

O teor de açúcares no suco de yacon foi de  $5,42 \pm 0,01$  g/100 g m.s. para inulina,  $4,74 \pm 0,01$  g/100 g m.s. para glicose e  $11,00 \pm 0,03$  g/100 g m.s. para frutose. Lago et al. [5] avaliaram a concentração de açúcares e obtiveram valores de  $1,07 \pm 0,18$ ,  $3,30 \pm 0,28$  e  $2,99 \pm 0,18$  g/100 g m.s. de inulina, glicose e frutose no suco de yacon e de  $3,15 \pm 0,16$ ,  $10,98 \pm 0,32$  e  $4,30 \pm 0,57$  g/100 g m.s. de inulina, glicose e frutose na polpa. Nieto [35] estudou as características de 10 tipos de yacon e obteve valores médios de 2,47, 1,63 e 2,51 g/100 g de frutose, glicose e sacarose. Vilhena et al. [37] concluíram que as quantidades de frutanos e açúcares redutores nas plantas variou de acordo com o plantio e o tempo de colheita, a maior quantidade de frutanos é encontrado a partir dos 7 a 8 meses após o plantio. Asami et al. [42] observaram flutuação no conteúdo de inulina em raízes tuberosas de yacon durante seu desenvolvimento e armazenagem. O grau médio de polimerização destes FOS aumentou linearmente durante o desenvolvimento, sendo que após a colheita diminuiu com o conseqüente aumento de frutose, glicose e sacarose livres.

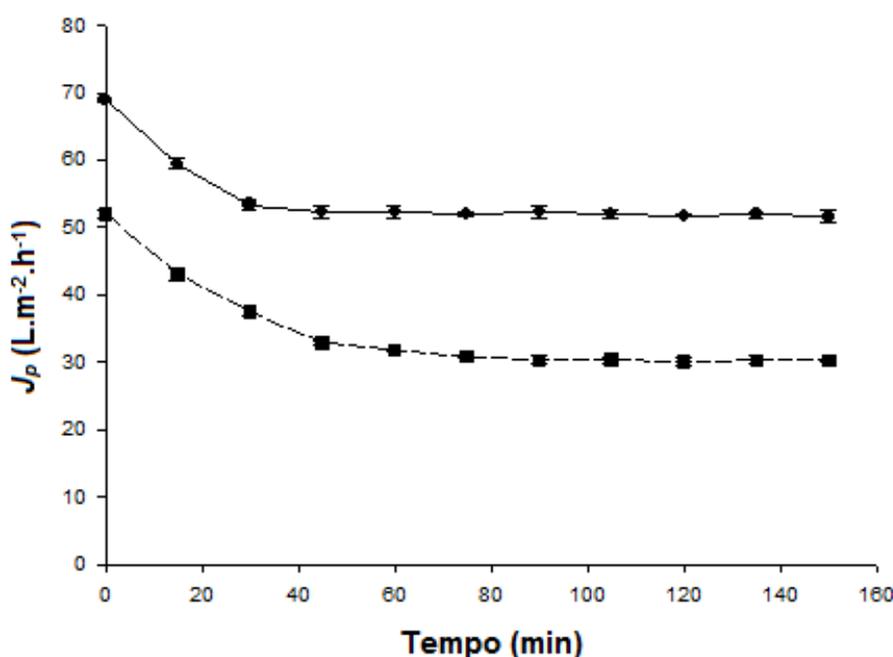
A solução extraída da polpa resultou em  $1,41 \pm 0,00$ ,  $2,57 \pm 0,09$ ,  $3,17 \pm 0,02$  g/100 g m.s. de inulina, glicose e frutose das raízes, respectivamente. O extrato de yacon final, composto do suco de yacon e da solução lixiviada da polpa teve uma composição final de  $8,21 \pm 0,01$ ,  $11,36 \pm 0,08$ ,  $16,44 \pm 0,07$  g/100g m.s. de inulina, glicose e frutose, respectivamente.

### 3.2 Ultrafiltração

Os ensaios foram constituídos inicialmente por testes de compactação e medidas de fluxo permeado de água com o objetivo de preparar e caracterizar as membranas para os ensaios de UF para permeação do extrato de yacon.

### 3.2.1 Compactação das Membranas e Medidas de Fluxo de Água

Para realização dos testes com o extrato de yacon, primeiramente as membranas foram compactadas através da imposição de uma TMP de 2,5 bar, pressão maior que a de trabalho, com o objetivo de realizar o adensamento da microestrutura. O processo foi realizado até o fluxo permeado de água tornar-se constante com o tempo, sendo o volume medido em intervalos de 15 minutos com um tempo total de processo de 150 minutos para ambas as membranas. Esse processo foi realizado a fim de estabilizar o sistema para que entrasse em equilíbrio operacional. A Figura 2 apresenta o gráfico com a compactação da membrana de UF-10 e UF-30.



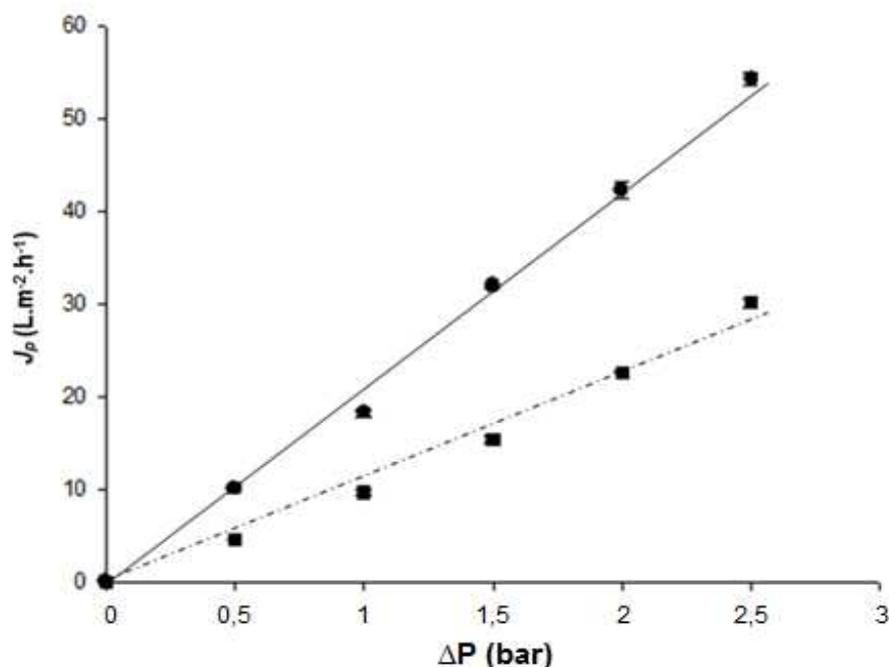
**Figura 2.** Compactação das membranas de UF, fluxo do permeado de água em função do tempo a 25°C e  $\Delta P=2,5$  bar. UF-10: (■); UF-30: (●).

Membranas porosas, como as de UF, possuem características como distribuição de tamanho de poros, porosidade superficial e espessura como parâmetros morfológicos muito importantes. Pela análise da Figura 2, a membrana UF-30 apresentou fluxos maiores quando comparada a UF-10 sob as mesmas condições de processo. Também foi possível verificar que na compactação da UF-30 a redução no fluxo de permeado com água foi em torno de 25% quando comparado ao inicial, e a mesma entrou em estado estacionário após 30 minutos do início do experimento. Com a UF-10, o fluxo de permeado da água teve uma redução de 42% em relação ao fluxo inicial, e o tempo para o estabelecimento do estado estacionário foi de 45 minutos.

A pressão exige especial atenção na UF quando se utilizam membranas poliméricas, uma vez que não só fornece a principal força motriz para o transporte, ou seja, aumenta o fluxo, mas também afeta negativamente o fluxo de permeado devido ao fenômeno da compactação. Quando uma membrana polimérica é colocada sob pressão, os polímeros que a constituem reorganizam-se com a consequente alteração de sua estrutura, resultando na redução da porosidade, aumento da resistência da membrana e redução do fluxo [43].

Durante os experimentos, as vazões de água ( $Q_f$ ) empregadas foram de  $324 \pm 8,86$  L/h e  $432 \pm 5,24$  L/h para as membranas UF-10 e UF-30, respectivamente.

Após a compactação, medidas de fluxo de água foram realizadas com o objetivo de avaliar a permeabilidade hidráulica da membrana. A Figura 3 mostra o fluxo do permeado da água em função da TMP para as membranas UF-10 e UF-30. Testes de permeação hidráulica têm como objetivo principal avaliar o comportamento das membranas em relação à água com respeito aos valores de fluxo de permeado, obtidos em diferentes pressões.



**Figura 3.** Fluxo do permeado de água em função da pressão transmembrana a 25°C. UF-10: (■); UF-30: (●).

Na Figura 3, observa-se que o fluxo permeado de água aumentou linearmente com o aumento da pressão, para as duas membranas utilizadas. A permeabilidade hidráulica da água obtida para a membrana UF-10 foi de  $12,05 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$  e para a UF-30 foi de  $22,45 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$ . Essa diferença na permeabilidade é refletida no maior fluxo de água da membrana UF-30, quando comparado a membrana UF-10, esse

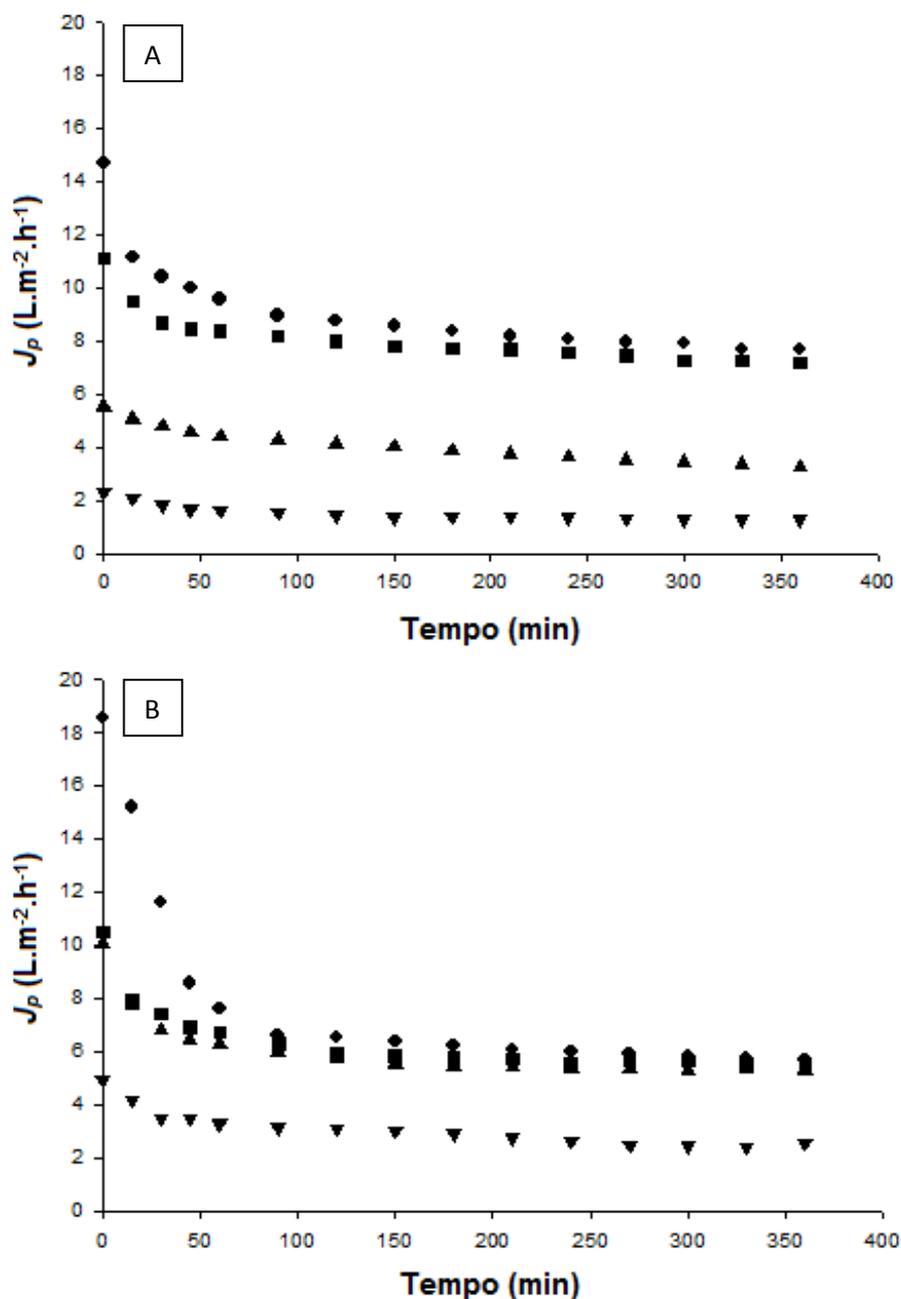
comportamento é justificado pelo maior tamanho do poro da primeira membrana, pois quanto maior o tamanho do poro espera-se que o fluxo, sob as mesmas condições de processo seja maior.

Saha et al. [28] observaram que os valores de permeabilidade hidráulica da membrana nova, utilizando pressão de 1 bar, aumentou de  $38 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$  para  $134 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$  com a mudança da membrana de 30 para 50 kDa. O mesmo efeito foi observado por Cissé et al. [30] utilizando membranas de 5 a 150 kDa e pressão de 5 bar.

### **3.2.2 Efeito da Pressão no Fluxo do Permeado do Extrato de Yacon**

Com o intuito de se obter a pressão ideal do processo, foram realizados testes com o extrato de yacon medindo-se o fluxo do permeado em diferentes TMP com tempo total de processo de 360 minutos.

Segundo Rai et al. [25], cada curva pode ser dividida em duas etapas, a primeira corresponde ao rápido declínio do fluxo de permeado, que pode ser atribuído ao efeito da concentração por polarização. A diminuição do fluxo, nesta etapa, foi maior com o aumento da pressão, de 26,6 a 39,6% e de 10,2 a 61%, em relação ao fluxo inicial, para membranas UF-10 e UF-30, respectivamente. A segunda etapa é caracterizada por uma queda menos pronunciada do fluxo até atingir valores de um estado estacionário, como apresentado na Figura 4, que apresenta os gráficos de  $J_p$  versus tempo de operação para as membranas UF-10 e UF-30 às pressões de 0,5 a 2 bar a  $25^\circ\text{C}$ .



**Figura 4.** Fluxo de permeado do extrato de yacon em função do tempo a 25°C em diferentes pressões empregando as membranas UF-10 (A); UF-30 (B), (▼) 0,5 bar; (▲) 1 bar; (■) 1,5 bar; (●) 2 bar.

O principal problema em aplicações práticas de UF é a redução do fluxo de permeado com o tempo. Arthanareeswaran et al. [44] mencionam que valores do fluxo de permeado no estado estacionário aumentam com o incremento da pressão, além disso, a queda do fluxo é mais pronunciada em valores mais elevados de TMP.

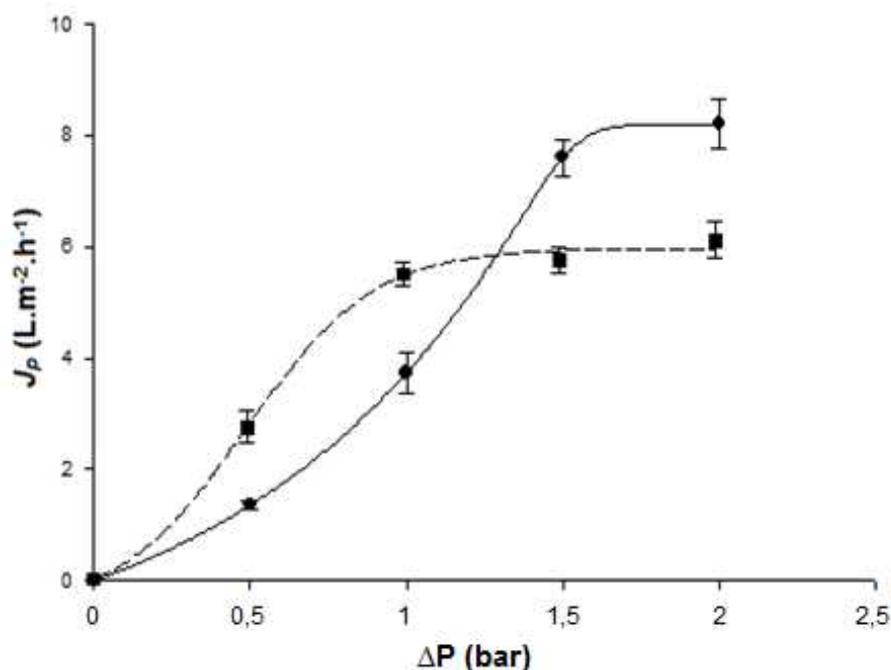
Este fenômeno ocorre devido à camada de polarização por concentração que se forma na superfície da membrana [45]. A camada de polarização por concentração é um

gradiente de concentração do soluto da superfície da membrana até o seio da solução que é gerado durante a permeação. Enquanto o solvente é permeado, o soluto é parcialmente retido e começa a se acumular na superfície da membrana. O acúmulo de soluto na superfície da membrana produz um fluxo difusivo de retorno em direção à alimentação gerando este gradiente de concentração. Esse acúmulo contribui para a redução da força motriz eficaz baseada em função do aumento da resistência de filtração e também efeitos de pressão osmótica [46,47].

Esse efeito não pode ser totalmente evitado, mas pode ser controlado através do ajuste das características de fluxo do fluido, tipicamente através de baixas pressões e altas taxas de cisalhamento na superfície de membranas, no modo de filtração de escoamento tangencial [48,49].

Cassano et al. [50] utilizando uma membrana com massa molar de corte de 100 kDa, para experimentos de UF com mosto de uva, obtiveram resultados de declínio do fluxo no primeiro domínio que variaram de 75,8 – 89,1%.

A Figura 5 mostra o efeito da TMP no estado estacionário do fluxo de permeado para as membranas UF-10 e UF-30, os fluxos do permeado mostram um aumento linear com TMP a pressões mais baixas, enquanto em pressões mais altas, os valores de fluxos do permeado aproximam-se de um valor limite ( $J_{lim}$ ) independente de outros aumentos na pressão. O ponto em que a independência da pressão é evidente é considerado o  $\Delta P$  ótimo. Esse é o fluxo máximo possível capaz de minimizar incrustações e a tendência a concentração por polarização [51].



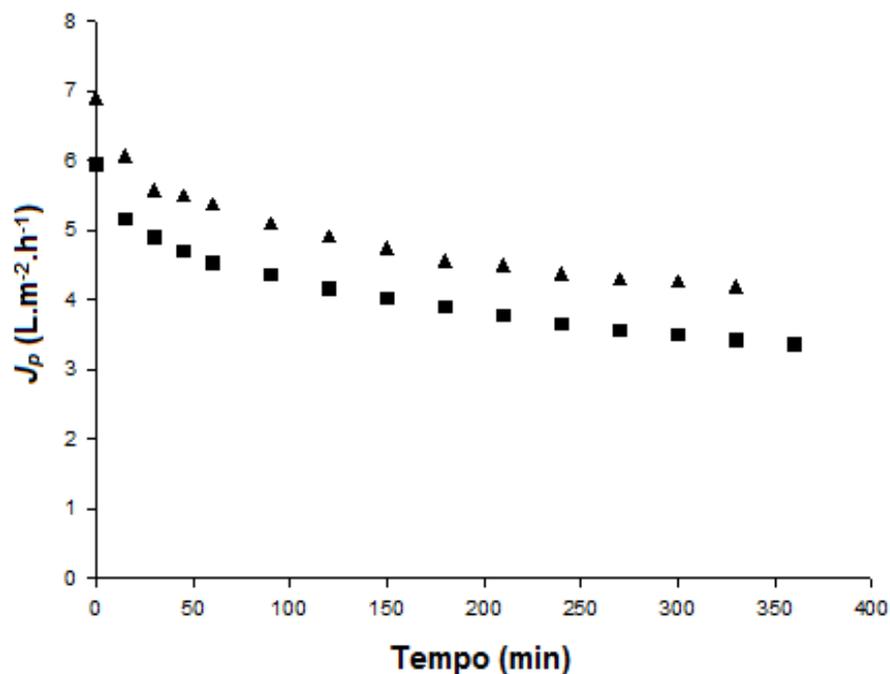
**Figura 5.** Efeito da pressão no fluxo de permeado do extrato de yacon no estado estacionário a 25°C, (●) UF-10, (■) UF-30.

Pela análise da Figura 5, pode ser observado que para a membrana UF-10, sob pressões superiores a 1,5 bar o fluxo de permeado do extrato de yacon se tornou independente da pressão, indicando que o fluxo limite foi alcançado, para a membrana UF-30, o fluxo limite foi alcançado na pressão de 1 bar.

Para uma mesma solução, pode-se alterar o fluxo limite através do aumento da velocidade tangencial, isto irá diminuir o efeito de polarização por concentração e consequentemente aumentar o fluxo permeado. Atingindo o fluxo limite, um aumento da TMP pode causar também um aumento da espessura da camada que se deposita sobre a membrana, a compactação da membrana e uma maior adsorção de substâncias nos poros da mesma. Assim, o efeito que a pressão teria sobre o valor do fluxo permeado é parcialmente, ou mesmo totalmente, compensado por um aumento da espessura da camada polarizada ou da torta, Nesta região, o fluxo deixa de aumentar linearmente com a pressão, podendo até diminuir com o aumento da mesma.

Rektor et al. [52], utilizando uma membrana de microfiltração de 0,2  $\mu\text{m}$  também observaram que o fluxo de permeado aumentou com o incremento da pressão até um valor limite em que o fluxo tornou-se independente da pressão. A mesma observação foi feita no trabalho de Cassano et al. [50] encontrando que o fluxo tornou-se independente da pressão a 1 bar, entretanto, empregou a pressão de trabalho de 0,5 bar para minimizar os efeitos do *fouling* e da concentração por polarização.

Segundo Habert et al. [53], do ponto de vista prático, qualquer sistema de membrana deve ser operado em pressões menores da que a levem o fluxo permeado ao seu valor limite. Utilizando essa recomendação, a pressão de operação transmembrana escolhida para o processo de ultrafiltração foi de 1,2 bar para a UF-10 e 0,75 bar para a UF-30, que foram as maiores a fornecer aceitáveis fluxos de permeado. O fluxo do permeado do extrato de yacon durante a ultrafiltração é mostrado na Figura 6.



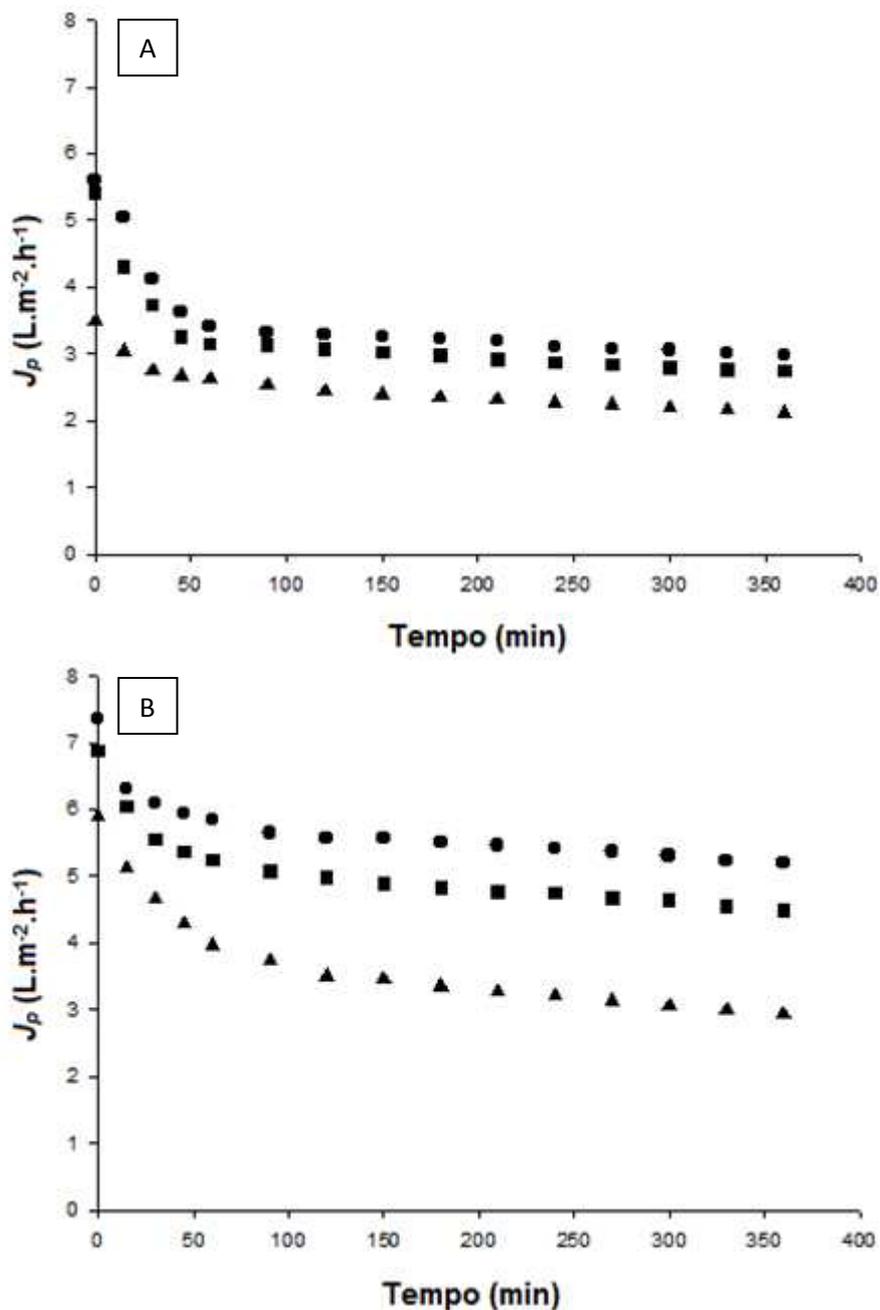
**Figura 6.** Fluxo de permeado do extrato de yacon durante a ultrafiltração a 25°C, (▲) UF-30, 0,75 bar; (■) UF-10, 1,2 bar.

Nos experimentos com as membranas UF-10 e UF-30 foram recolhidos em torno de 200 mL de permeado em cada, para isso foram necessários cerca de 360 minutos para a membrana UF-10 e 330 minutos para a membrana UF-30. O fluxo permeado diminuiu com o tempo para ambas as membranas devido ao fenômeno de camada limite, onde ocorre o aumento da concentração de soluto próximo à superfície da membrana (polarização por concentração), além disso, o acúmulo de macromoléculas nos poros das membranas (*fouling* da membrana) contribuiu para a diminuição do fluxo. O fluxo através da membrana também é fortemente influenciado pela temperatura da solução de alimentação e pela velocidade de escoamento, pois o aumento da velocidade provoca um aumento da turbulência de escoamento e conseqüente diminuição da camada polarizada. Lo et al. [54] no estudo da ultrafiltração de uma solução de goma xantana relataram que a taxa de permeação da membrana foi reduzida pela formação de uma camada de polarização na membrana durante a filtração.

Os fluxos de permeado diminuíram de 5,9 para 3,4 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> e de 6,9 para 4,1 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> nas membranas UF-10 e UF-30, respectivamente. Alles [55], observou uma ligeira redução no fluxo de permeado de 15,3 para 13,8 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> e de 27,6 para 24,3 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup> utilizando membranas com massa molar de corte de 10 e 30 kDa, respectivamente e fator de concentração (FC) de 2,0%.

### 3.2.3 Efeito da Temperatura no Fluxo do Permeado do Extrato de Yacon

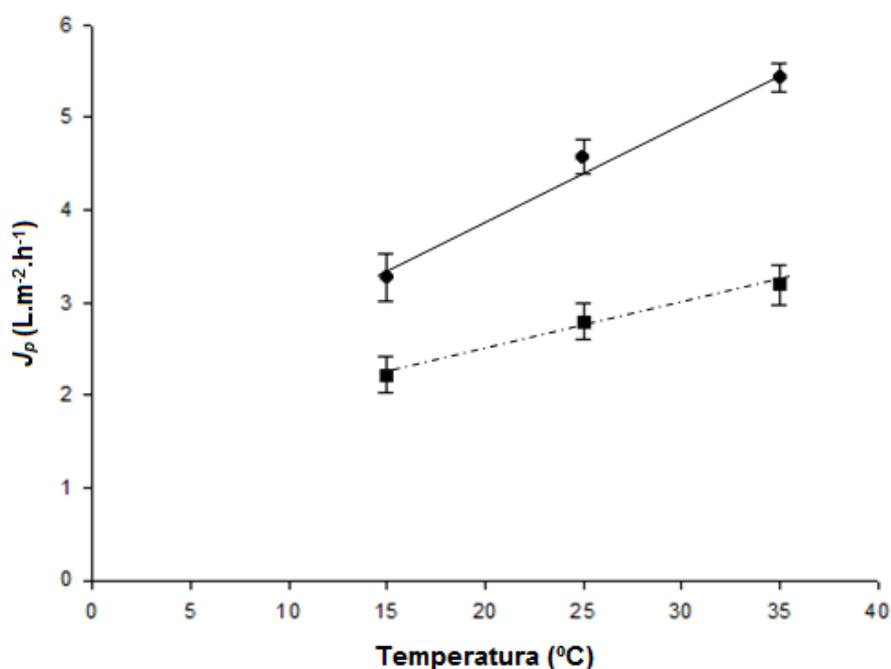
A Figura 7 apresenta o gráfico da variação do fluxo de permeado com o tempo em diferentes temperaturas, 15; 25 e 35°C, em valores constantes de TMP para a UF-10 e UF-30, respectivamente.



**Figura 7.** Fluxo de permeado do extrato de yacon em função do tempo em diferentes valores de temperatura para UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B), (●) 35°C; (■) 25°C; (▲) 15°C.

Na Figura 7, pode ser observado que os fluxos através da membrana são fortemente influenciados pela temperatura da solução de alimentação [56]. Para a membrana UF-10 (Figura 7A) foi observado que o fluxo ficou estável a partir dos 90 minutos do início do experimento; para a membrana UF-30 (Figura 7B), a estabilização do fluxo ocorreu aos 120 minutos, exceto a 15°C que para o tempo de processo, não atingiu o estado estacionário. Para ambas as membranas, o fluxo foi maior com o aumento da temperatura e no primeiro estágio do processo nas temperaturas de 25 e 35°C houve uma queda acentuada no fluxo de permeado provavelmente devido à diminuição da viscosidade da solução de alimentação com o aumento da temperatura.

A Figura 8 apresenta o efeito da temperatura sobre o fluxo de permeado no estado estacionário para as membranas UF-10 e UF-30.



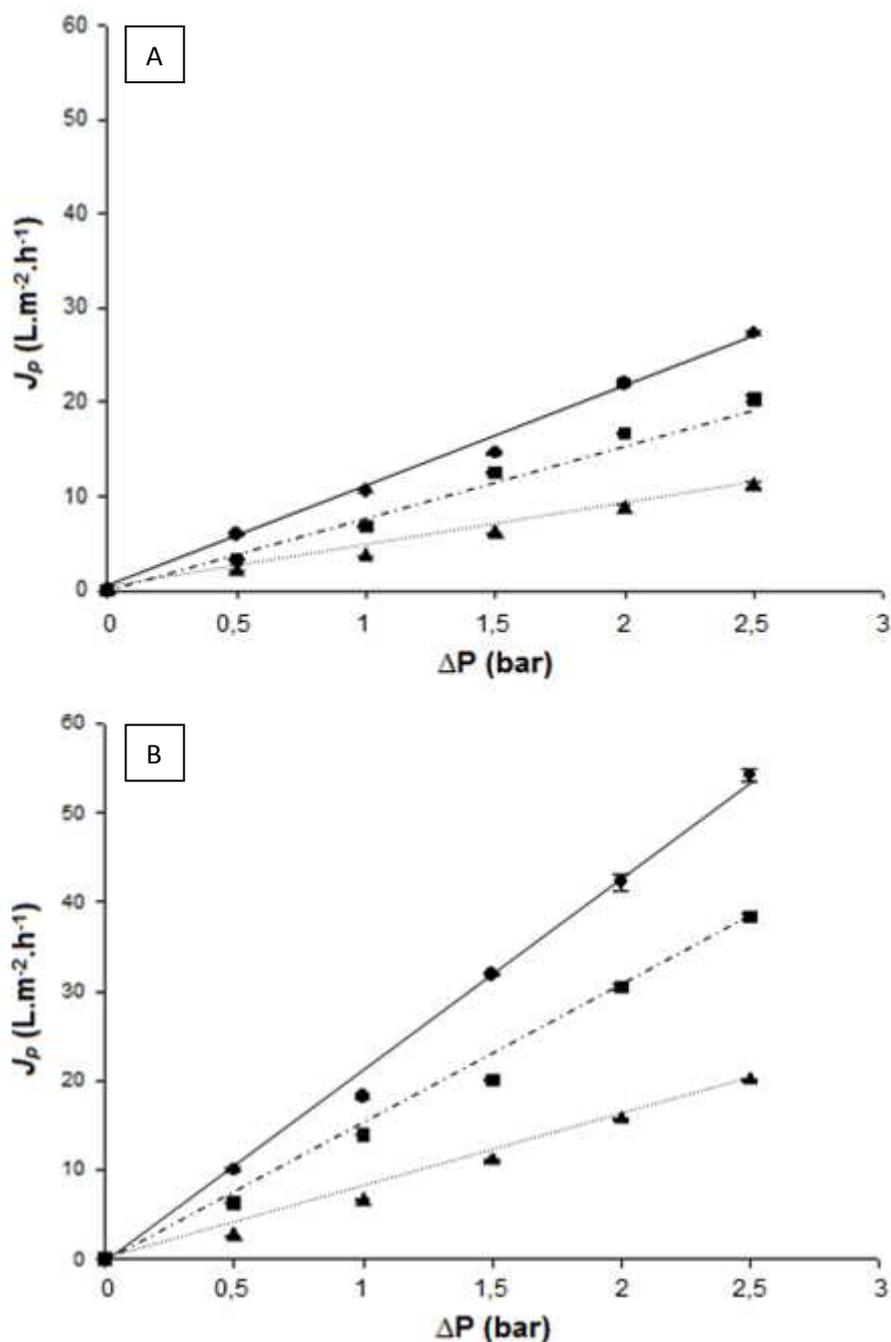
**Figura 8.** Efeito da temperatura no fluxo de permeado do extrato de yacon no estado estacionário. (●) UF-30, 0,75 bar; (■) UF-10, 1,2 bar.

Para ambas as membranas, observou-se que o fluxo do permeado no estado estacionário aumentou com o aumento da temperatura, sendo que este aumento foi maior quando utilizada a membrana UF-30. Figueroa et al. [57] utilizando temperaturas de 15 a 35°C e pressões de 0,2 a 1,4 bar, observaram a dependência do fluxo com a temperatura e a taxa de alimentação. Para a UF-10, houve um aumento de 36% no fluxo de permeado no estado estacionário e para a UF-30 o aumento foi de 67% quando a temperatura foi aumentada de 15 para 35°C.

### 3.2.4 Efeito do *Fouling* no Fluxo do Permeado do Extrato de Yacon

Uma das principais limitações do processo de separação por membranas é a formação de *fouling*. Este resulta em redução do fluxo permeado, alto consumo de energia e limpezas freqüentes das membranas, ou até mesmo a substituição das mesmas [58].

O *fouling* da membrana e a concentração por polarização são os fatores limitantes do PSM, pois ocorre uma diminuição do fluxo de permeado com o tempo causado pelo acúmulo de componentes da alimentação nos poros e sobre a superfície da membrana [59]. A Figura 9 apresenta o fluxo de permeado antes ( $J_{pi}$ ) e após ( $J_{pf}$ ) a ultrafiltração e após o procedimento de limpeza ( $J_{pc}$ ) para a UF-10 e UF-30.



**Figura 9.** Fluxo do permeado de água em função da pressão transmembrana a 25°C para as membranas UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B), (●) Fluxo permeado de água na membrana nova após a compactação ( $J_{pi}$ ); (■) Fluxo permeado de água após o procedimento de limpeza ( $J_{pc}$ ); (▲) Fluxo permeado de água após a ultrafiltração do extrato de yacon ( $J_{pf}$ ).

A permeabilidade hidráulica da água foi calculada para os diferentes fluxos conforme dados apresentados na Figura 9. Para a UF-10 obteve-se valores de 12,05, 4,67 e 9,12 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.bar<sup>-1</sup>, respectivamente, para os fluxos de permeado de água da

membrana nova e após os experimentos com o extrato de yacon e de limpeza. Para a membrana UF-30 os valores obtidos foram 22,45, 9,58 e 18,76 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.bar<sup>-1</sup>, respectivamente.

Habert et al. [53] mencionam que a permeabilidade hidráulica das membranas com água pura deve ser monitorada antes e após o processo, a fim de verificar se houve adequada limpeza e garantir a integridade da membrana. O que se constata é existência de uma queda acentuada da permeabilidade, indicando que a membrana sofreu alterações severas durante o processo.

O *fouling* da membrana pode ser estimado através dos valores de permeabilidade hidráulica dos fluxos de permeado. A Tabela 2 apresenta os valores do *fouling* e da recuperação do fluxo após o procedimento de limpeza da membrana.

**Tabela 2.** *Fouling* da membrana (%) e a recuperação do fluxo (%) para as membranas UF-10 e UF-30.

Parâmetro	UF-10	UF-30
<i>Fouling</i>	61,24	57,33
Recuperação do fluxo	76,46	83,56

Os principais fenômenos que contribuem para o *fouling* são: o bloqueio dos poros, a adsorção de partículas na superfície da membrana, também chamada de torta e/ou no interior de seus poros devido à interação entre os solutos presentes na solução a ser tratada e o material da membrana e a formação de camada gel, resultado de altas concentrações de soluto na superfície da membrana [58].

As consequências são o aumento da resistência de separação da membrana, diminuição da eficiência e/ou alteração da seletividade da membrana. Isso afeta o fator de separação das espécies-alvo na alimentação, com a consequente baixa recuperação do produto [60].

Saha et al. [28] no processo de UF do suco de cana de açúcar, obtiveram valores de *fouling* de 52,63% para a membrana de 30 kDa, e de 42,60% com a membrana de 50 kDa, com isso os autores concluíram que o caldo de cana contém diversas macromoléculas que provocaram a rápida obstrução dos poros e elevada porcentagem de *fouling* com redução significativa do fluxo. Wu et al. [61] estudaram o *fouling* formado durante o tratamento do efluente gerado na produção de óleo de palma utilizando membrana com massa molar de corte de 20 kDa, encontrando que com o aumento da pressão de 2 bar para 8 bar o *fouling* aumentou de 75,1% para 85,8%.

O *fouling* é uma questão inerente ao processo de separação por membranas, diminuindo a eficiência destes. Com isso, é necessária uma técnica capaz de minimizar

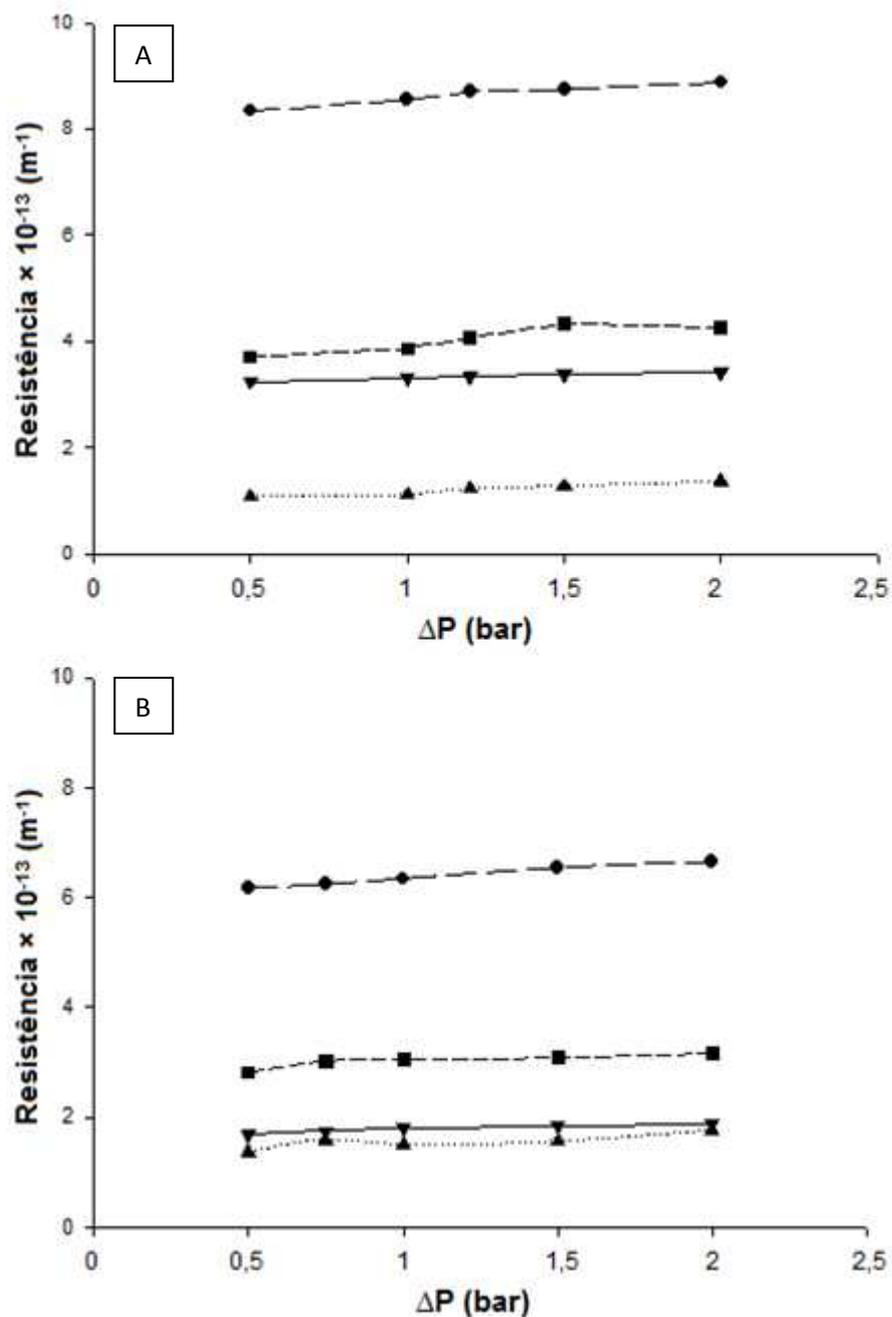
estas incrustações e restaurar o fluxo de permeado da membrana. O protocolo de limpeza (Anexo A) consistiu em diversas etapas com o uso de soluções de NaOH ( $0,35 \text{ g.L}^{-1}$ , pH entre 10 e 10,5) e ácido cítrico ( $5 \text{ g.L}^{-1}$ , pH 2,0) e de água colocados no sistema de membranas, com o intuito de remover as incrustações presentes sobre a membrana e impregnadas nos poros. Soluções ácidas são necessárias para remover depósitos minerais, enquanto soluções alcalinas são eficientes na remoção de compostos orgânicos, além disso, quando membranas de polissulfona são utilizadas, uma limpeza alcalina é necessária para que a limpeza seja mais eficiente e desta forma, o fluxo permeado possa ser recuperado [62].

A recuperação do fluxo foi de 76,46% na membrana UF-10 e 83,56% na UF-30, com esses resultados foi possível restabelecer o fluxo de permeado e reutilizar ambas as membranas em um novo processo com o extrato de yacon. Fu et al. [63] explicam que membranas de massa molar de corte diferentes, necessitaram de protocolos de limpeza diferentes, mesmo quando utilizando a mesma solução de alimentação, devido a diferentes interações da solução com o material e a estrutura das membranas.

Rodrigues et al. [64] durante a clarificação de suco de banana empregando membranas de 10 e 30 kDa, após procedimento de limpeza com solução aquosa de NaOH (pH 10) e 0,8% de NaClO durante 2 horas, recuperaram o fluxo em aproximadamente 95% para a membrana UF-10 e de 75% para a UF-30. Beyer et al. [65] no estudo de remoção da albumina de soro bovino utilizando processos com membranas, observaram que a limpeza com NaOH (pH 11) mostrou uma recuperação de fluxo em torno de 70%.

### **3.2.5 Efeito das Condições de Operações nas Resistências**

A Figura 10 mostra a influência da TMP sobre os valores da resistência total, do *fouling* e da polarização para as membranas UF-10 e UF-30.



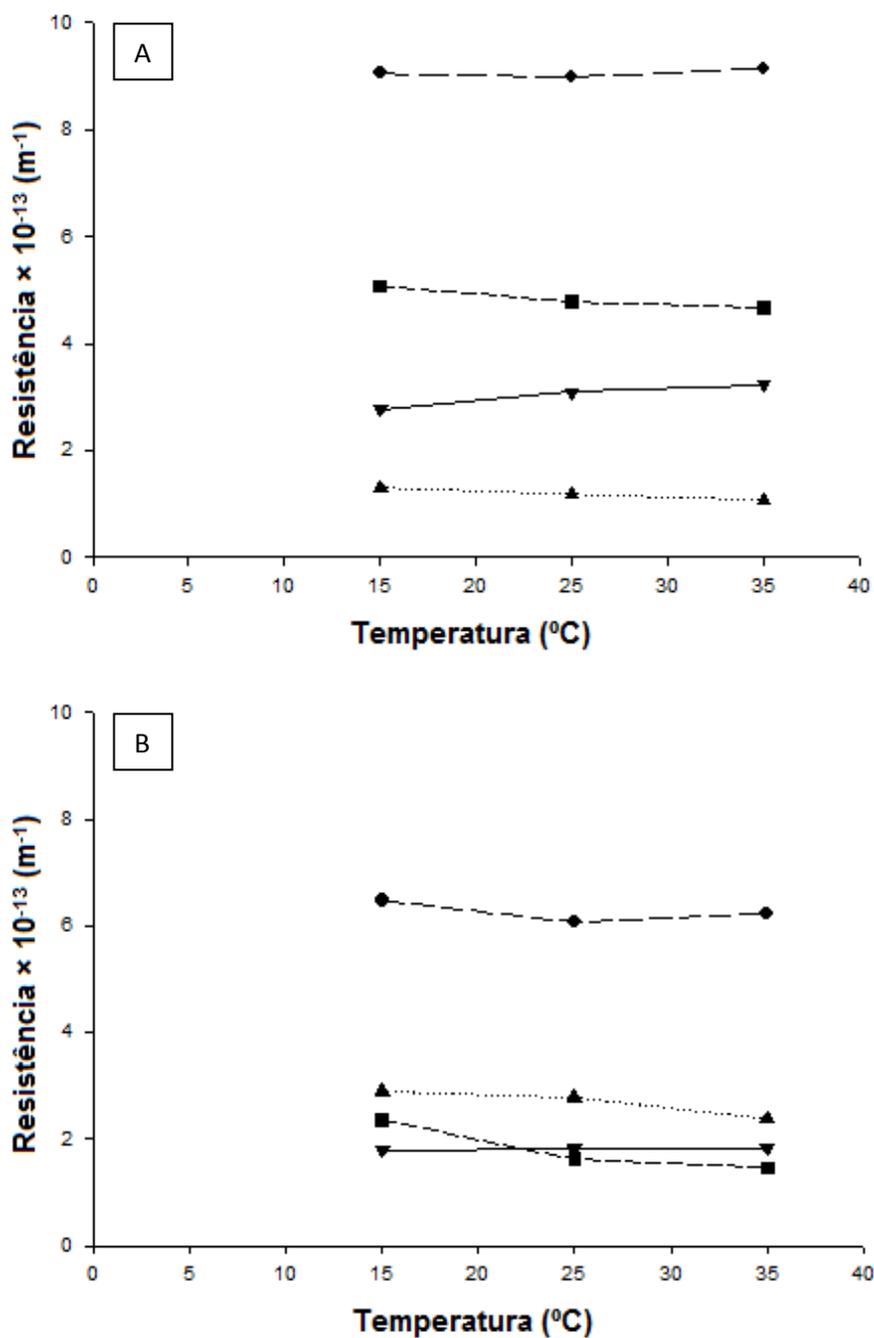
**Figura 10.** Efeito da pressão transmembrana sobre as resistências a 25°C, para as membranas UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B), ( $\bullet$ )  $R_t$  ( $\blacktriangledown$ )  $R_m$  ( $\blacksquare$ )  $R_f$  ( $\blacktriangle$ )  $R_c$ .

As resistências das membranas tiveram um pequeno aumento nos valores, com o incremento da pressão, obtendo-se valores de  $3,25 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  com a menor pressão para  $3,41 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  com a pressão de 2 bar utilizando a UF-10, enquanto que com a membrana UF-30 aumentou de  $1,69 \times 10^{13}$  para  $1,89 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . Esse efeito também foi observado no trabalho de Gökmen e Cetinkaya [66], utilizando membrana com massa molar de corte de 10 kDa na ultrafiltração do suco de maçã, a  $R_m$  teve pouca alteração quando a pressão aumentou de 1 para 4 bar, passando de  $0,83 \times 10^{13}$  para  $1,24 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ , porém a  $R_m$

diminui com o aumento da massa molar da membrana. Wan et al. [67], observaram que a  $R_m$  diminui de  $8,40 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  utilizando membrana de 1 kDa, para  $2,47 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  com a membrana de 10 kDa.

O aumento dos valores de resistência com o aumento da pressão pode ser explicado assumindo que o aumento da pressão aumenta o fluxo convectivo do soluto para a membrana. Com o aumento de  $R_t$ , a polarização por concentração é mais pronunciada, determinando um aumento de  $R_c$  [50]. Labbe et al. [68] relatam que em pressões mais elevadas, mais solutos, tais como açúcares e ácidos passam através dos poros da membrana determinando um aumento da resistência do *fouling*  $R_f$ .

O efeito da temperatura do processo de ultrafiltração da UF-10 e UF-30, sobre o valor das resistências são mostrados na Figura 11.



**Figura 11.** Efeito da temperatura sobre as resistências, para as membranas UF-10, 1,2 bar (A); UF-30, 0,75 bar (B), ( $\bullet$ )  $R_t$  ( $\blacktriangledown$ )  $R_m$  ( $\blacksquare$ )  $R_f$  ( $\blacktriangle$ )  $R_c$ .

A Figura 11 A e B mostra que  $R_t$  apresentou pouca variação nos valores, com a temperatura utilizada no processo. No entanto, os valores de  $R_c$  e  $R_f$  diminuiram com o aumento da temperatura. Jiraratananon e Chanachai [27] estudaram a ultrafiltração do suco de maracujá e explicam que com o aumento da temperatura, aumenta a difusão dos solutos na solução, reduzindo a espessura da camada polarizada, resultando na diminuição de  $R_c$  à medida que a temperatura aumenta.

Isto também é consistente com as constatações de Goosen et al. [69], que relatam que membranas poliméricas podem ser muito sensíveis às alterações de temperatura da alimentação. De acordo com Cassano et al. [50], temperaturas mais baixas podem aumentar a formação de agregados insolúveis reduzindo o fluxo e o tamanho dos poros da membrana, por isso  $R_f$  foi maior para a temperatura de 15°C para ambas as membranas, do que para as demais temperaturas.

### 3.2.6 Concentração de Açúcares e Balanço de Massa do Sistema

A concentração de FOS, glicose e frutose na alimentação, permeado e retido, da UF do extrato de yacon, além da retenção observada para cada açúcar é apresentado na Tabela 3.

**Tabela 3.** Concentração de FOS, glicose e frutose em ( $\text{g.L}^{-1}$ ) e retenção observada (%) dos açúcares nas frações de alimentação, permeado e retido no processo de ultrafiltração do extrato de yacon para as membranas UF-10 e UF-30.

Amostra	FOS	Glicose	Frutose
UF-10 alimentação	10,88±0,008 <sup>aC</sup>	14,18±0,032 <sup>aB</sup>	21,90±0,022 <sup>aA</sup>
UF-10 permeado	6,91±0,005 <sup>cB</sup>	11,02±0,079 <sup>cA</sup>	10,77±0,083 <sup>cA</sup>
UF-10 retido	9,15±0,006 <sup>bA</sup>	12,66±0,046 <sup>bA</sup>	13,84±0,054 <sup>bA</sup>
$R_{\text{obs}}$ (%)	24,48	12,95	22,18
UF-30 alimentação	8,06±0,05 <sup>aC</sup>	17,29±0,01 <sup>aB</sup>	18,07±0,056 <sup>aA</sup>
UF-30 permeado	6,05±0,014 <sup>cC</sup>	11,57±0,047 <sup>cB</sup>	15,21±0,028 <sup>cA</sup>
UF-30 retido	6,47±0,009 <sup>bC</sup>	12,73±0,013 <sup>bB</sup>	17,15±0,068 <sup>bA</sup>
$R_{\text{obs}}$ (%)	6,49	9,11	11,31

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Letras maiúsculas iguais na mesma linha para o mesmo parâmetro indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Kuhn et al. [31] obtiveram FOS da transformação enzimática da sacarose a partir do melaço da cana-de-açúcar. As concentrações iniciais de FOS, glicose e frutose na alimentação do processo de nanofiltração foram de 13,1, 7,1 e 1,7  $\text{g.L}^{-1}$  respectivamente. Ao final do processo, as concentrações no permeado foram de 3,0, 4,1 e 0,9  $\text{g.L}^{-1}$  para FOS, glicose e frutose e no retido foram de 131,3, 42,3 e 10,5  $\text{g.L}^{-1}$ . Essas altas concentrações de açúcares obtidas no retido se devem ao alto fator de concentração (FC) de 12,8%, sendo definido como o quociente dos volumes inicial de alimentação e do retido no final no processo.

Comparativamente aos resultados de Kuhn et al. [31], este estudo resultou em um FC de 1,1%, apresentando concentrações semelhantes dos açúcares nas frações de permeado e retido, conforme a Tabela 3.

A capacidade seletiva da membrana, em relação a uma dada espécie, pode ser medida através da técnica de retenção, onde as misturas consistem em um solvente e um soluto, que por sua vez, é parcialmente ou totalmente retido pela membrana, enquanto as moléculas do solvente passam livremente pela membrana. O valor de  $R_{obs}$  varia entre 100% (retenção completa do soluto) e 0% (soluto e solvente atravessam livremente a membrana) [15]. O menor tamanho do poro favorece uma retenção mais alta dos solutos, enquanto o poro maior favorece o alto fluxo de permeado [51].

As membranas de UF, utilizadas neste estudo foram capazes de reter os açúcares FOS de acordo com o seu tamanho de poro. A maior  $R_{obs}$  dos FOS foi utilizando a membrana UF-10 (24,48%) em relação à membrana UF-30 (6,49%), essa diferença era esperada, devido às diferenças em relação à massa molar de corte. O mesmo foi observado para glicose e frutose. Kuhn et al. [31] ressaltam que os açúcares simples e os FOS possuem massa molar, em Dalton, menores que o tamanho de poro das membranas UF-10 e UF-30 (glicose e frutose: 180; sacarose: 342; 1-kestose (GF2): 504, nistose (GF3): 666 e frutofuranosil nistose (GF4): 828, GF<sub>5</sub>: 1080; GF<sub>6</sub>: 1260; GF<sub>7</sub>:1440; GF<sub>8</sub>: 1620; GF<sub>9</sub>: 1800), o que lhes permitiu passar através dos poros e serem recolhidos no permeado.

Kamada et al. [19], durante o processo combinado de UF-NF de uma mistura de açúcares provenientes do yacon, observaram retenção de 54,8% para os açúcares no processo de UF com membrana de 20 kDa e pressão de 5 bar, os açúcares que não foram retidos pela membrana de UF constituíram o permeado que foi utilizado no processo de nanofiltração, as retenções foram de 14,0% para monossacarídeos, 46,2% para dissacarídeos, 80,9% para trissacarídeos e 91,5 – 99,9% para açúcares com GP≥4, com uma membrana de 1 kDa e pressão de 5 bar.

Cissé et al. [30], estudaram a retenção de antocianinas presentes no hibisco utilizando membranas de UF de 5, 20 e 30 kDa e pressões de que variaram de 0,5 a 1,5 MPa. As porcentagens de retenção foram em torno de 83, 75 e 25% com a menor pressão e de 97, 82 e 35% utilizando a pressão de 1,5 MPa para as respectivas membranas. Os autores destacam que elevados níveis de retenção não eram esperados devido à baixa molar das antocianinas (600 Da) assim, concluíram que ocorreram interações entre os componentes da solução permeada e o material da membrana e interações com as macromoléculas retidas.

Mulder [15] explica que a concentração por polarização tem influência na retenção do soluto; isso ocorre na separação de misturas contendo solutos macromoleculares,

onde a polarização tem influência decisiva na seletividade do processo. As partículas de maior massa molar, retidas junto à membrana, acabam por formar uma camada na superfície desta, que atua retendo um maior número de solutos com menores massas molares.

A Tabela 4 indica os valores de pH e sólidos solúveis medidos na alimentação, permeado e retido nos processos com as membranas UF-10 e UF-30.

**Tabela 4.** pH e sólidos solúveis (°Brix) na alimentação, permeado e retido de nas membranas UF-10 e UF-30.

Amostra	pH	Sólidos solúveis
UF-10 alimentação	6,06±0,06 <sup>a</sup>	5,04±0,15 <sup>a</sup>
UF-10 permeado	5,94±0,06 <sup>a</sup>	4,46±0,16 <sup>b</sup>
UF-10 retido	5,72±0,16 <sup>a</sup>	4,82±0,12 <sup>a</sup>
UF-30 alimentação	6,11±0,14 <sup>a</sup>	4,85±0,14 <sup>a</sup>
UF-30 permeado	5,92±0,14 <sup>a</sup>	4,32±0,09 <sup>a</sup>
UF-30 retido	5,85±0,05 <sup>a</sup>	4,57±0,17 <sup>a</sup>

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Os sólidos solúveis mostraram um pequeno decréscimo na fração de permeado utilizando a membrana UF-10, isso pode ter sido causado pela água residual presente no sistema [55], resultando na diluição do extrato de yacon com a consequente diminuição do teor de açúcares. No processo de ultrafiltração do extrato de yacon, Kamada et al. [19] utilizando membrana de 20 kDa observaram o aumento dos sólidos solúveis de 2,0 °Brix no início do processo (alimentação) para 10,9 °Brix no retido final, a proporção de redução em peso do retido final foi de 3,3% da alimentação inicial. Kamada et al. [13] utilizando as mesmas condições para a purificação de oligossacarídeos, observaram um aumento de 2,4 para 14,5 °Brix na alimentação inicial para o retido final, com redução de 3,2% em relação a alimentação inicial.

O balanço de massa para o processo de UF é mostrado na Tabela 5.

**Tabela 5.** Balanço de massa para o processo de ultrafiltração nas membranas UF-10 e UF-30 nas frações de alimentação, permeado e retido. Massa (g), pureza (%), e rendimento ( $\text{g.kg}^{-1}_{\text{yacon}}$ ).

Amostra	Alimentação			Permeado			Retido			
	Massa	Pureza	Rend	Massa	Pureza	Rend	Massa	Pureza	Rend	
UF-10	FOS	30.66	25.42	8.91	1.42	24.08	0.41	28.52	25.28	8.28
	Glicose	39.94	33.11	11.60	2.26	38.40	0.66	37.05	32.84	10.76
	Frutose	50.01	41.47	14.53	2.21	37.52	0.64	47.25	41.88	13.72
	Total	120.61	100.00	35.04	5.89	100.00	1.71	112.82	100.00	32.76
UF-30	FOS	23.76	18.57	5.94	1.24	18.43	0.31	21.79	18.36	5.44
	Glicose	50.97	39.81	12.74	2.37	35.25	0.59	47.54	40.07	11.88
	Frutose	53.29	41.62	13.32	3.11	46.31	0.77	49.32	41.57	12.32
	Total	128.02	100.00	32.00	6.72	100.00	1.67	118.65	100.00	29.64

A análise da Tabela 5 mostra que ambas as membranas apresentaram resultados semelhantes para a quantidade em massa dos açúcares, da pureza e do rendimento na fração de permeado. No balanço de massa, as diferenças obtidas entre as somas das massas dos açúcares no permeado e retido comparado com a da massa total na alimentação é devido à água residual inicialmente presente no volume morto no sistema.

Com relação às frações de alimentação e retido, foram obtidos valores semelhantes de massa de açúcares, pureza e rendimento em ambas as membranas, isso ocorreu devido ao baixo FC do sistema (1,1%). Kamada et al. [19] obtiveram um FC de 3,3% na purificação e concentração de açúcares FOS do yacon pela tecnologia de membranas.

Um maior fator de concentração proporcionaria um maior rendimento dos açúcares no processo de UF. As porcentagens em massa dos açúcares separados no permeado foram de 4,9% e 5,5% nas membranas de UF-10 e UF-30, sendo os rendimentos do processo de 1,71 e 1,67  $\text{g.kg}^{-1}_{\text{yacon}}$  respectivamente. Alles [55] reduziu o volume inicial a metade, encontrando um FC de 2,0% utilizando membranas de 10 e 30 kDa na concentração de FOS do yacon encontrando que 40% das massas dos açúcares foram recolhidos no permeado com um rendimento do processo de 22,95  $\text{g.kg}^{-1}_{\text{yacon}}$  com a membrana UF-30. Conforme Afonso et al. [70] e Bacchin et al. [47], quanto maior o FC maior a concentração da fração do retentando, logo menor é o fluxo de permeado. Isso é consequência do aumento da pressão osmótica, do *fouling* e do acúmulo de moléculas de soluto na camada polarizada da membrana (aumentando a espessura da mesma e, portanto, a resistência à permeação).

A pureza dos FOS para o processo relacionado com as duas membranas não apresentou um percentual elevado, 24,08% e 18,43% para a UF-10 e UF-30, respectivamente. Em estudo realizado por Pedreschi et al. [71] sobre o consumo seletivo de açúcares do yacon por cepas probióticas de *Bifidobacterium* e *Lactobacillus*, concluiu-se que o yacon é composto por 27% de frutanas do tipo GF<sub>2</sub>, 54% de GF<sub>3</sub> e 19% de moléculas do tipo GF<sub>n≥4</sub>. Ou seja, 81% dos FOS presentes no yacon são oligômeros de cadeia curta, com apenas duas ou três unidades frutossil polimerizadas, possuindo pequena diferença de massa molar em relação à frutose e glicose. Assim, as membranas utilizadas neste estudo possuem uma distribuição de tamanho de poros superior a massa molar dos açúcares, o que não permite o fracionamento eficaz destas moléculas.

O maior percentual de pureza dos FOS observado para o processo com a membrana UF-10, ocorreu devido ao menor tamanho de poro desta membrana, que reteve uma maior quantidade de sólidos com massas molares superiores a dos açúcares e ao poro da membrana. Kuhn et al. [31] em um processo para purificação de FOS obtidos da transformação enzimática da sacarose a partir do melaço da cana-de-açúcar, alcançaram pureza superior a 90% utilizando dois estágios de nanofiltração com dialfiltração. Kamada et al. [19] obteve FOS com 81% de pureza quando utilizada a UF, no processo combinado de UF-NF a pureza aumentou para 98%. Alles [55] obteve 19,75% de pureza dos FOS do yacon em um processo combinado de UF-NF com dialfiltração.

#### 4. CONCLUSÃO

Os efeitos da pressão e da temperatura foram avaliados sobre as resistências total, da membrana, do *fouling* e da polarização, encontrando-se que o aumento da pressão resultou em um leve incremento nos valores de todas as resistências, e o aumento da temperatura não afetou os valores de R<sub>t</sub> e R<sub>m</sub>, entretanto R<sub>f</sub> e R<sub>c</sub> diminuíram com o aumento da temperatura.

A porcentagem de *fouling* foi de 61,24% para a UF-10 e 57,33% para a UF-30, e após limpeza química da membrana resultou em uma recuperação de fluxo de 76,46 e 83,56% respectivamente.

A retenção dos açúcares FOS, glicose e frutose foram de 24,48, 12,95 e 22,18% para a membrana UF-10 e de 6,49, 9,11 e 11,31% para a UF-30.

O rendimento dos FOS no permeado foi de 0,31 e 0,41 g.kg<sup>-1</sup><sub>yacon</sub> para a UF-10 e UF-30, respectivamente e os mesmos apresentaram purezas de 24,08% para a UF-10 e 18,43% para a UF-30.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] E. Zardini, Ethnobotanical notes on “Yacon”, *Polymnia sonchifolia* (Asteraceae), *Economix Boanic Bronx*, 45 (1991) 72-85.
- [2] K. Goto, K. Fukai, J. Hikida, F. Nanjo, Y. Hara, Isolation and structural analysis of oligosaccharides from yacon (*Polymnia sonchifolia*), *Bioscience Biotechnology Biochemistry*, 59 (1995) 2346-2347.
- [3] M.L. Cazetta, P.M.M. Martins, R. Monti, J. Contiero, Yacon (*Polymnia sanchifolia*) extract as a substrate to produce inulinase by *Kluyveromyces marxianus* var. *bulgaricus*, *Journal of Food Engineering*, 66 (2005) 301–305.
- [4] I. Ojansivu, C.L. Ferreira, S. Salminen, Yacon, a new source of prebiotic oligosaccharides with a history of safe use, *Trends in Food Science & Technology*, 22 (2011) 40-46.
- [5] C.C. Lago, A. Bernstein, A. Brandelli, C.Z. Noreña, Characterization of Powdered Yacon (*Smallanthus sonchifolius*) Juice and Pulp. *Food and Bioprocess Technology*, Food and Bioprocess Technology, 5 (2012) 2183-2191.
- [6] D. Campos, I. Betalleluz-Pallardel, R. Chirinos, A. Aguilar-Galvez, G. Noratto, R. Pedreschi, Prebiotic effects of yacon (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl), a source of fructooligosaccharides and phenolic compounds with antioxidant activity, *Food Chemistry*, 135 (2012) 1592–1599.
- [7] I. Santana, M.N. Cardoso, Raiz tuberosa de yacon (*Smallanthus sonchifolius*): potencialidades de cultivo, aspectos tecnológicos e nutricionais, *Ciência Rural*, 38 (2008) 898-905.
- [8] S.M.C. Vilhena, F.L.A. Câmara, S.T. Kakihara, O cultivo de yacon no Brasil, *Horticultura Brasileira*, 18 (2000) 5-8.
- [9] B. Villegas, E. Costell, Flow behaviour of inulin–milk beverages. Influence of inulin average chain length and of milk fat content, *International Dairy Journal*, 17 (2007) 776-781.

- [10] D.H. LEWIS, Nomenclature and diagrammatic representation of oligomeric fructans. A paper for discussion, *New Phytologist*, 124 (1993) 583–594.
- [11] D. Meyer, S. Bayarri, A. Tárrega, E. Costell, Inulin as texture modifier in dairy products, *Food Hydrocolloids*, 25 (2011) 1881–1890.
- [12] R. Gibson, M. Roberfroid, Dietary modulation of the human colonic microbiota: updating the concept of prebiotics, *Journal of Nutrition*, 125 (1995) 1401-1412.
- [13] T. Kamada, M. Nakajima, H. Nabetani, N. Saglam, S. Iwamoto, Availability of membrane technology for purifying and concentrating oligosaccharides, *European Food Research and Technology*, 214 (2002) 435-440.
- [14] C. Baldasso, T.C. Barros, I.C. Tessaro, Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration, *Desalination*, 278 (2011) 381–386.
- [15] M. Mulder, *Basic principles of membrane technology*, second ed., Kluwer Academic Publishers Group, Netherlands, (1996) pp.1-88.
- [16] W.H. Modler, *Milk Processing*. In: N. Shuryo, W.H. Modler, *Food protein processing applications*, first ed., Wiley, New York, 2000.
- [17] A. Cassano, C. Conidi, E. Drioli, Clarification and concentration of pomegranate juice (*Punica granatum L.*) using membrane processes, *Journal of Food Engineering*, 107 (2011) 366–373.
- [18] C.F. Gibertoni, A.M.P. Nogueira, W.G. Venturini, Ultra e micro filtração de suco de yacon (*Polymnia sonchifolia*) na obtenção de xarope rico em frutanos, *Revista Raízes e Amidos Tropicais*, 2 (2006) 68-81.
- [19] T. Kamada, M. Nakajima, H. Nabetani, S. Iwamoto, Pilot-scale study of the purification and concentration of non-digestible saccharides from yacon rootstock using membrane technology, *Food Science and Technology Research*, 8 (2002) 172-177.
- [20] M.L. Wu, R. R. Zall, W. C. Tzeng, Microfiltration and ultrafiltration comparison of apple juices clarification, *Journal of Food Science*, 55 (1990) 1162-1163.

- [21] C.F. Scher, A.O. Rios, C.P.Z. Noreña, Hot air drying of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) and its effect on sugar concentrations, *International Food Science and Technology*, 44 (2009) 2169-2175.
- [22] L. Fante, C.P.Z. Noreña, Enzyme inactivation kinetics and colour changes in Garlic (*Allium sativum* L.) blanched under different conditions, *Journal of Food Engineering*, 108 (2012) 436–443.
- [23] J.T.C.L. Toneli, F.E.X. Mürr, P. Martinelli, I.M. Dal Fabbro, K.J. Park, Optimization of a physical concentration process for inulin, *Journal of Food Engineering*, 80 (2007) 832–838.
- [24] V. Lattanzio, V. Linsalata, S. Palmieri, C. Van Sumere, The beneficial effect of citric and ascorbic acid on the phenolic browning reaction in stored artichoke, *Food Chemistry*, 33 (1989) 93-106.
- [25] P. Rai, G.C. Majumdar, S. Das Gupta, S. De, Effect of various pretreatment methods on permeate flux and quality during ultrafiltration of mosambi juice, *Journal of Food Engineering*, 78 (2007) 561–568.
- [26] J. de Bruijn, A. Venegas, R. Borquez, Influence of crossflow ultrafiltration on membrane fouling and apple juice quality, *Desalination*, 148 (2002) 131–136.
- [27] R. Jiraratananon, A. Chanachai, A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice, *Journal of Membrane Science*, 111 (1996) 39–48.
- [28] N.K. Saha, M. Balakrishnan, M. Ulbricht, Sugarcane juice ultrafiltration: FTIR and SEM analysis of polysaccharide *fouling*, *Journal of Membrane Science*, 306 (2007) 287-297.
- [29] R. Liikanen, J. Yli-Kuivila, R. Laukkanen, Efficiency of various chemical cleanings for nanofiltration membrane fouled by conventionally-treated surface water, *Journal of Membrane Science*, 195 (2002) 265–276.
- [30] M. Cissé, F. Vaillant, D. Pallet, M. Dornier, Selecting ultrafiltration and nanofiltration membranes to concentrate anthocyanins from roselle extract (*Hibiscus sabdariffa* L.), *Food Research International*, 44 (2011) 2607–2614.

- [31] R.C. Kuhn, F.M. Filho, V. Silva, L. Palacio, A. Hernandez, P. Pradanos, Mass transfer and transport during purification of fructooligosaccharides by nanofiltration, *Journal of Membrane Science*, 365 (2010) 356-365.
- [32] AOAC, Official methods of analysis of the association of official analytical chemists, 15 ed., Washington, USA, 1990.
- [33] AOAC, Official methods of analysis of the association of official analytical chemists, 17 ed., Washington, USA, 2000.
- [34] A. Zuleta, M. Sambucetti, Inulin Determination for Food Labeling, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49 (2001) 4570-4572.
- [35] C.C. Nieto, Agronomical and bromatological studies in jicama (*Polymnia sonchifolia* Poep et Endl.). *Archivos Latino Americanos de Nutrición*, 41 (1991) 213-221.
- [36] A. Grau, J. Rea, Yacon *Smallanthus sonchifolius*. (Poepp. & Endl.) H. Robinson. In: M. Hermann, J. Heller, Andean roots and tubers: Ahipa, arracacha, maca and yacon, (1997) pp. 199-242.
- [37] S.M.C. Vilhena, Ciclo de cultivo e técnicas pós-colheita de yacon (*Polymnia sonchifolia* Poep. Endl.) em função do conteúdo de frutose total nos órgãos subterrâneos, Tese de Doutorado. Universidade Estadual Paulista, Botucatu –SP, 83 p., 2001.
- [38] J. Lachman, E.C. Fernández, M. Orsák, Yacon [*Smallanthus sonchifolia* (Poepp. et Endl.) H. Robinson] chemical composition and use – a review, *Plant Soil Environment*, 49 (2003) 283–290.
- [39] S. Graefe, M. Hermann, I. Manrique, S. Golombek, A. Buerkert, Effects of post-harvest treatments on the carbohydrate composition of yacon roots in the Peruvian Andes, *Field Crops Research*, 86 (2004) 157-165.
- [40] I. Manrique, A. Párraga, M. Hermann, Conservación y uso de La biodiversidad de raíces y tubérculos Andinos: Uma década de investigación para el desarrollo (1993-2003). Jarabe de yacón: principios y procesamiento, Centro Internacional de La Papa, Lima, Peru, (2005) pp. 1-40.

- [41] J.A. Ribeiro, Estudos químico e bioquímico do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) *in natura* e processado e influência do seu consumo sobre níveis glicêmicos e lipídeos fecais de ratos, Dissertação de Mestrado Universidade Federal de Lavras, Lavras – MG, 181p., 2008.
- [42] T. Asami, M. Kubota, K. Minamisawa, T. Tsukihashi, Chemical composition of yacon, a new root crop from the Andean highlands. *Japanese Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, 66 (1989) 122-126.
- [43] K.M. Persson, G.V. Gun Trägårdh, Study of membrane compaction and its influence on ultrafiltration water permeability, *Journal of Membrane Science*, 100 (1995) 155-162.
- [44] G. Arthanareeswaran, D. Mohan, M. Raajenthiren, Preparation, characterization and performance studies of ultrafiltration membranes with polymeric additive, *Journal of Membrane Science*, 350 (2010) 130-138.
- [45] G.T. Vladisavljevic, P. Vukosavljevic, B. Bukvic, Permeate flux and fouling resistance in ultrafiltration of depectinized apple juice using ceramic membranes, *Journal of Food Engineering*, 60 (2003) 241–247.
- [46] M. Cheryan, *Ultrafiltration and Microfiltration Handbook*, Lancaster, Technomic Publishing Company, 1998.
- [47] R. Reis, A. Zydnei, Protein ultrafiltration. In: M.C. Flickinger, S.W. Drew (Eds.), *Encyclopedia of Bioprocess Technology: Fermentation, Biocatalysis, and Bioseparation*, New York, John Wiley & Sons, (1999) pp.2197–2214.
- [48] P. Bacchin, P. Aimar, R.W. Field, Critical and sustainable fluxes: Theory experiments and applications, *Journal of Membrane Science*, 281 (2006) 42-69.
- [49] R. Reis, A. Zydnei, Bioprocess membrane technology, *Journal Membrane Science*, 297 (2007) 16-50.
- [50] A. Cassano, A. Mecchia, E. Drioli, Analyses of hydrodynamic resistances and operating parameters in the ultrafiltration of grape must, *Journal of Food Engineering*, 89 (2008) 171–177.

- [51] R.W. Baker, Membrane Technology and Applications, second ed., John Wiley & Sons, England, 2004.
- [52] A. Rektor, N. Pap, Z. Kókai, R. Szabó, G. Vatai, E. Békássy-Molnár, Application of membrane filtration methods for must processing and preservation, *Desalination*, 162 (2004) 271-277.
- [53] A.C. Habert, C.P. Borges, R. Nobrega, *Processo de Separação por Membranas*. Editora E-papers, Rio de Janeiro, 2006.
- [54] Y-M. Lo, S-T. Yang, D.B. Min, Kinetic and feasibility studies of ultrafiltration of viscous xanthan gum fermentation broth, *Journal of Membrane Science*, 117 (1996) 237-249.
- [55] M.J.L. Alles, *Aplicação de processos de separação por membranas para a obtenção de frutooligossacarídeos funcionais a partir da raiz de yacon (*Smallanthus sonchifolius*)*, Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre– RS, 111p., 2012.
- [56] S.T. Hwang, K. Kammermeyer, Membranes in Separations. In: CHERYAN, M. (Ed.). *Ultrafiltration and microfiltration handbook*, Lancaster, Technomic Publishing Company, 1998.
- [57] R.A.R. Figueroa, A. Cassano, E. Drioli, Ultrafiltration of orange press liquor: Optimization for permeate flux and fouling index by response surface methodology, *Separation and Purification Technology*, 80 (2011) 1–10.
- [58] B.Q. Liao, D.M. Bagley, H.E. Kraemer, G.G. Leppard, S.N. Liss, A review of biofouling and its control in membrane separation bioreactors, *Water Environmental Research*, 76 (2004) 425-436.
- [59] P. Czekaj, F. López, C. Güell, Membrane fouling by turbidity constituents of beer and wine: characterization and prevention by means of infrasonic pulsing, *Journal of Food Engineering*, 49 (2001) 26–36.

- [60] H. Li, V. Chen, Membrane fouling and cleaning in food and bioprocessing. In: Z.F. Cui, H.S. Muralidhara, Membrane Technology. A Practical Guide to Membrane Technology and Applications in Food and Bioprocessing, Elsevier, 2010, Chapter 10.
- [61] T.Y. Wu, A.W. Mohammad, J.M. Jahim, N. Anuar, Palm oil mill effluent (POME) treatment and bioresources recovery using ultrafiltration membrane: Effect of pressure on membrane fouling, *Biochemical Engineering Journal*, 35 (2007) 309–317.
- [62] J. Lindau, A.S. Jönsson, Cleaning of ultrafiltration membranes after treatment of oily waste water, *Journal of Membrane Science*, 87 (1994) 71-78.
- [63] P. Fu, H. Ruiz, J. Lozier, K. Thompson, C. Spangenberg, A pilot-study on groundwater natural organics removal by low-pressure membranes, *Desalination*, 102 (1995) 47-56.
- [64] S.L.C. Rodrigues, R.L.S. Moreira, M.H. Cardoso, F. Merçon, Avaliação de parâmetros de ultrafiltração de suco de banana, *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 23 (2003) 98-101.
- [65] M. Beyer, B. Lohrengel, L.D. Nghiem, Membrane fouling and chemical cleaning in water recycling applications, *Desalination*, 250 (2010) 977–981.
- [66] V. Gökmen, O. Cetinkaya, Effect of pretreatment with gelatin and bentonite on permeate flux and fouling layer resistance during apple juice ultrafiltration, *Journal of Food Engineering*, 80 (2007) 300–305.
- [67] Y. Wan, A. Prudente, S. Sathivel, Purification of soluble rice bran fiber using ultrafiltration technology, *LWT - Food Science and Technology*, 46 (2012) 574-579.
- [68] J.P. Labbe, A. Quemeiras, F. Michel, G. Daufin, Fouling of inorganic membranes during whey ultrafiltration: analytical methodology, *Journal of Membrane Science*, 51 (1990) 293–307.
- [69] M.F.A. Goosen, S.S. Sablani, S.S. Al-Maskari, R.H. Al-Belushi, M. Wilf, Effect of feed temperature on permeate flux and mass transfer coefficient in spiral-wound reverse osmosis systems, *Desalination*, 144 (2002) 367–372.

[70] M.D. Afonso, J. Ferrer, R. Bórquez, An economic assessment of proteins recovery from fish meal effluents by ultrafiltration, *Trends in Food Science and Technology*, 15 (2004) 506-512.

[71] R. Pedreschi, D. Campos, G. Noratto, R. Chirinos, L. Cisneros-Zevallos, Andean yacon root (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. Endl) fructooligosaccharides as a potential novel source of prebiotics, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51 (2003) 5278-5284.

### CAPÍTULO 3

**Caracterização do pó obtido do permeado do extrato de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) por ultrafiltração e desidratado por *spray drying* e avaliação da atividade prebiótica**

Artigo a ser formatado e submetido para publicação na revista *Food and Bioprocess Processing*.

## **Caracterização do pó obtido do permeado do extrato de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) por ultrafiltração e desidratado por *spray drying* e avaliação da atividade prebiótica**

Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Laboratório de Engenharia e Processos em Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil, Av. Bento Gonçalves, nº9500, Prédio 43.212, CEP 91501-970.

**Resumo:** O presente trabalho teve como objetivo avaliar as características físico-químicas do pó obtido por *spray drying*, a partir do permeado obtido da separação por ultrafiltração do extrato de yacon com membranas de 10 e 30 kDa e avaliação da atividade prebiótica no produto final. Foram estudadas as temperaturas do ar de secagem de 140 e 160°C e concentrações de goma arábica de 10 e 15%. As amostras apresentaram valores de solubilidade superiores a 90% enquanto que a higroscopicidade diminuiu com o aumento da concentração de goma e da temperatura de secagem. A microscopia eletrônica mostrou uma forte tendência à aglomeração das partículas menores em torno das maiores, principalmente na temperatura de 140°C. Com relação à cor, o parâmetro  $L^*$  mostrou que a secagem a 160°C apresentou amostras mais escuras e os parâmetros  $a^*$  e  $b^*$  indicaram que todas as amostras foram esverdeadas e amareladas, com índice de escurecimento significativamente maior a 160°C provenientes da membrana UF-30. Durante a secagem as concentrações de inulina diminuíram, enquanto que os teores de glicose e frutose aumentaram devido à reação de termólise que levou a degradação das cadeias de inulina com a temperatura de secagem. Os escores de atividade prebiótica mostraram que as amostras provenientes dos extratos obtidos no permeado e retido tiveram atividade prebiótica enquanto que para os tratamentos encapsulados, apenas os provenientes da membrana UF-30 metabolizados pelo *Lactobacillus acidophilus* LA-5®, apresentaram escores de atividade sem diferença significativa ao da glicose.

Palavras chave: Yacon, *spray drying*, inulina, atividade prebiótica.

## 1. INTRODUÇÃO

O foco na alimentação e saúde da população em geral, provocou um intenso interesse na identificação de novos alimentos e ingredientes funcionais; assim, a indústria de alimentos está atualmente interessada em melhorar os benefícios nutricionais dos produtos sem comprometer suas propriedades tecnológicas.

O yacon (*Smallanthus sonchifolius*) é uma planta cultivada em muitos países andinos como Equador, Peru e Bolívia (Campos et al., 2012; Cazetta et al., 2005; Goto et al., 1995; Lago et al., 2012; Ojansivu et al., 2011; Zardini, 1991). Produz grandes raízes tuberosas que possuem polpa similar à batata doce em aparência, com gosto doce devido à abundância de carboidratos, como frutose, glicose, sacarose e inulina com grau de polimerização (DP) máximo de 12 (Lachman et al., 2003; Villegas e Costell, 2007). A inulina presente no yacon possui baixo DP, entre 3 e 10, sendo então designada como frutooligossacarídeos (FOS) (Goto et al., 1995).

Além disso, o yacon possui grande quantidade de água, superior a 70% do peso fresco e suas raízes carecem de amido, o que as torna potencialmente benéficas na dieta de indivíduos com diabetes (Lachman et al., 2003; Neves e Silva, 2007). De acordo com Ojansivu et al. (2011), o consumo de yacon é recomendado no controle de peso, pois possui valores calóricos relativamente baixos. Em adição a estes benefícios para a saúde, há relatos de seus efeitos antioxidantes (Takenaka et al., 2003; Yan et al., 1999).

Os FOS, definidos como uma combinação de três açúcares, 1-kestose (GF<sub>2</sub>), nistose (GF<sub>3</sub>) e frutofuranosil nistose (GF<sub>4</sub>) em que as unidades frutossiltransferase (F) são ligados na posição  $\beta(2\rightarrow1)$  da sacarose (GF) (Lewis, 1993), são considerados prebióticos, pois estimulam seletivamente a multiplicação e a atividade de bifidobactérias e lactobacilos no intestino (Cummings e Macfarlane, 2002; Lachman et al., 2003; Passos e Park, 2003), proporcionando o aumento da resistência às infecções do intestino devido à produção de substâncias imunomoduladoras (Matusek et al., 2011). Para manter essas propriedades, os FOS devem ser quimicamente estáveis sob tratamentos como calor e pH (Huebner et al., 2008). Kuhn et al. (2010) determinaram a massa molar dos açúcares principais que compõem os FOS (GF<sub>2</sub>: 504; GF<sub>3</sub>: 666; GF<sub>4</sub>: 828 Dalton) além de outros açúcares de maior grau de polimerização (GF<sub>5</sub>: 1080; GF<sub>6</sub>: 1260; GF<sub>7</sub>: 1440; GF<sub>8</sub>: 1620 e GF<sub>9</sub>: 1800 Dalton).

Uma técnica muito empregada, nos últimos anos, para separar constituintes como os FOS de suas fontes naturais é o processo de separação por membranas (PSM). Kamada et al. (2002a) destacam que esse método possui maior seletividade, quando comparado a outros processos convencionais de filtração; além disso, não faz uso de

produtos químicos durante a separação, apenas de uma diferença de pressão como força motriz, capaz de separar os compostos de interesse.

Alguns autores têm destacado o emprego do PSM na purificação de oligossacarídeos presentes nos carboidratos. Gibertoni et al. (2006) avaliaram a produção de um xarope rico em frutanos a partir do suco de yacon clarificado empregando membranas cerâmicas de micro e ultrafiltração. Kamada et al. (2002b) avaliaram o efeito da ultra e nanofiltração, na purificação e concentração de FOS da raiz de yacon, conseguindo a remoção da maior parte dos mono e dissacarídeos e obtendo um produto concentrado, com moléculas de grau de polimerização (DP) de três ou mais, com 98% de pureza.

O encapsulamento de componentes ativos mediante a secagem por *spray drying*, tornou-se um dos métodos mais usados de revestimento, cujo objetivo principal é a formação de uma barreira entre o núcleo, constituído pelos componentes ativos, e o ambiente, capaz de protegê-lo contra o oxigênio, luz, umidade ou evitar o contato com outros ingredientes (Pérez-Alonso et al., 2003; Rosenberg et al., 1990; Saénz et al., 2009), retardando dessa forma, alterações que possam resultar em perda de aroma, alteração de cor ou perda do valor nutricional (Pszczola, 1998; Reineccius, 1991;).

O processo de secagem por *spray drying* é muito rápido, consistindo em uma intensa evaporação da água da superfície, mantendo a temperatura baixa no interior das partículas até o estado seco ser atingido (Fang e Bhandari, 2012; Jinapong et al., 2008; Masters, 1991; Ré, 1998). O pó obtido deve possuir boas propriedades, tais como boa manipulação, capacidade de mistura com água ou outros pós, além de prevenir a perda de componentes voláteis e estender a vida útil do produto (Fuchs et al., 2006).

De acordo com Ferrari et al. (2012), altas temperaturas de secagem resultam em produtos de baixa umidade com maior facilidade em absorver água, ou maior higroscopicidade. Além disso, o comportamento pegajoso de materiais com grandes quantidades de açúcares de baixa massa molar, tais como glicose, frutose e sacarose estão relacionados à sua baixa temperatura de transição vítrea (glicose: 31°C, frutose: -5°C, sacarose: 62°C), de modo que a mobilidade molecular desses compostos é alta quando a temperatura da partícula seca por pulverização está 20°C acima da temperatura de transição vítrea (Bhandari et al., 1997; Roos, 1993).

A goma arábica ou goma acácia é muito utilizada na microencapsulação por *spray drying*, pois apresenta características como alta solubilidade, baixa higroscopicidade e boas propriedades emulsificantes (Carneiro et al., 2013). Uma importante característica deste polissacarídeo é proteger o núcleo e permitir que a liberação do material do núcleo ocorra lentamente com o tempo, ou a partir da ocorrência de certa perturbação. A liberação controlada ajuda a evitar a utilização inefetiva e a perda de compostos durante

o processamento (Risch e Reineccius, 1995). Além disso, a goma arábica é uma fonte nativa de fibra solúvel, apresentando efeito prebiótico que proporciona benefícios à saúde, pois possui alta tolerância digestiva, impacto benéfico no índice glicêmico do produto final e baixo valor calórico (Ali et al., 2009).

Esta goma tem sido empregada no encapsulamento de diversos produtos, tais como sucos de melancia, manga e açaí (Cano-Chauca et al., 2005; Quek et al., 2007; Tonon et al., 2008), no entanto não foram encontradas publicações sobre o seu uso na secagem por *spray drying* em combinação com FOS. Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar as características físico-químicas do pó, proveniente do permeado da ultrafiltração do extrato de yacon e seco por atomização, utilizando goma arábica como agente encapsulante. Foram avaliadas características como umidade, atividade de água, cor, solubilidade, higroscopicidade, microestrutura, atividade prebiótica e a concentração dos açúcares glicose, frutose e inulina.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Matéria-prima**

As raízes de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) foram provenientes do Estado de São Paulo e adquiridas na Central de Abastecimento do Rio Grande do Sul – CEASA na cidade de Porto Alegre – RS, Brasil. As raízes foram limpas e selecionadas considerando a ausência de injúrias visuais e infecções, ficando armazenadas sob refrigeração ( $8^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ ) até o momento do uso, por um período máximo de 3 dias.

### **2.2 Processo de Inativação Enzimática e Obtenção do Extrato de Yacon**

As raízes de yacon foram descascadas, cortadas em rodela com um diâmetro médio de  $4,55\pm 0,25$  mm e espessura de  $1,75\pm 0,35$  mm, utilizando um cortador de vegetais (Scher et al., 2009) e submetidas ao branqueamento mediante vapor a  $100^{\circ}\text{C}$  por 4 minutos, seguido do resfriamento em banho de gelo durante 3 minutos (Fante e Noreña, 2012); das fatias branqueadas foi extraído o suco empregando um processador de alimentos. Da polpa obtida após a separação do suco, foram extraídos os açúcares restantes mediante a adição de água a  $80^{\circ}\text{C}$  numa proporção de 2:1 (massa água/massa polpa), mantendo a mistura a  $80^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  durante uma hora, de acordo com a metodologia proposta por Toneli et al. (2007). O suco do yacon e a solução líquida obtida da polpa, foram separadamente filtrados a vácuo, em bomba modelo 613 da Cientec (Piracicaba, SP) à pressão de 400 mmHg, empregando papel filtro Whatman nº01. A mistura dos

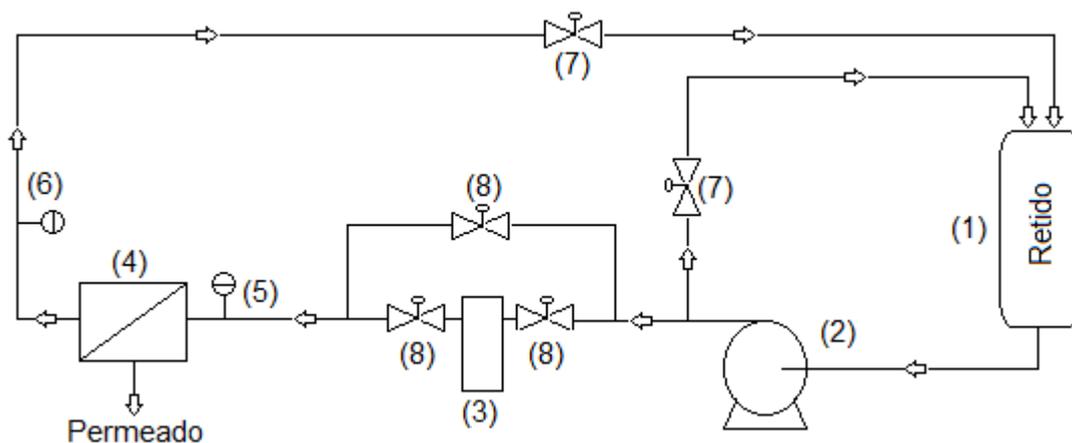
filtrados constituiu o extrato de yacon que foi congelado a  $-18^{\circ}\text{C}$  até o momento do uso, por um período máximo de 2 meses.

### 2.3 Processo de Separação por Membranas

Para o processo de separação por membranas (PSM), o extrato de yacon foi descongelado e adicionou-se 1% (p/v) de ácido cítrico com o objetivo de evitar a possível oxidação pelo contato com componentes metálicos utilizados no equipamento de PSM, seguindo o método descrito por Lattanzio et al. (1989). O extrato assim tratado foi pré filtrado em papel filtro Whatman nº01 para retirar partículas sólidas em suspensão.

Foram empregadas membranas poliméricas de ultrafiltração (UF), com massa molar nominal de corte (NMWCO) de 10.000 e 30.000 Daltons, fabricadas em polietersulfona (PES) pela Synder Filtration Headquarters (Vacaville, USA). As membranas foram instaladas em um módulo plano com área de superfície da membrana de  $0,008118\text{ m}^2$ .

O processo de UF foi realizado em uma unidade montada para este fim, representada esquematicamente na Figura 1.



**Figura 1.** Representação esquemática do processo de UF. Legenda: (1) tanque de alimentação; (2) bomba; (3) pré-filtro; (4) módulo de membrana; (5) manômetro de entrada; (6) manômetro de saída; (7) válvula de controle de pressão; (8) válvula de bypass.

O processo foi realizado a  $25^{\circ}\text{C}$  (temperatura que proporcionou o melhor fluxo em ambas membranas) com recirculação total do retido no tanque de alimentação, em um sistema de separação composto por um pré-filtro com tamanho de poro de  $5\ \mu\text{m}$  capaz de reter partículas grandes que poderiam causar algum tipo de entupimento, seguido pela passagem na membrana de UF. O fluxo do permeado foi medido a cada 15 minutos na

primeira hora e a cada 30 até o final do processo. O processo de UF foi conduzido durante 6 horas para a UF-10 e durante 5 horas e 30 minutos para a UF-30, tempo necessário para o recolhimento de aproximadamente 200 mL de permeado. Ao final do processo o permeado e o retido foram acondicionados separadamente e congelados a  $-18^{\circ}\text{C}$ . As amostras do permeado foram utilizadas no processo de secagem em *spray dryer*, devido à maior quantidade de açúcares simples e FOS presentes nas amostras.

## 2.4 Processo de Encapsulação

O permeado obtido no PSM foi encapsulado nas condições indicadas na Tabela 1, empregando Goma Arábica Instantgum BA (Nexira Brasil Comercial Ltda., São Paulo, Brasil) como material de parede e desidratado por atomização, utilizando Mini-Spray-Dryer modelo LM MSDi 1.0 Labmaq (Ribeirão Preto, SP), com um bico de diâmetro de 1.0 mm. A alimentação do secador foi realizada através de uma bomba peristáltica com vazão de 0,60 L/h, pressão de ar comprimido  $3,5 \text{ kgf/cm}^2$  e vazão de ar de atomização 40,5 L/h.

**Tabela 1.** Condições de secagem do permeado proveniente da UF-10 e UF-30 no processo de encapsulação.

Goma arábica	Temperatura de entrada do ar de secagem
10%	$140 \pm 1^{\circ}\text{C}$
15%	$140 \pm 1^{\circ}\text{C}$
10%	$160 \pm 1^{\circ}\text{C}$
15%	$160 \pm 1^{\circ}\text{C}$

O pó encapsulado foi acondicionado em saco plástico de polietileno de alta densidade e mantido em dessecador hermeticamente fechado, contendo sílica à temperatura ambiente, até o momento das análises, por um período máximo de 3 dias.

## 2.5 Análises Físico-Químicas

### 2.5.1 Determinação de Umidade

A determinação de umidade foi realizada de acordo com o método n<sup>o</sup> 984.25 da AOAC (1990).

### 2.5.2 Determinação de Atividade de Água

A atividade de água da amostra foi medida em um analisador marca Aqualab 3TE (Pullman, USA), através do método n° 978.18 da AOAC (1990).

### 2.5.3 Determinação de Cor

A cor das amostras em pó foi determinada utilizando placas de Petri de 5 cm de diâmetro e 1 cm de altura cheias até o topo com o material em pó (Ancos et al., 1999), por meio de leitura direta em colorímetro Minolta (CR400/410) calibrado com uma placa de cerâmica branca ( $L^* = 97,47$ ;  $a^* = 0,08$  e  $b^* = 1,76$ ). A cor foi registrada através do sistema tridimensional CIEL\*a\*b\*, onde  $L^*$  indica a luminosidade (variando de 0 - preto a 100 - branco),  $a^*$  é uma medida que varia do verde (-60) ao vermelho (+60) e  $b^*$  varia do azul (-60) ao amarelo (+60). Os parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  foram utilizados para calcular os valores de *Chroma* (saturação de cor) (Equação 1), *Hue* (ângulo de tonalidade) (Equação 2) e IE (Índice de escurecimento) (Equação 3) descritas por Palou et al. (1999).

$$Chroma = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (1)$$

$$Hue = \tan^{-1} \left( \frac{b^*}{a^*} \right) \quad (2)$$

$$IE = \frac{[100 * (x - 0,31)]}{0,17} \quad (3)$$

onde

$$x = \frac{(a^* + 1,75.L^*)}{[(5,645.L^*) + a^* - (3,012.b^*)]}$$

### 2.5.4 Determinação de Solubilidade

A solubilidade foi determinada de acordo com a metodologia descrita por Cano-Chauca et al. (2005), com algumas modificações. Aproximadamente 1 g do pó foi adicionado em 100 mL de água destilada e misturado em agitador magnético durante 5 minutos. A solução resultante foi colocada em tubos falcon de 50 mL e acondicionadas em centrífuga modelo Sigma 4K15 (Germany), a uma velocidade de 3000xg durante 15 minutos. Uma alíquota de 25 mL do sobrenadante foi transferida para copos de béquer e a amostra foi seca em estufa a 105°C durante 7 h. A solubilidade foi calculada por diferença de massa segundo a Equação 4:

$$\text{Solubilidade} = \frac{(P_a - P_b)}{0,25} \times 100\% \quad (4)$$

onde  $P_a$  (g) é a massa do béquer mais a amostra após 7 horas e  $P_b$  (g) é a massa inicial do béquer tarado.

### 2.5.5 Determinação de Higroscopicidade

A higroscopicidade foi determinada de acordo com o método proposto por Tonon et al. (2009). Aproximadamente 1 g de amostra do pó atomizado foi pesado e acondicionado em um recipiente contendo solução saturada a 75% de cloreto de sódio (NaCl) e hermeticamente fechado; as amostras foram colocadas em incubadora modelo 411/FDP, Ethik Technology (Vargem Grande Paulista, SP) a 25°C e pesadas em intervalos de 48 h até que o equilíbrio fosse atingido. A análise da higroscopicidade foi expressa em %, utilizando a Equação 5 de acordo com Caparino et al. (2012):

$$HG = \left( \frac{\frac{\Delta_m}{(M + M_i)}}{1 + \frac{\Delta_m}{M}} \right) \times 100 \quad (5)$$

onde  $\Delta_m$  (g) é o aumento de massa do pó após o equilíbrio,  $M$  (g) é a massa inicial de pó e  $M_i$  é o conteúdo de água livre no pó antes da exposição ao ar úmido do ambiente.

### 2.5.6 Análise da Microestrutura

A microestrutura dos produtos em pó foi visualizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) empregando o método recomendado por Toneli et al. (2008), que consistiu em fixar aproximadamente 1 mg de cada uma das diferentes amostras de pó em fita adesiva dupla face aderida em porta-espécimens metálicos (*stubs*), cada um com 12 mm de diâmetro e 10 mm de altura. Por se tratar de produto em pó, foi necessário remover o excesso de amostra com um soprador manual, evitando que parte dela se soltasse durante a visualização. As amostras foram revestidas com uma fina camada de ouro (SCD050; Bal-Tec, New York, USA) e visualizadas sob MEV (JSM 6060, Jeol, Tóquio, Japão), operando a 10 kV e  $1 \times 10^{-6}$  mbar (Bernstein e Noreña, 2013), empregando uma ampliação de  $\times 3000$ .

### 2.5.7 Determinação de Açúcares por HPLC

As amostras foram preparadas adaptando-se o método descrito por Toneli et al. (2007). Cinco gramas de amostra foram misturadas com 50 mL de água destilada a 90°C e a mistura colocada em banho de água a 80°C com agitação, durante 1 hora. Após, a suspensão foi resfriada à temperatura ambiente, filtrada em membrana de 0,22 µm e congelada a -18°C. Para as análises, as amostras congeladas foram pré-aquecidas a 80°C e colocadas em sonicador por 3 minutos para injeção no HPLC.

As análises foram realizadas adaptando-se o método descrito por Zuleta e Sambucetti (2001) que consistiu na determinação direta pelo método de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC-RI). Foi utilizado um cromatógrafo da marca Perkin Elmer série 200, com detector de índice de refração, água Mili-Q como fase móvel a uma vazão de 0,6 mL/min, temperatura 80°C, coluna da Rezex RHM Monosaccharide da marca Phenomenex, 300 x 7,8mm e tempo total de corrida de 14 minutos.

### 2.5.8 Determinação da Atividade Prebiótica

Para a determinação da atividade prebiótica foram utilizadas duas culturas probióticas comerciais liofilizadas: *Lactobacillus acidophilus* LA-5® e *Bifidobacterium lactis* BB-12®, cedidas pela Chr. Hansen Brasil e uma cultura entérica *Escherichia coli* ATCC 25922. As análises foram realizadas conforme o método descrito por Huebner et al. (2007).

Para os ensaios, 0,05 g das culturas probióticas liofilizadas foram ativadas em 10 mL de caldo Man Rogosa Sharpe (MRS, Himedia) e incubadas a 37°C por 24 h. Após, 500 µL das culturas de LA-5 e BB-12 foram transferidas novamente para 10 mL de caldo MRS e incubadas por mais 24 h a 37°C. A bactéria *E. coli*, mantida congelada a -20°C em glicerol a 20% (v/v), foi descongelada e ativada, transferindo 100 µL da mesma para 10 mL de caldo infusão de cérebro e coração (BHI, Oxoid) e incubada a 37°C, por 24 horas, sendo realizada uma transferência adicional de 100 µL para 10 mL de caldo BHI previamente ao uso. Essa diluição foi realizada para que o inóculo de todas as bactérias resultasse em aproximadamente 10<sup>6</sup> UFC/mL.

Os ensaios foram realizados colocando-se 1% (v/v) de cada cultura preparada anteriormente em tubos de ensaio individuais estéreis, contendo caldo MRS (LA-5 e BB-12) ou caldo BHI (*E. coli*) e adicionando-se 1% (p/v) de glicose (tratamento controle) ou 1% (p/v) das amostras com e sem encapsulação. O escore da atividade prebiótica foi determinado através da densidade celular (D.C.), logo após a inoculação das bactérias (tempo 0 h) e após 24 horas de incubação a 37°C, de acordo com a Equação 6:

$$\text{Escore ativ. preb.} = D.C. (24 h) - D.C. (0 h) \quad (6)$$

onde a densidade celular foi medida através da densidade ótica (D.O.) no comprimento de onda de 600 nm, em Espectrofotômetro UV-visível (Shimadzu-1240) (Huebner et al., 2007).

## 2.6 Análise Estatística

Todas as análises foram realizadas em duplicata e a comparação entre os tratamentos foi realizada através das provas de comparações múltiplas de médias de Tukey. Os resultados foram analisados utilizando o software estatístico SAS versão 9.3 (SAS Institute Inc.) a 95% de confiança.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Umidade e Atividade de Água ( $a_w$ )

O conteúdo de umidade e o valor da atividade de água, medida a temperatura ambiente, das amostras encapsuladas com goma arábica e secas por *spray drying* em diferentes condições estão mostrados na Tabela 2. O teor de umidade representa o conteúdo de água de um sistema, ao passo que a atividade de água ( $a_w$ ) mede a disponibilidade de água livre, responsável por qualquer reação bioquímica (Quek et al., 2007), ou multiplicação microbiana (Troller e Scott, 1992).

**Tabela 2.** Conteúdo de umidade (gH<sub>2</sub>O/100 g m.s) e valores de  $a_w$  do pó encapsulado, proveniente do permeado do extrato de yacon.

Tratamento	UF-10		UF-30	
	Umidade	$a_w$	Umidade	$a_w$
10%, 140°C	3,60±0,04 <sup>aA</sup>	0,135±0,001 <sup>aA</sup>	2,90±0,52 <sup>aA</sup>	0,132±0,002 <sup>aA</sup>
15%, 140°C	3,62±0,20 <sup>aA</sup>	0,094±0,003 <sup>CA</sup>	2,72±0,05 <sup>aB</sup>	0,092±0,001 <sup>CA</sup>
10%, 160°C	2,74±0,23 <sup>abA</sup>	0,113±0,005 <sup>bA</sup>	2,22±0,16 <sup>aA</sup>	0,112±0,004 <sup>bA</sup>
15%, 160°C	1,63±0,47 <sup>bA</sup>	0,087±0,002 <sup>CA</sup>	1,82±0,19 <sup>aA</sup>	0,085±0,001 <sup>CA</sup>

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Letras maiúsculas iguais na mesma linha para o mesmo parâmetro indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Pela análise da Tabela 2, observa-se que os valores de umidade não apresentaram diferença significativa com a temperatura do ar quando utilizado 10% de goma arábica. Com exceção da condição de 140°C e 15% de goma, verifica-se que o tipo de membrana utilizada não influenciou significativamente no teor final de umidade ( $p > 0,05$ ). Os menores teores de umidade foram obtidos quando foram empregados a temperatura de 160°C e a concentração de 15%. Segundo Lenart (2006), baixos teores de umidade são necessários para a preservação de alimentos, permitindo um armazenamento seguro por um tempo prolongado. O aumento da concentração de agente carreador resulta na diminuição do teor de umidade, devido a um aumento de sólidos na alimentação e a redução da água livre para a evaporação (Abadio et al., 2004).

Quanto à atividade de água, as amostras atomizadas com 10% de goma e temperatura de 140°C foram significativamente maiores ( $p > 0,05$ ). Os menores valores de  $a_w$  foram obtidos, empregando 15% de goma, não sendo afetados pela temperatura utilizada, além disso, para cada tratamento empregado o tipo de membrana utilizada, não afetou significativamente a atividade de água.

Quek et al. (2007) na secagem por *spray drying* do suco de melancia, observaram que o aumento da concentração de maltodextrina de 3 para 5%, diminuiu a atividade de água de 0,26 para 0,21. Os processos de desidratação melhoram a estabilidade dos alimentos, uma vez que reduzem consideravelmente a atividade de água, minimizando as alterações físicas, químicas e microbiológicas durante o armazenamento (Hatamipour et al., 2007).

Nadeem et al. (2013) mencionam que com o uso de 3 e 5% de goma arábica na secagem por *spray drying* da sálvia, foram observados teores de umidade em torno de 3-4 g/100g e atividades de água entre 0,23 a 0,29, indicando que a temperatura do ar de entrada foi o único fator que afetou significativamente a secagem ( $p < 0,01$ ). No presente estudo, a temperatura afetou significativamente a  $a_w$  na concentração de 10%.

### 3.2 Parâmetros de Cor

A cor é considerada um atributo importante, pois normalmente é uma das primeiras propriedades observadas pelo consumidor (Saenz, 1993). Muitas reações podem afetar a cor durante o processamento térmico, entre as mais comuns estão a degradação de pigmentos, especialmente carotenóides e clorofila e, reações de escurecimento enzimático e não enzimático (Barreiro et al., 1997). Outros fatores que afetam a cor incluem o pH, acidez, tempo e temperatura do processo (Rejano et al., 1997).

Com relação ao parâmetro  $L^*$ , a luminosidade diminuiu significativamente ( $p < 0,05$ ) com o aumento da temperatura, para as membranas de 10 e 30 kDa. A presença de açúcares redutores nas amostras resultou em uma maior influência da reação de Maillard tornando as amostras mais escuras. Esse tipo de alteração nos alimentos processados está relacionado com o tipo e a quantidade de carboidratos (açúcares principalmente) presentes nos alimentos e como resultado há a formação de pigmento escuro denominado melanoidina (Vega-Gálvez et al., 2009). As amostras que foram submetidas à mesma temperatura, mas com diferentes concentrações de goma arábica (10 e 15%), não apresentaram diferença significativa ( $p > 0,05$ ).

A hidrólise da inulina por endoglicosidases produz oligômeros lineares, os quais podem ser estruturalmente do tipo  $GF_n$  (onde G e F representam a molécula de glicose e de frutose, e n o número de unidades de frutose) e  $F_m$ , (constituído apenas por frutose, onde m representa o número de unidades de frutose) (Roberfroid, 1993). Os valores de n e m variam entre 2 e 9. Os oligômeros  $GF_n$  e  $F_m$  têm propriedades físico-químicas muito semelhantes, embora se verifique que a presença de grupo terminal frutose redutor nos açúcares do tipo  $F_m$  confirmam propriedades redutoras, enquanto que os açúcares  $GF_n$  são não redutores (Roberfroid, 1993). Ocorrências similares também podem ser causadas por reações de termólise quando a inulina são submetidas a altas temperaturas (Böhm et al., 2005).

Matusek et al. (2011) explicam que a perda de uma unidade de frutose ou glicose, a partir da extremidade do oligômero de frutanos resulta no encurtamento gradual das cadeias, essa diminuição no tamanho da cadeia também pode ocorrer por clivagens intramoleculares resultando em uma redução mais rápida e diminuição do grau médio de polimerização, assim, a concentração de monômeros aumenta como resultado da degradação dos oligômeros de maior grau de polimerização.

Quek et al. (2007) na secagem em *spray drying* do suco de melancia observaram que o parâmetro  $L^*$  diminuiu com o aumento da temperatura de entrada do ar de 145-175°C; sendo que a presença de açúcares contribuíram para o escurecimento do pó à medida que a temperatura foi aumentada.

Com relação ao parâmetro  $a^*$ , as amostras em pó da UF-10 mostraram-se significativamente diferentes entre si ( $p < 0,05$ ), observando que houve interação entre a concentração de goma arábica e a temperatura de entrada do ar. Para a UF-30, o valor de  $a^*$ , obtido com 10% de concentração e a 160°C, foi significativamente menor que para os outros tratamentos, sendo que a temperatura teve efeito significativo para cada concentração empregada. Todos os tratamentos resultaram em amostras esverdeadas, sendo significativamente maiores nas amostras obtidas em UF-10 e desidratadas a 140°C. Para o parâmetro  $b^*$ , nas amostras em pó provenientes da UF-10, observa-se o

efeito significativo da concentração de goma e a temperatura. As amostras tiveram coloração amarelada, sendo significativamente maior ( $p < 0,05$ ) para a amostra UF-30, com 15% de encapsulante e 160°C.

Os parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  são utilizados para descrever outros parâmetros de cor, tais como, *Chroma*, ângulo *Hue* e índice de escurecimento (*IE*) (Palou et al., 1999). Os parâmetros *Chroma* (saturação de cor) e *Hue* (ângulo de tonalidade) utilizam coordenadas cilíndricas, sendo que o valor de *Chroma* é zero no centro e aumenta conforme se distancia deste, o ângulo *Hue* inicia-se no eixo  $+a^*$  e é dado em graus sexagesimal onde,  $0^\circ = +a^*$  (vermelho),  $90^\circ = +b^*$  (amarelo),  $180^\circ = -a^*$  (verde) e  $270^\circ = -b^*$  (azul). O índice de escurecimento representa a pureza da cor marrom e é considerado um parâmetro importante nos processos que envolvem escurecimento enzimático (Castañón et al., 1999).

Os maiores valores para *Chroma*, *Hue* e *IE* ( $p < 0,05$ ), utilizando a membrana UF-10, foram obtidos com 10% de goma a 140°C e esses valores diminuíram significativamente com o aumento da concentração. Para a membrana UF-30, os valores de *Chroma* e índice de escurecimento foram significativamente maiores com 15% de goma arábica e 160°C, enquanto que para o ângulo *Hue*, foi obtido com 15% de goma e 140°C. Leeratanarak et al. (2006) relataram o aumento do *IE* com o aumento da temperatura, indicando um maior grau de escurecimento devido à maior influência da reação de Maillard. Em altas temperaturas ocorre a degradação por termólise da inulina de cadeia longa, em compostos de cadeia curta como glicose, frutose e sacarose e outros produtos de baixa massa molar como o di-D-frutose dianidridos (DFDAs) (Böhm et al., 2006; Böhm et al., 2005). Matusek et al. (2011) reportaram que a concentração de monômeros aumentou com o incremento da temperatura. A 70°C a concentração aumentou de 100  $\text{mmol.l}^{-1}$  no tempo zero para 200  $\text{mmol.l}^{-1}$  na primeira hora e para 350  $\text{mmol.l}^{-1}$  depois de três horas. A 80°C o aumento foi ainda maior, passando de 100  $\text{mmol.l}^{-1}$  no início para 400  $\text{mmol.l}^{-1}$  e 500  $\text{mmol.l}^{-1}$  na primeira e terceira hora, respectivamente. Eles também constataram a rápida formação de dímeros a 70 e 80°C, devido à degradação dos oligômeros de maior grau de polimerização.

Os parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , *Chroma*, *Hue* e Índice de escurecimento (*IE*) para as amostras secas em *spray drying* estão apresentados na Tabela 3.

**Tabela 3.** Parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , *Chroma*, *Hue* e Índice de escurecimento (*IE*) do pó encapsulado, proveniente do permeado do extrato de yacon.

Tratamento	UF-10						UF-30					
	$L^*$	$a^*$	$b^*$	<i>Chroma</i>	<i>Hue</i>	<i>IE</i>	$L^*$	$a^*$	$b^*$	<i>Chroma</i>	<i>Hue</i>	<i>IE</i>
10%, 140°C	93,85±0,06 <sup>aB</sup>	-3,20±0,03 <sup>dB</sup>	11,60±0,03 <sup>aA</sup>	12,03±0,04 <sup>aA</sup>	105,42±0,12 <sup>aA</sup>	10,32±0,05 <sup>aA</sup>	93,65±0,06 <sup>aA</sup>	-2,66±0,06 <sup>bA</sup>	10,58±0,21 <sup>bB</sup>	10,91±0,22 <sup>bB</sup>	104,13±0,10 <sup>bB</sup>	9,58±0,21 <sup>bB</sup>
15%, 140°C	93,89±0,04 <sup>aA</sup>	-2,98±0,01 <sup>cB</sup>	11,36±0,02 <sup>bA</sup>	11,75±0,02 <sup>bA</sup>	104,72±0,08 <sup>bB</sup>	10,21±0,03 <sup>bA</sup>	93,78±0,25 <sup>aB</sup>	-2,68±0,03 <sup>bA</sup>	9,91±0,02 <sup>cB</sup>	10,26±0,02 <sup>cB</sup>	105,12±0,15 <sup>aA</sup>	8,77±0,04 <sup>cB</sup>
10%, 160°C	92,28±0,12 <sup>bA</sup>	-2,69±0,01 <sup>bB</sup>	10,09±0,02 <sup>dA</sup>	10,45±0,02 <sup>cA</sup>	104,93±0,08 <sup>bA</sup>	9,13±0,03 <sup>dA</sup>	92,32±0,12 <sup>bA</sup>	-2,55±0,02 <sup>aA</sup>	9,98±0,02 <sup>cA</sup>	10,30±0,03 <sup>cB</sup>	104,36±0,06 <sup>bB</sup>	9,10±0,03 <sup>cB</sup>
15%, 160°C	92,12±0,04 <sup>bA</sup>	-2,58±0,01 <sup>aB</sup>	10,17±0,04 <sup>cB</sup>	10,49±0,01 <sup>cB</sup>	104,22±0,02 <sup>cA</sup>	9,34±0,04 <sup>cB</sup>	92,24±0,03 <sup>bA</sup>	-2,79±0,04 <sup>cA</sup>	11,87±0,24 <sup>aA</sup>	12,19±0,24 <sup>aA</sup>	103,24±0,34 <sup>cB</sup>	11,18±0,30 <sup>aA</sup>

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Letras maiúsculas iguais na mesma linha para o mesmo parâmetro indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

### 3.3 Solubilidade

A Tabela 4 apresenta os valores de solubilidade do pó, proveniente do permeado do extrato de yacon, obtido com as membranas UF-10 e UF-30. Nela se observa que, para as duas membranas utilizadas, as amostras significativamente mais solúveis foram obtidas quando utilizada 15% de goma, independentemente da temperatura utilizada. Foi observado também, que com o aumento da concentração, a temperatura constante, a solubilidade aumenta significativamente ( $p < 0,05$ ).

A solubilidade refere-se à reconstituição do pó, ou seja, à capacidade dos pós de formar uma solução ou suspensão em água (Barbosa-Cánovas e Juliano, 2005). Problemas de solubilidade podem ocorrer em alimentos submetidos a altas temperaturas, especialmente em produtos com alta concentração de sólidos, devido às alterações físico-químicas que ocorrem durante o processo (Cano-Chauca et al., 2005).

Neste estudo, os resultados mostraram que a maior solubilidade foi obtida empregando a maior concentração de goma e temperatura de secagem. Fazaeli et al. (2012) observaram a mesma tendência na atomização do suco de amora preta, a solubilidade aumentou com o aumento da temperatura de 110 para 150°C e concentração de maltodextrina de 8 para 16%, obtendo-se valores em torno de 87%. Cano-Chauca et al. (2005) reportaram que após encapsulamento do suco de manga com 12% de goma arábica obtiveram pós com solubilidade acima de 90%.

De acordo com Chegini e Ghobadian (2005), o uso de temperaturas muito elevadas do ar de entrada pode formar uma superfície dura ao longo da partícula de pó, isso impede que as moléculas de água se difundam através da mesma que, por conseguinte diminui a capacidade de molhabilidade e dissolução do pó.

**Tabela 4.** Teor de solubilidade (%) do pó encapsulado, proveniente do permeado do extrato de yacon.

Tratamento	Solubilidade (%)	
	UF-10	UF-30
10%, 140°C	90,52±0,11 <sup>CA</sup>	90,46±0,48 <sup>bA</sup>
15%, 140°C	93,38±0,20 <sup>abA</sup>	92,06±0,14 <sup>abB</sup>
10%, 160°C	92,98±0,82 <sup>bA</sup>	91,20±0,40 <sup>bA</sup>
15%, 160°C	95,40±0,79 <sup>aA</sup>	93,48±0,17 <sup>aA</sup>

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p > 0,05$ ).

Letras maiúsculas iguais na mesma linha para o mesmo parâmetro indicam que não há diferença significativa ( $p > 0,05$ ).

### 3.4 Higroscopicidade

O conhecimento de propriedades tais como umidade, atividade de água e higroscopicidade são essenciais para a predição da estabilidade do pó, durante o armazenamento (Barbosa-Cánovas e Juliano, 2005). A higroscopicidade é a capacidade do pó alimentício de absorver água a partir de um ambiente de alta umidade relativa superior à de equilíbrio (Jaya e Das, 2004).

De acordo com Roos (1993), o comportamento pegajoso de materiais com grandes quantidades de açúcares de baixa massa molar, tais como glicose, frutose e sacarose é devido à baixa temperatura de transição vítrea (glicose: 31°C, frutose: -5°C, sacarose: 62°C), de modo que a mobilidade molecular desses compostos é alta quando a temperatura da partícula seca por pulverização está 20°C acima da temperatura de transição vítrea (Bhandari et al., 1997). Além destes, os açúcares componentes dos FOS (GF<sub>2</sub>, GF<sub>3</sub>, GF<sub>4</sub>) estão presentes no yacon e podem sofrer hidrólise a altas temperaturas, resultando em monômeros de baixa massa molar, contribuindo para o efeito pegajoso do pó.

A Tabela 5 apresenta os resultados de higroscopicidade do pó produzido em *spray drying*.

**Tabela 5.** Higroscopicidade (%) do pó encapsulado, proveniente do permeado do extrato de yacon.

Tratamento	Higroscopicidade (%)	
	UF-10	UF-30
10%, 140°C	17,79±0,08 <sup>aA</sup>	18,08±0,07 <sup>aA</sup>
15%, 140°C	15,49±0,18 <sup>cA</sup>	15,25±0,10 <sup>cA</sup>
10%, 160°C	17,40±0,08 <sup>bA</sup>	17,32±0,05 <sup>bA</sup>
15%, 160°C	14,50±0,09 <sup>dA</sup>	14,35±0,05 <sup>dA</sup>

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Letras maiúsculas iguais na mesma linha para o mesmo parâmetro indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Na Tabela 5, observa-se que os maiores valores para a higroscopicidade foram quando se utilizou 10% de goma, independente da temperatura utilizada. Com o aumento da concentração do agente encapsulante a higroscopicidade diminuiu significativamente ( $p<0,05$ ), isso se deve ao fato de a goma arábica ser um material com baixa higroscopicidade e confirma a eficiência de seu uso como agente carreador, no sentido de reduzir a higroscopicidade de produtos desidratados em *spray dryer*

(Fazaeli et al., 2012). O aumento da temperatura de 140 para 160°C resultou em pós com menor higroscopicidade. Os resultados mostraram que tanto a concentração de goma arábica quanto a temperatura de entrada do ar de secagem influenciaram significativamente ( $p < 0,05$ ) no valor de higroscopicidade do pó.

Tonon et al. (2009) no estudo de encapsulamento de suco de açaí com 6% de goma arábica obtiveram valores de higroscopicidade de  $19,74 \pm 0,19\%$  no pó final. A higroscopicidade também foi avaliada por Ferrari et al. (2012), na secagem por atomização de polpa de amora preta usando 5, 15 e 25% de maltodextrina como agente carreador, observando que as maiores concentrações de maltodextrina resultaram em pós menos higroscópicos.

O conteúdo de umidade é um dos fatores que mais afetam a estabilidade do pó com grandes quantidades de açúcares, uma vez que pequena quantidade de água é suficiente para diminuir a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) facilitando a absorção e promovendo fortes interações com a molécula de água em razão dos terminais polares presentes nessas moléculas, por conseguinte, aumenta a mobilidade da matriz durante a estocagem (Bhandari e Hartel, 2005; Jaya e Das, 2004).

De acordo com Cano-Chauca et al. (2005), pós de sucos de frutas obtidos por *spray drying* favorecem o rendimento e o elevado conteúdo de sólidos no estado amorfo. Estes açúcares são muito higroscópicos, tendo um efeito sobre as características funcionais do material desidratado, principalmente sobre sua tendência a tornar-se pegajoso e formar altos aglomerados. Esta tendência para aglomeração pode tornar-se acentuada como as transformações de açúcar no estado amorfo em açúcar cristalino através de adsorção de pequenas quantidades de água. Essa característica pegajosa resulta na dificuldade de reconstituição do pó, nas condições de escoamento do produto, além de ficar sujeito a mudanças físicas indesejáveis como a aceleração de reações deteriorativas que depreciam a qualidade do produto final (Pereira, 2000).

Carlos et al. (2005) mencionam que no estado cristalino o açúcar apresenta uma menor probabilidade de interagir com as moléculas de água devido à maior organização e rigidez do sólido, enquanto que, no estado amorfo, os grupos funcionais estão mais expostos à umidade, permitindo esse tipo de interação. Segundo Zimeri e Kokini (2002) a absorção de água reduz a  $T_g$  do material em pó, e o uso de agentes encapsulantes de elevada massa molar antes do processo de secagem fazem com que a  $T_g$  aumente facilitando a secagem e posteriormente o armazenamento dos pós.

### 3.5 Concentração de Açúcares

As concentrações iniciais no permeado, de inulina, glicose e frutose para a UF-10 foram de  $9,88\pm 0,08$ ,  $11,40\pm 0,08$ ,  $13,24\pm 0,06$  g.L<sup>-1</sup> respectivamente, e de  $8,06\pm 0,01$ ,  $12,35\pm 0,08$ ,  $15,60\pm 0,05$  g.L<sup>-1</sup> para a UF-30. O maior teor de inulina proveniente do permeado da UF-10 foi provavelmente influenciado pelo tamanho do poro da membrana, que reteve uma maior quantidade de sólidos com massas molares maiores que dos açúcares. No processo de secagem em altas temperaturas ocorre a termólise da inulina em seus mono e dissacarídeos, além de formar outros compostos de baixa massa molar. Outra questão importante é que no processo de desidratação ocorre a retirada da água e isso resultou na alta concentração de açúcares no produto final.

As concentrações de inulina, glicose e frutose do pó proveniente do permeado do extrato de yacon e seco por *spray drying* estão apresentadas na Tabela 6.

**Tabela 6.** Concentração de açúcares (g/100 g m.s) no pó encapsulado, proveniente do permeado do extrato de yacon.

Tratamento	UF-10			UF-30		
	Inulina	Glicose	Frutose	Inulina	Glicose	Frutose
10%, 140°C	$7,23\pm 0,10^{aA}$	$7,04\pm 0,01^{cB}$	$13,12\pm 0,01^{bA}$	$5,49\pm 0,01^{aB}$	$10,17\pm 0,09^{aA}$	$12,94\pm 0,20^{aA}$
15%, 140°C	$5,75\pm 0,05^{bA}$	$6,82\pm 0,06^{dB}$	$9,17\pm 0,09^{dA}$	$2,83\pm 0,02^{cB}$	$7,16\pm 0,21^{cA}$	$8,02\pm 0,24^{cA}$
10%, 160°C	$4,71\pm 0,04^{cA}$	$12,65\pm 0,10^{aA}$	$16,85\pm 0,32^{aA}$	$4,55\pm 0,002^{bB}$	$10,57\pm 0,01^{aB}$	$13,19\pm 0,003^{aB}$
15%, 160°C	$4,58\pm 0,11^{cA}$	$7,80\pm 0,02^{bB}$	$10,58\pm 0,01^{cA}$	$2,73\pm 0,05^{cB}$	$8,56\pm 0,21^{bA}$	$9,45\pm 0,13^{bB}$

Valores expressos como a média±desvio-padrão.

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

Letras maiúsculas iguais na mesma linha para o mesmo parâmetro indicam que não há diferença significativa ( $p>0,05$ ).

A Tabela 6 mostra que, após a secagem por atomização, as concentrações de inulina, glicose e frutose diminuíram significativamente ( $p<0,05$ ) com o aumento da concentração de agente encapsulante; entretanto, quando houve um aumento da temperatura do ar de secagem sob a mesma concentração de agente carreador, ocorreu à diminuição significativa ( $p<0,05$ ) da concentração de inulina e aumento significativo ( $p<0,05$ ) da concentração de glicose e frutose.

Böhm et al. (2006) observaram que o aquecimento a 195°C da inulina proveniente da alcachofra de Jerusalém, induziu a degradação das cadeias de frutanos, ao passo que ocorreu a formação de produtos de degradação de baixa massa molar, provavelmente o di-D-frutose dianidridos (DFDAs). Böhm et al. (2005) no estudo do aquecimento da inulina obtidas das raízes da chicória submetidas a temperaturas entre 135 e 195°C durante 60 minutos, encontraram que entre 20 e

100% da inulina de cadeia longa foi degradada por termólise em compostos de cadeia curta, glicose, frutose e sacarose, indicando que essa degradação de inulina deve ser levada em consideração quando é utilizada como ingrediente em alimentos prebióticos termicamente tratados.

Lago et al. (2012) reportaram que após a secagem da polpa e do suco de yacon encapsulado com ar a 70°C, os teores de inulina dos dois produtos diminuíram significativamente ( $p < 0,05$ ), enquanto que as concentrações de glicose e frutose aumentaram significativamente. Kim et al. (2001) em estudo sobre os fatores que afetam a formação de gel de inulina, a 80°C com 5% (p/v) de inulina encontraram diminuição dos teores deste açúcar após 5 minutos de aquecimento, e esta conversão foi maior à medida que a temperatura aumentou.

### 3.6 Microestrutura

As imagens microscópicas dos pós obtidos por *spray drying* em diferentes condições são mostrados na Figura 2, podendo ser usadas para observar as características das partículas aglomeradas, incluindo a forma e o tamanho (Ghosal et al., 2010).

As partículas obtidas por atomização apresentaram tamanhos de partículas em torno de 5  $\mu\text{m}$  e morfologias distintas. A secagem a 140°C resultou em populações de partículas de superfícies esféricas e algumas delas com concavidades (Figuras 2 A, B, E) e rugosidades (Figura 2 F). À temperatura de 160°C, as partículas foram de superfície esféricas e convexo-côncava (Figuras 2 C, D, G, H). Aguilera e Stanley (1999) explicam que materiais secos por *spray drying* são geralmente esferas ocas, e que a formação de concavidades se origina a partir do processo de encolhimento que ocorre após o endurecimento da superfície exterior da esfera e subsequente expansão das bolhas de ar aprisionadas no interior da partícula. Além disso, a extensão das depressões observadas em microcápsulas produzidas por *spray drying* é função da natureza do agente carreador utilizado, sendo significativa naquelas que possuem cobertura de polissacarídeos (Tonon et al., 2009).

O aumento da temperatura favorece a obtenção de partículas com menos rugosidades, o que pode melhorar as características de escoamento do material (Tonon et al., 2009). Em temperaturas mais elevadas, a água evapora mais rapidamente e a superfície se torna seca e rígida, impedindo que as partículas encolham, resultando em uma estrutura mais uniforme (Nijdam e Langrish, 2005).

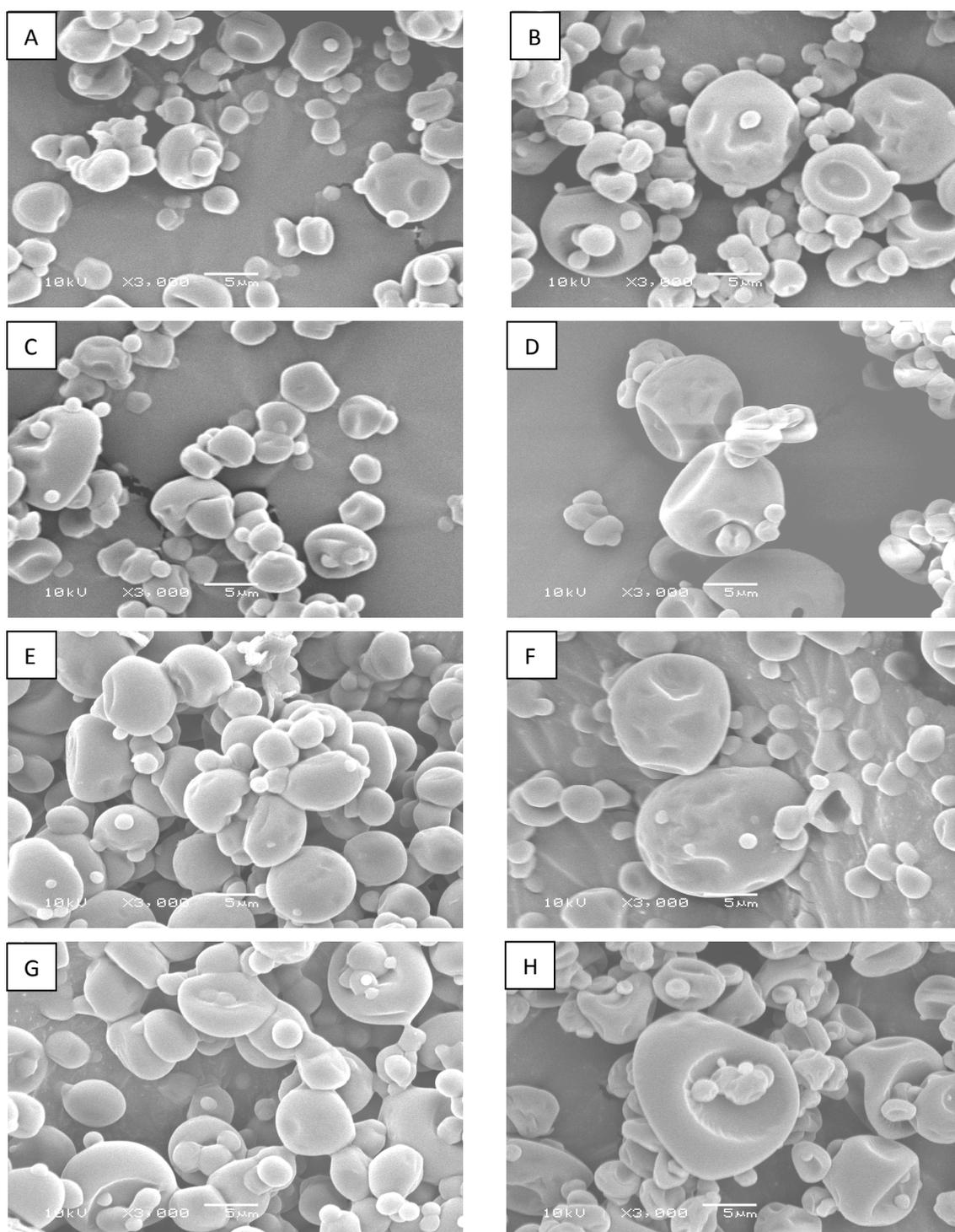
Na Figura 2 F, observam-se partículas de superfície rugosa. Essa formação de microestruturas é indesejável, uma vez que afeta as propriedades de fluxo do material.

As imperfeições superficiais, tais como rugosidades, fissuras ou colapso, ocorrem quando há um lento processo de formação de filme durante a secagem das gotículas atomizadas e o aumento da temperatura de secagem, por sua vez, aumenta a taxa de formação de filme na superfície da gota (Ré, 1998; Rosenberg et al., 1985).

Nas figuras também se observa que as partículas menores tenderam a se aglomerar em torno das maiores. O mesmo foi observado por Lago et al. (2012) quando avaliaram a estrutura microscópica do pó obtido da polpa e do suco de yacon encapsulado com amido nativo seco em ar quente a 70°C, esse fenômeno ocorreu provavelmente pela alta higroscopicidade das partículas que foram secas e possuem baixos valores de umidade. Bhandari et al. (1997) relatam que durante o processo de secagem por pulverização de materiais com um nível elevado de açúcar, o produto obtido pode apresentar superfícies amorfas visto que as características do material dependem das condições de secagem e das características do produto. De acordo com Cano-Chauca et al. (2005), a presença de poucas fendas ou poros superficiais e a forte aderência das partículas menores em torno das maiores demonstra ausência de superfícies cristalinas e é característica de produtos amorfos.

A partir dessas observações, pode-se indicar que o melhor encapsulamento foi observado com os FOS provenientes da UF-30, empregando 10% de goma arábica e secos a 160°C, que resultaram em partículas com superfícies mais lisas e com menores concavidades quando comparadas as demais.

Neste estudo, não foi possível a atomização das amostras sem a adição de agente encapsulante, devido às altas concentrações de glicose e frutose, como mostrada na Tabela 6 e de outros açúcares redutores. Estes açúcares são conhecidos por sua higroscopicidade, principalmente a frutose, podendo acarretar a obtenção de produtos com alta higroscopicidade, diminuindo o rendimento do processo (Davis, 1995). Portanto, foi fundamental a utilização de agente carreador com alta massa molar, antes da atomização, visando facilitar o processo de secagem e as operações de transporte e armazenamento (Bhandari et al., 1997).



**Figura 2.** Imagens microscópicas com ampliação  $\times 3000$ , do pó atomizado proveniente do permeado da UF-10 à 140°C com 10% de goma arábica (A), 15% de goma arábica (B); 160°C com 10% de goma arábica (C), 15% de goma arábica (D); proveniente do permeado da UF-30 à 140°C com 10% de goma arábica (E), 15% de goma arábica (F); 160°C com 10% de goma arábica (G), 15% de goma arábica (H).

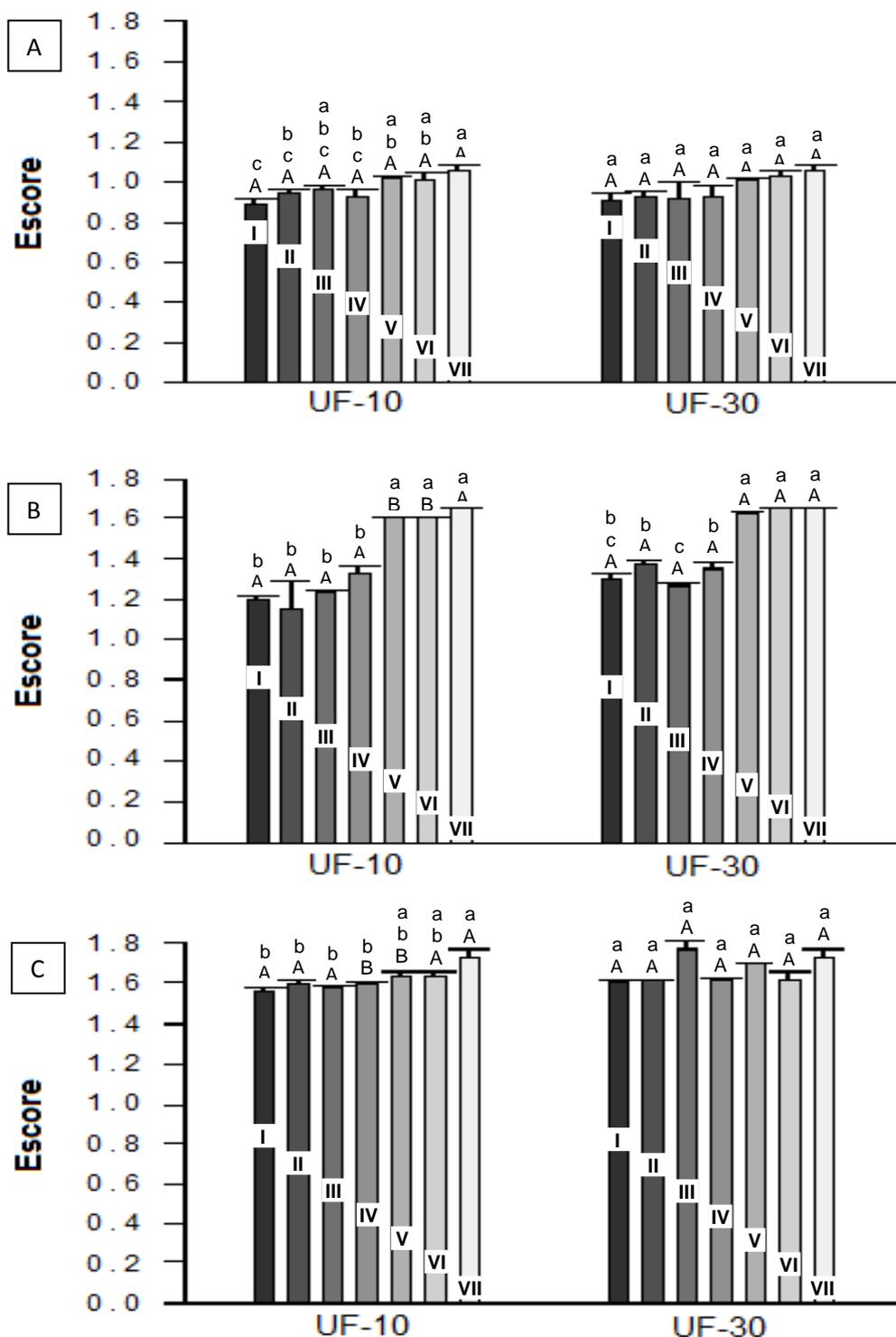
### 3.7 Atividade Prebiótica

Alimentos que conferem benefícios à saúde são denominados funcionais. Entre estes compostos, destacam-se os prebióticos, que não são digeridos pelo trato gastrointestinal humano, podendo assim ser utilizados como substratos por bifidobactérias e lactobacilos existentes no cólon. A estas culturas, denominadas probióticas, são atribuídos efeitos benéficos ao organismo humano.

Mitsuoka (1990) classifica em três grupos as espécies de bactérias presentes no intestino. O primeiro é constituído de bifidobactérias, lactobacilos e outras bactérias ácido lácticas, as quais são benéficas à saúde. O segundo grupo compreende as enterobactérias e os *clostridium*, podendo ser ambos considerados prejudiciais para a saúde. O terceiro grupo são todas as demais bactérias, consideradas neutras.

Huebner et al. (2007) mencionam que para que exerça atividade prebiótica, o composto de interesse deve ser metabolizado pela linhagem probiótica de forma semelhante à glicose.

Os escores da atividade prebiótica, derivados dos valores de densidade celular, para as três diferentes bactérias (*Lactobacillus acidophilus* LA-5®, *Bifidobacterium lactis* BB-12® e *Escherichia coli* ATCC 25922), tendo como substrato os tratamentos empregados, estão mostrados na Figura 3.



**Figura 3.** Escore da atividade prebiótica para a multiplicação de bactérias: *Lactobacillus acidophilus* LA-5 (A); *Bifidobacterium lactis* BB-12 (B); *Escherichia coli* ATCC 25922 (C), em diferentes tratamentos. (I) 10% G.A, 140°C; (II) 15% G.A, 140°C; (III) 10% G.A; 160°C; (IV) 15% G.A, 160°C; (V) Permeado sem atomização; (VI) Retido sem atomização; (VII) Glicose. (Letras minúsculas diferentes indicam que há diferença significativa ( $p < 0.05$ ), entre os tratamentos para a mesma membrana. Letras maiúsculas diferentes indicam que há diferença significativa ( $p < 0.05$ ) para o mesmo tratamento com relação às duas membranas).

Para o *Lactobacillus* LA-5 (Figura 3 A), os escores de atividade prebiótica para o permeado e retido (tratamentos V e VI), provenientes das duas membranas não foram significativamente diferentes ( $p > 0,05$ ) da glicose (VII), o qual é considerado tratamento controle. Esses resultados estão de acordo com os encontrados por Kaplan e Hutkins (2000), que compararam a metabolização das cepas probióticas *Bifidobacterium infantis* 17930 e *Lactobacillus acidophilus* NCFM com relação a três açúcares (glicose, FOS comercial e FOS 40% puro), e observaram que o aumento da densidade celular em FOS e glicose foram às mesmas. As amostras encapsuladas e provenientes da membrana UF-30 (I a IV), foram metabolizadas pela cultura LA-5 de forma similar à glicose, não existindo diferenças significativas entre elas ( $p > 0,05$ ). Para a membrana UF-10, esse efeito não foi observado, sendo que as amostras encapsuladas foram metabolizadas de forma inferior e significativamente diferente ( $p < 0,05$ ) à glicose.

Para a *Bifidobacterium lactis* BB-12 (Figura 3 B), observa-se que as amostras provenientes do permeado e retido (V e VI), não apresentaram diferenças significativas ( $p > 0,05$ ) com relação à glicose. Entretanto, quando comparadas às amostras encapsuladas, todas elas apresentaram metabolização menor e significativamente diferente ( $p < 0,05$ ) que para a glicose (VII).

Quando foram comparadas as Figuras 3A e B, observa-se que as bifidobactérias apresentaram escores maiores de atividade prebiótica quando comparadas a LA-5, entretanto a LA-5 metabolizou as amostras atomizadas provenientes da membrana UF-30 com resultados similares à fermentação da glicose, mostrando um indicativo potencial de atividade prebiótica.

Huebner et al. (2007) testaram cinco prebióticos comerciais (NutraFlora P-95, Raftilose P95, Inulin-S, Raftiline HP, Purified GOS) frente a dez linhagens probióticas (*Lactobacillus paracasei* 1195, *L. plantarum* 4008 e 1206, *L. acidophilus* NCFM e 33200, *Bifidobacterium breve* 15698, *B. infantis* 17930, *B. adolescentis* 15706, *B. longum* 15708 e *B. bifidum* NCI), encontrando que para a maioria das linhagens testadas, a multiplicação na presença dos prebióticos foi inferior a multiplicação na presença de glicose. Além disso, alguns estudos demonstraram que a habilidade de bactérias do gênero *Lactobacillus* e *Bifidobacterium* em fermentar carboidratos prebióticos é específica não somente quanto à linhagem, como também no que se refere ao substrato (Kaplan e Hutkins, 2000; Schrezenmeir e Vrese, 2001).

Pedreschi et al. (2003) avaliaram a capacidade de três cepas probióticas em fermentar FOS obtidos do extrato do yacon e comparadas com o FOS comercial (Nutraflora). Os resultados indicaram que *Lactobacillus acidophilus* NRRL B-1910, *Lactobacillus plantarum* NRRL B-4496 e *Bifidobacterium bifidum* ATCC 15696 foram

capazes de fermentar os FOS da raiz do yacon, sendo que o consumo de FOS dependeu da composição inicial e do grau de polimerização dos FOS. Também observaram que o *L. plantarum* NRRL B-4496 e *L. acidophilus* NRRLB-1910 utilizaram completamente as moléculas de 1-kestose, enquanto *B. bifidum* foi capaz de utilizar as moléculas de 1-kestose, bem como moléculas com maior grau de polimerização.

Wichienchot et al. (2010) utilizaram oligossacarídeos extraídos da pitiaia branca como fontes de carbono para o cultivo de cepas probióticas de *Lactobacillus delbrueckii* BCC 13296 e *Bifidobacterium bifidum* NCIMB 702715, verificando que os oligossacarídeos estimularam o crescimento de  $9,02 \times 10^7$  para  $6,17 \times 10^9$  células/mL e de  $1,70 \times 10^8$  para  $2,51 \times 10^9$  células/mL, respectivamente. A inulina também estimulou o crescimento de *L. delbrueckii* BCC 13296, porém seu efeito foi significativamente menor ( $8,24 \times 10^8$  células/mL). Para a cepa de *B. bifidum* NCIMB 702715 a inulina apresentou um maior efeito ( $2,76 \times 10^9$  células/mL), mas não foi observada diferença significativa quando comparado ao extrato de oligossacarídeos.

Perrin et al. (2001) avaliaram a taxa de crescimento de *Bifidobacterium infantis* ATCC 15697 utilizando glicose, frutose, sacarose e um meio sintético (ACTILIGHT®) para isso, o pH dos meios não foram ajustados, ou ajustados para 5,0 e 5,3. As taxas de crescimentos foram muito semelhantes quando foi utilizado frutose, sacarose ou o meio sintético ( $0,11 \pm 0,02 \text{ h}^{-1}$ ), com exceção para o crescimento em sacarose em pH 5,0 ou 5,3, onde a taxa de crescimento foi mais elevada ( $0,32 \text{ h}^{-1}$  e  $0,21 \text{ h}^{-1}$ , respectivamente), utilizando glicose as taxas de crescimento foram superiores, com valores médios de  $0,18 \pm 0,02 \text{ h}^{-1}$ , sendo que a metabolização da glicose pela *B. infantis* ATCC 15697 foi limitada pela quantidade de substrato, pois 100% foi utilizado, não ocorrendo diferenças entre os meios de cultivo. O substrato também foi o fator limitante, principalmente para a sacarose, quando os meios de cultivo tiveram o pH ajustado em 5,0 e 5,3. Quando o pH não foi ajustado, esse foi o fator limitante para a multiplicação da bactéria. Como conclusão, os resultados do trabalho de Perrin et al. (2001) sugerem que a glicose contida nos FOS e a sacarose podem sustentar a multiplicação e produção de células, enquanto que a frutose possibilita a produção de metabólitos principais como acetato e lactato.

Com respeito à *E. coli* (Figura 3 C) às amostras provenientes do permeado e retido (V e VI), de ambas membranas de UF, não apresentaram diferenças significativas ( $p > 0,05$ ) com relação à glicose. Para as amostras encapsuladas provenientes da UF-10, a multiplicação deste patógeno foi inferior a multiplicação em glicose ( $p < 0,05$ ). Huebner et al. (2008) mencionam que uma característica importante que deve apresentar um substrato prebiótico é a capacidade de ser seletivo e não ser fermentado por microrganismos patogênicos intestinais, porém Mitsuoka et al. (1987),

explicam que as enterobactérias são predominantemente do grupo de bactérias anaeróbias facultativas presentes no íleo e no cólon, contribuindo significativamente para a fermentação de FOS. Deve-se salientar, no entanto, que alguns prebióticos comerciais estimulam a multiplicação de bactérias entéricas da mesma forma, ou até mesmo de forma superior, do que para linhagens probióticas (HUEBNER et al., 2007).

Hartemink et al. (1997) estudaram a multiplicação de 35 cepas de enterobactérias entre estas, 13 diferentes cepas de *E. coli* em três diferentes substratos (Raftilose P95, Profeed P95, Raftiline LS) e glicose, constatando que *E. coli* multiplicou-se rapidamente em meios com glicose, não ocorrendo diferença no rendimento celular entre as cepas utilizando este substrato. Entre as cepas testadas, sete delas foram capazes de multiplicar-se em Raftiline LS (inulina), porém a degradação desse substrato foi baixa já que não foi observado um decréscimo significativo dos valores de pH. Huebner et al. (2008) mencionam que a hidrólise de carboidratos prebióticos resulta na formação de sacarose, glicose e frutose, os quais não oferecem uma estimulação seletiva das cepas probióticas.

Condições ótimas de processamento (pH e tratamento térmico) são essenciais para que os prebióticos possam conferir o efeito benéfico ao hospedeiro. Do contrário, o prebiótico deixará de fornecer estimulação seletiva de microrganismos benéficos se o mesmo for degradado até seus componentes mono- e dissacarídeo ou modificado quimicamente, de modo a não estar disponível para o metabolismo dos probióticos (Huebner et al., 2008). Böhm et al. (2005) observaram que o aquecimento da inulina submetida a altas temperaturas, entre 135 e 195°C degradou por termólise a inulina de cadeia longa, em compostos de cadeia curta (glicose, frutose e sacarose), além da formação de produtos de degradação de baixa massa molar, provavelmente o di-D-frutose dianidridos (DFDAs). L'Homme et al. (2003) estudaram o tratamento térmico de 80-120°C dos componentes dos FOS (1-kestose, nistose e frutofuranosil-nistose) e observaram uma maior estabilidade desses componentes sob condições neutras ou básicas e, conseqüentemente, menor estabilidade em pH ácido. A taxa de degradação depende não só do tempo de processamento e da temperatura, mas também da característica da amostra (Matusek et al., 2011).

#### **4. CONCLUSÃO**

As amostras encapsuladas, sob diferentes condições de concentração de goma arábica e temperatura de secagem, apresentaram valores de solubilidade superiores a 90%, e a higroscopicidade diminuiu com o aumento da concentração de goma e da temperatura de secagem.

A microscopia eletrônica de varredura revelou que as partículas menores tenderam fortemente a aglomerar-se em torno das maiores. Com relação à cor, o parâmetro  $L^*$  demonstrou que a secagem a 160°C proporcionou amostras mais escuras do que a 140°C nos pós, e em todos os tratamentos as amostras foram esverdeadas e amareladas.

O emprego de altas temperaturas na secagem por *spray dryer*, fez com que os teores de inulina diminuíssem, aumentando conseqüentemente os teores de glicose e frutose, devido à reação de termólise que levou a degradação dessas cadeias nas temperaturas de secagem empregadas.

Os escores de atividade prebiótica, para as bactérias LA-5 e BB-12, não apresentaram diferenças entre as amostras do permeado e retido com relação à glicose. As amostras encapsuladas provenientes da membrana UF-30 foram metabolizadas de forma semelhante à glicose pela cultura LA-5, entretanto para a BB-12, todas as amostras encapsuladas apresentaram escores significativamente menores aos da glicose.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Abadio, F.D.B., Domingues, A.M., Borges, S.V., Oliveira, V.M., 2004. Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice-effect of malt dextrin concentration and atomization speed. *Journal of Food Engineering*. 64, 285–287.

Aguilera, J.M., Stanley, D.W., 1999. *Microstructural Principles of Food Processing and Engineering*. Gaithersburg: Aspen, 432p.

Ali, B.H., Ziada, A., Blunden, G., 2009. Biological effects of gum arabic: A review of some recent research. *Food and Chemical Toxicology*. 47, 1–8.

Ancos, B., Cano, M.P., Hernandez, A., Monreal, M., 1999. Effects of microwave heating on pigment composition and colour of fruit purees. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 79, 663-670.

AOAC, 1990. *Association Official Analytical Chemistry. Official methods of analysis of the association of official analytical chemists*, 15 ed. Washington DC.

Barbosa-Cánovas, G.V., Juliano, P., 2005. Physical and chemical properties of food powders. In C. Onwulata (Ed.), *Encapsulated and powdered foods*. CRC Press, New York, pp.40-66.

Barreiro, J. A., Milano, M., Sandoval, A. J., 1997. Kinetics of colour change of double concentrated tomato paste during thermal treatment. *Journal of Food Engineering*. 33, 359-371.

Bernstein, A., Noreña, C.P.Z., 2013. Study of thermodynamic, structural, and quality properties of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) during drying. *Food Bioprocess Technol* DOI 10.1007/s11947-012-1027-y.

Bhandari, B.R., Hartel, R.W., 2005. Phase transitions during food powder production and powder stability. In C. Onwulata (Ed.), *Encapsulated and powdered foods*. CRC Press, New York, pp.261-292.

Bhandari, S.R., Data, N., Howes, T., 1997. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*. 15, 671–684.

Böhm, A., Kleessen, B., Henle, T., 2006. Effect of dry heated inulin on selected intestinal bacteria. *European Food Research and Technology*. 222, 737–740.

Böhm, A., Kaiser, I., Trebstein, A., Henle, T., 2005. Heat-induced degradation of inulin. *European Food Research and Technology*. 220, 466–471.

Campos, D., Betalleluz-Pallardel, I., Chirinos, R., Aguilar-Galvez, A., Noratto, G., Pedreschi, R., 2012. Prebiotic effects of yacon (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl), a source of fructooligosaccharides and phenolic compounds with antioxidant activity. *Food Chemistry*. 135, 1592–1599.

Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, A.M., Cal-Vidal, J., 2005. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 6, 420-428.

Caparino, O.A., Tang, J., Nindo, C.I., Sablani, S.S., Powers, J.R., Fellman, J.K., 2012. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. *Journal of Food Engineering*. 111, 135–148.

Carlos, L.D.A., Resende, J.V., Cal-Vidal, J., 2005. Reduction of freeze-dried powder hygroscopicity by inducing crystallization in model fruit sugar solutions. *Brazilian Journal of Food Technology*. 8, 163-173.

Carneiro, H.C.F., Tonon, R.V., Grosso, C.R.F., Hubinger, M.D., 2013. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*. 115, 443–451.

Castañón, X., Argaiz, A., Malo-López, A., 1999. Effect of storage temperature on the microbial and color stability of banana purée with addition of vanillin or potassium sorbate. *Food Science and Technology International*. 5, 51-58.

Cazetta, M.L., Martins, P.M.M., Monti, R., Contiero, J., 2005. Yacon (*Polymnia sanchifolia*) extract as a substrate to produce inulinase by *Kluyveromyces marxianus* var. *bulgaricus*. *Journal of Food Engineering*. 66, 301–305.

Chegini, G.R., Ghobadian, B., 2005. Effect of spray-drying conditions on physical properties of orange juice powder. *Drying Technol.* 23, 657–668.

Cummings, J.H., Macfarlane, G.T., 2002. Gastrointestinal effects of prebiotics. *British Journal of Nutrition*, 87, S145–S151.

Davis, E., 1995. Functionality of sugars: physicochemical interactions in foods. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 62, 170S-177S.

Fang, Z., Bhandari, B., 2012. Comparing the efficiency of protein and maltodextrin on spray drying of bayberry juice. *Food Research International*. 48, 478–483.

Fante, L., Noreña, C.P.Z., 2012. Enzyme inactivation kinetics and colour changes in Garlic (*Allium sativum* L.) blanched under different conditions. *Journal of Food Engineering*. 108, 436–443.

Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Ashtari, A.K., Omid, M., 2012. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and bioproducts processing*. 90, 667–675.

Ferrari, C.C., Ribeiro, C.P., Aguirre, J.M., 2012. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. *Brazilian Journal of Food Technology*. 15, 157-165.

Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M.E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.N., Dumoulin, E., 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*. 75, 27–35.

Ghosal, S., Indira, T.N., Bhattacharya, S., 2010. Agglomeration of a model food powder: Effect of maltodextrin and gum Arabic dispersions on flow behavior and compacted mass. *Journal of Food Engineering*. 96, 222–228.

Gibertoni, C. F., Nogueira, A.M.P., Venturini Filho, W.G., 2006. Ultra e micro filtração de suco de yacon (*Polymnia sonchifolia*) na obtenção de xarope rico em frutanos. *Revista Raízes e Amidos Tropicais*. 2, 68-81.

Goto, K., Fukai, K., Hikida, J., Nanjo, F., Hara, Y., 1995. Isolation and structural analysis of oligosaccharides from yacon (*Polymnia sonchifolia*). *Bioscience Biotechnology Biochemistry*. 59, 2346-2347.

Hartemink, R., Vanlaere, K.M.J., Rombouts, F.M., 1997. Growth of enterobacteria on fructo-oligosaccharides. *Journal of Applied Microbiology*. 83, 367-374.

Hatamipour, M.S., Kazemi, H.H., Nooralivand, A., Nozarpoor, A., 2007. Drying characteristics of six varieties of sweet potatoes in different dryers. *Food and Bioproducts Processing*. 85, 171–177.

Huebner, J., Wehling, R.L., Parkhurst, A., Hutkins, R.W., 2008. Effect of processing conditions on the prebiotic activity of commercial prebiotics. *International Dairy Journal*. 18, 287-293.

Huebner, J., Wehling, R.L., Hutkins, R.W., 2007. Functional Activity of Commercial Prebiotics. *International Dairy Journal*. 17, 770-775.

Jaya, S., Das, H., 2004. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mando powders properties. *Journal of Food Engineering*. 63, 125-134.

Jinapong, N., Supphantharika, M., Jamnong, P., 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*. 84, 194–205.

Kamada, T., Nakajima, M., Nabetani, H., Saglam, N., Iwamoto, S., 2002a. Availability of membrane technology for purifying and concentrating oligosaccharides. *European Food Research and Technology*. 214, 435–440.

Kamada, T., Nakajima, M., Nabetani, H., Iwamoto, S., 2002b. Pilot-Scale Study of the Purification and Concentration of Non-Digestible Saccharides from Yacon Rootstock Using Membrane Technology. *Food Science and Technology Research*. 8, 172–177.

Kaplan, H., Hutkins, R. W., 2000. Fermentation of fructooligosaccharides by lactic acid bacteria and bifidobacteria. *Applied and Environmental Microbiology*. 66, 2682-2684.

Kim, Y., Faqih, M.N., Wang, S.S., 2001. Factors affecting gel formation of inulin. *Carbohydrate Polymers*. 46, 135-145.

Kuhn, R.C., Filho, F.M., Silva, V., Palacio, L., Hernandez, A., Pradanos, P., 2010. Mass transfer and transport during purification of fructooligosaccharides by nanofiltration. *Journal of Membrane Science*. 365, 356-365.

Lachman, J., Fernández, E.C., Orsák, M., 2003. Yacon [*Smallanthus sonchifolia* (Poepp. et Endl.) H. Robinson] chemical composition and use – a review. *Plant Soil and Environment*. 49, 283–290.

Lago, C.C., Bernstein, A., Brandelli, A., Noreña, C.Z., 2012. Characterization of Powdered Yacon (*Smallanthus sonchifolius*) Juice and Pulp. *Food and Bioprocess Technology*. 5, 2183-2191.

Lattanzio, V., Linsalata, V., Palmieri, S., Van Sumere, C., 1989. The Beneficial Effect of Citric and Ascorbic Acid on the Phenolic Browning Reaction in Stored Artichoke. *Food Chemistry*. 33, 93-106.

Leeratanarak, N., Devahastin, S., Chiewchan, N., 2006. Drying kinetics and quality of potato chips undergoing different drying techniques. *Journal of Food Engineering*. 77, 635–643.

Lenart, A., 1996. Osmo-convective drying of fruits and vegetables: technology and application. *Drying Technology*. 14, 391-413.

Lewis, D.H., 1993. Nomenclature and diagrammatic representation of oligomeric fructans - paper for discussion. *New Phytologist*. 124, 583-594.

L'Homme, C., Puigserver, A., Biagini, A., 2003. Effect of food processing on the degradation of fructooligosaccharides in fruit. *Food Chemistry*. 82, 533–537.

Masters, K., 1991. *The spray drying handbook*. New York: Longman Scientific and Technical, 725p.

Mitsuoka, T., 1990. Bifidobacteria and their role in human health. *Journal of Industrial Microbiology*. 6, 263-268.

Mitsuoka, T., Hidaka, H., Eida, T., 1987. Effect of fructooligosaccharides on intestinal microflora. *Die Nahrung*. 31, 427-436.

Matusek, A., Merész, P., Le, T.K.D., Örsi, F., 2011. Fructo-oligosaccharide degradation in apple pulp matrix. *Acta Alimentaria*. 40, 182–193.

Nadeem, H.S., Dincer, C., Torum, M., Topuz, A., Özdemir, F., 2013. Influence of inlet air temperature and carrier material on the production of instant soluble sage (*Salvia fruticosa* Miller) by spray drying. *LWT-Food Science and Technology*. 52, 31-38.

Neves, V.A., Silva, M.A., 2007. Polyphenol Oxidase from Yacon Roots (*Smallanthus sonchifolius*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 55, 2424-2430.

Nijdam, J.J., Langrish, T.A.G., 2005. An investigation of milk powders produced by a laboratory-scale spray dryer. *Drying Technology*. 23, 1043-1056.

Ojansivu, I., Ferreira, C.L., Salminen, S., 2011. Yacon, a new source of prebiotic oligosaccharides with a history of safe use. *Food Science and Technology*. 22, 40-46.

Palou, E., López-Malo, A., Barbosa-Cánovas, G.V., Welti-Chanes, J., Swanson, B.G., 1999. Polyphenoloxidase Activity and Color of Blanched and High Hydrostatic Pressure Treated Banana Puree. *Journal of Food Science*. 64, 42-45.

Passos, L.M.L., Park, Y.K., 2003. Frutooligossacarídeos: implicações na saúde humana e utilização em alimentos. *Ciência Rural*. 33, 385-390.

Pedreschi, R., Campos, D., Noratto, G., Chirinos, R., Cisneros-Zevallos, L., 2003. Andean yacon root (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. Endl) fructooligosaccharides as a potential novel source of prebiotics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 51, 5278-5284.

Pereira, A., 2008. Avaliação microestrutural de pós de suco de maracujá obtidos por spray drying. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Lavras do Sul – UFLA, Lavras do Sul, 66p.

Pérez-Alonso, C., Báez-González, J.G., Beristain, C.I., Vernon-Carter, E.J., Vizcarra-Mendoza, M.G., 2003. Estimation of the activation energy of carbohydrate polymers blends as selection criteria for their use as wall material for spray-dried microcapsules. *Carbohydrate Polymers*. 53, 197-203.

Perrin, S., Warchol, M., Grill, J.P., Schneider, F., 2001. Fermentations of fructooligosaccharides and their components by *Bifidobacterium infantis* ATCC 15697 on batch culture in semi-synthetic médium. *Journal of Applied Microbiology*. 90, 859-865.

Pszczola, D., 1998. Encapsulated ingredients: providing the right fit. *Food Technology*. 52, 70-77.

Quek, S.Y., Chok, N.K., Swedlund, P., 2007. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*. 46, 386–392.

Ré, M.I., 1998. Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*. 16, 1195-1236.

Reineccius, G.A., 1991. Carbohydrates for flavor encapsulation. *Food Technology*. 51, 144-146.

Rejano, L. A. H., Sanchez, A., Montano, A., 1997. Chemical characteristics and storage stability of pickled garlic prepared using different processes. *Journal of Food Science*. 62, 1120-1123.

Risch, S.J., Reineccius, G.A., 1995. Encapsulation and controlled release of food ingredients. Washington, DC: American Chemical Society (ACS), 214p.

Roberfroid, M.B., 1993. Dietary fiber, inulin and oligofructose: a review comparing their physiological effects. *Food Science and Nutrition*. 33, 103-148.

Roos, Y., 1993. Melting and glass transition of low molecular weight carbohydrates. *Carbohydrate Research*. 238, 39-48.

Rosenberg, M., Kopelman, I.J., Talmon, Y., 1990. Factors affecting retention in spray drying microencapsulation of volatile materials. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 38, 1288–1294.

Rosenberg, M., Kopelman, I.J., Talmon, Y., 1985. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. *Journal of Food Science*. 50, 139–144.

Saéñz, C., Tapia, S., Chávez, J., Robert, P., 2009. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). *Food Chemistry*. 114, 616-622.

Saéñz, C., Sepulveda, A. E., Calvo, C., 1993. Color changes in concentrated juices of prickly pear (*Opuntia ficus indica*) during storage at different temperatures. *Lebensm. Wiss.-U-Technology*. 26, 417-421.

Scher, C.F., Rios, A.O., Noreña, C.P.Z., 2009. Hot air drying of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) and its effect on sugar concentrations. *International Food Science and Technology*. 44, 2169-2175.

Schrezenmeir, J., Vrese, M., 2001. Probiotics, prebiotics, and synbiotics-approaching a definition. *American Journal of Clinical Nutrition*. 73, 361S–364S.

Takenaka, M., Yan, X., Ono, H., Yoshida, M., Nagata, T., Nakanishi, T., 2003. Caffeic acid derivatives in the roots of yacon (*Smallanthus sonchifolius*). *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 51, 793-796.

Toneli, J.T.C.L., Park, K.J., Murr, F.E.X., Negreiros, A.A., 2008. Effect of moisture on the microstructure of inulin powder. *Food Science and Technology*. 28, 122-131.

Toneli, J.T.C.L., Mürr, F.E.X., Martinelli, P., Dal Fabbro, I.M., Park, K.J., 2007. Optimization of a physical concentration process for inulin. *Journal of Food Engineering*. 80, 832–838.

Tonon, R.V., Brabet, C., Pallet, D., Brat, P., Hubinger, M.D., 2009. Physicochemical and morphological characterisation of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced with different carrier agents. *International Journal of Food Science and Technology*. 44, 1950–1958.

Tonon, R.V., Brabet, C., Hubinger, M.D., 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by *spray drying*. *Journal of Food Engineering*. 88, 411–418.

Troller, J.A., Scott, V.N., 1992. Measurement of water activity (aw) and acidity. In: *Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods*. Vanderzant, C., Splittstoesser, D.F. (ed.) American Public Health Association, Washington, D.C. p.135-151.

Vega-Gálvez, A., Scala, K.D., Rodríguez, K., Lemus-Mondaca, R., Miranda, M., López, J., Perez-Won, M., 2009. Effect of air-drying temperature on physico-chemical properties, antioxidant capacity, colour and total phenolic content of red pepper (*Capsicum annuum*, L. var. *Hungarian*). *Food Chemistry*. 117, 647–653.

Villegas, B., Costell, E., 2007. Flow behaviour of inulin–milk beverages. Influence of inulin average chain length and of milk fat content. *International Dairy Journal*. 17, 776-781.

Wichienchot, S., Jatupornpipat, M., Rastall, R.A., 2010. Oligosaccharides of pitaya (dragon fruit) flesh and their prebiotic properties. *Food Chemistry*. 120, 850–857.

Yan, X., Suzuki, M., Ohnishi-Kameyama, M., Sada, Y., Nakanishi, T., Nagata, T., 1999. Extraction and identification of antioxidants in the roots of yacon (*Smallanthus sonchifolius*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 47, 4711-4713.

Zardini, E., 1991. Ethnobotanical notes on "Yacon", *Polymnia sonchifolia* (Asteraceae). *Economix Boanic Bronx*. 45, 72-85.

Zimeri, J. E., Kokini, J.L., 2002. The effect of moisture content on the crystallinity and glass transition temperature of inulin. *Carbohydrate Polymers*. 48, 299–304.

Zuleta, A., Sambucetti, M., 2001. Inulin Determination for Food Labeling. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 49, 4570-4572.

## **CAPÍTULO 4**

### **DISCUSSÃO GERAL**

## DISCUSSÃO GERAL

Para execução e cumprimento dos objetivos gerais e específicos deste trabalho de dissertação, foram apresentados os resultados obtidos na forma de dois artigos científicos:

- 1) Obtenção de frutooligossacarídeos a partir do yacon (*Smallanthus sonchifolius*) pelo processo de ultrafiltração.
- 2) Caracterização do pó obtido do permeado do extrato de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) por ultrafiltração e desidratado por *spray drying*.

No primeiro artigo foi avaliada a separação de FOS do extrato de yacon utilizando o processo de separação por membranas por ultrafiltração, também foram avaliadas as resistências total, da membrana, do *fouling* e da concentração por polarização das membranas durante o processo de separação.

Inicialmente foi avaliada a composição do extrato de yacon utilizado nos processos de separação por membranas (Tabela 1 do Capítulo 2).

As raízes de yacon apresentaram um conteúdo de umidade de  $89,53 \pm 0,37\%$ , esse percentual está próximo ao valor encontrado por Scher et al. (2009) de  $88,69 \pm 0,10\%$  para as raízes de yacon. Com respeito ao pH, o valor encontrado para o suco de yacon foi de  $6,26 \pm 0,06$ , Scher et al. (2009) encontraram um valor de  $6,09 \pm 0,01$  e Vilhena et al. (2000) de 5,5. Para o teor de sólidos solúveis foi encontrado um valor de  $7,98 \pm 0,34$  °Brix e  $7,06 \pm 0,29$  °Brix, para o suco e extrato de yacon respectivamente. Essa diminuição no teor de açúcares foi devido à mistura do suco com a solução extraída da polpa, que é diluída em água, Scher et al. (2009) reportaram um valor de  $9,9 \pm 0,01$  °Brix para o suco de yacon. De acordo com Graefe et al. (2004), a composição química do yacon é muito variável em razão de sua rápida capacidade de perder água e decomposição dos FOS, que variam de acordo com o período em que é retirado do solo, com a sazonalidade, o clima, a altitude, o tipo de solo e o tratamento pós-colheita.

Os teores de açúcares no suco de yacon foram de  $5,42 \pm 0,01$  g/100 g matéria seca (m.s.) para inulina,  $4,74 \pm 0,01$  g/100 g m.s. para glicose e  $11,00 \pm 0,03$  g/100 g m.s. para frutose. Na solução extraída por lixiviação da polpa resultou em  $1,41 \pm 0,00$ ,  $2,57 \pm 0,09$ ,  $3,17 \pm 0,02$  g/100 g m.s. de inulina, glicose e frutose das raízes, respectivamente. Lago et al. (2012) reportaram teores de  $1,07 \pm 0,18$ ,  $3,30 \pm 0,28$  e  $2,99 \pm 0,18$  g/100 g m.s. de inulina, glicose e frutose no suco de yacon e de  $3,15 \pm 0,16$ ,  $10,98 \pm 0,32$  e  $4,30 \pm 0,57$  g/100 g m.s. de inulina, glicose e frutose, na polpa.

O extrato de yacon final, composto do suco de yacon e da solução lixiviada da polpa teve uma composição final de  $8,21 \pm 0,01$ ,  $11,36 \pm 0,08$ ,  $16,44 \pm 0,07$  g/100g m.s. de inulina, glicose e frutose, respectivamente. Asami et al. (1989) observaram flutuação no conteúdo de inulina em raízes tuberosas de yacon durante seu desenvolvimento e armazenagem, sendo que após a colheita o grau médio de polimerização dos FOS aumentou linearmente durante o desenvolvimento, com o conseqüente aumento de frutose, glicose e sacarose.

Após a caracterização, o extrato de yacon foi submetido ao processo de separação (PSM) por membranas por ultrafiltração. Para isso, foi adicionado ao extrato 1% (p/v) de ácido cítrico com o objetivo de evitar a possível oxidação pelo contato com componentes metálicos utilizados no equipamento de PSM, seguindo o método descrito por Lattanzio et al. (1989). Para o processo de separação dos FOS provenientes do extrato de yacon, foram empregadas duas membranas poliméricas com massa molar de corte de 10.000 (UF-10) e 30.000 (UF-30) Daltons. Primeiramente foi realizada a compactação das membranas com água de acordo Rai et al. (2007) impondo uma pressão transmembrana (TMP) de 2,5 bar durante 150 minutos com o objetivo de realizar o adensamento da microestrutura e conseqüente estabilização do sistema, ou seja, quando o fluxo de água tornou-se constante.

Em seguida foram realizadas medidas de fluxo de água para avaliar a permeabilidade hidráulica de ambas as membranas obtidas da inclinação da reta do gráfico do fluxo de permeado em função de diferentes valores de TMP (2,5, 2, 1,5, 1 e 0,5 bar). A Figura 3 do Capítulo 2 mostrou que o fluxo permeado de água aumentou linearmente com o aumento da pressão, para as duas membranas utilizadas, com valores de permeabilidade hidráulica da água de  $12,48 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$  para a UF-10 e de  $22,45 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$  para a UF-30. Cissé et al. (2011) utilizando membranas de 5 a 150 kDa e pressão de 5 bar, observaram que os valores de permeabilidade aumentaram de 26 para  $243 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$  com o aumento do tamanho dos poros da membrana.

As pressões ideais do processo de separação foram determinadas plotando-se os fluxos de permeado do extrato de yacon em função da TMP. Foram realizados testes com pressões de 0,5, 1, 1,5 e 2 bar para ambas as membranas, encontrado-se que o fluxo aumenta linearmente em pressões mais baixas, sendo que com o aumento da pressão o fluxo permeado aproxima-se de um valor limite ( $J_{im}$ ) independente do aumento da pressão. Esse valor é considerado o  $\Delta P$  ótimo, capaz de minimizar incrustações e a tendência a concentração por polarização. Pela Figura 5 apresentada no Capítulo 2 foi observado que o  $\Delta P$  ótimo para a membrana UF-10 foi de 1,5 bar e para a UF-30 de 1 bar. Segundo Habert et al. (2006), do ponto de vista prático,

qualquer sistema de membrana deve ser operado em pressões menores da que a levem o fluxo permeado ao seu valor limite. Assim, a TMP escolhida para o processo de ultrafiltração foi de 1,2 bar para a UF-10 e 0,75 bar para a UF-30. Com essas pressões, os experimentos de UF foram realizados com recirculação total do retido no tanque de alimentação (KAMADA et al., 2002) empregando tempos de 6 horas para a UF-10 e de 5 horas e 30 minutos para a UF-30, tempo necessário para o recolhimento de aproximadamente 200 mL de permeado.

O efeito da temperatura (15; 25 e 35°C) no fluxo do permeado do extrato de yacon mostrou que o aumento da temperatura influenciou fortemente o aumento do fluxo (Figura 8 do Capítulo 2) sendo que o aumento foi maior quando utilizada a membrana UF-30. Figueroa et al. (2011) utilizando temperaturas de 15 a 35°C e pressões de 0,2 a 1,4 bar, observou a dependência do fluxo com a temperatura e a taxa de alimentação.

Os valores de permeabilidade hidráulica foram calculados para o fluxo permeado de água na membrana nova após a compactação ( $J_{pi}$ ), fluxo permeado de água após o procedimento de limpeza ( $J_{pc}$ ) e o fluxo permeado de água após a ultrafiltração do extrato de yacon ( $J_{pf}$ ) (Figura 9 do Capítulo 2). Obteve-se valores de 12,05, 9,12 e 4,67 L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.bar<sup>-1</sup> para a UF-10 e de 22,45, 18,76 e 9,58L.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.bar<sup>-1</sup> para a UF-30. Esses valores foram utilizados para estimar o *fouling* resultante da adsorção do extrato de yacon no interior dos poros da membrana, promovendo bloqueio ou redução do diâmetro efetivo dos poros e/ou da formação de um depósito sobre a superfície externa da membrana (concentração por polarização) (REIS e ZYDNEI, 1999).

Os processos de separação do extrato de yacon mostraram altas porcentagens de *fouling* de 61,24% para a UF-10 e de 57,33% para a UF-30. Saha et al. (2007), no processo de UF do suco de cana de açúcar, obtiveram valores de *fouling* de 52,63% para a membrana de 30 kDa, e de 42,60% com a membrana de 50 kDa, com isso os autores concluíram que o caldo de cana contém diversas macromoléculas que provocaram a rápida obstrução dos poros e elevada porcentagem de *fouling* com redução significativa do fluxo.

O protocolo de limpeza (Anexo A) seguido, consistiu em diversas etapas com o uso de soluções de NaOH (0,35 g.L<sup>-1</sup>, pH entre 10 e 10,5) e ácido cítrico (5 g.L<sup>-1</sup>, pH 2,0) e de água colocados no sistema de membranas, com o intuito de remover as incrustações presentes sobre a membrana e impregnadas nos poros, obtendo-se ao final do processo de limpeza altos valores de recuperações do fluxo (76,46 e 83,56% para UF-10 e UF-30, respectivamente). Isso indica que o efeito do *fouling* foi

significativo no processo, ocorrendo como consequência do declínio do fluxo permeado, resultante do entupimento dos poros da membrana (WU, 1990).

Os efeitos da pressão e da temperatura nos valores das resistências também foram avaliados. As resistências das membranas ( $R_m$ ) tiveram um pequeno aumento com o incremento da pressão, na faixa de pressões testadas (Figura 10 do Capítulo 2), obtendo-se valores de  $3,25 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  com a menor pressão e de  $3,41 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$  com a pressão de 2 bar utilizando a UF-10, enquanto que com a membrana UF-30 aumentou de  $1,69 \times 10^{13}$  para  $1,89 \times 10^{13} \text{ m}^{-1}$ . O aumento dos valores de resistência com o aumento da pressão pode ser explicado assumindo que o aumento da pressão aumenta o fluxo convectivo do soluto para a membrana. Com o aumento de  $R_t$ , a concentração por polarização é mais pronunciada, determinando um aumento de  $R_c$ , além disso em pressões mais elevadas, mais solutos, tais como açúcares e ácidos passam através dos poros da membrana determinando um aumento da resistência do *fouling* (CASSANO et al., 2008; LABBE et al., 1990). O efeito da temperatura (Figura 11 do Capítulo 2) mostrou pouca variação de  $R_t$  e  $R_m$ , para a faixa de temperatura testada, porém diminuição nos valores de  $R_c$  e  $R_f$  a medida que a temperatura aumenta, devido a redução da camada polarizada. De acordo com Cassano et al. (2008), temperaturas mais baixas podem aumentar a formação de agregados insolúveis reduzindo o fluxo e o tamanho dos poros da membrana, por isso  $R_f$  foi maior para a temperatura de 15°C para ambas as membranas, do que para as demais temperaturas.

A Tabela 3 apresentada no Capítulo 2 mostrou uma pequena diminuição da concentração dos açúcares na alimentação, permeado e retido na UF-10 para a UF-30, isso pode ter sido causado pela água residual presente no sistema e que não pode ser medido. A retenção dos açúcares mostrou diferentes valores dependentes da membrana utilizada no processo de separação. A maior retenção dos FOS (24,48%) pela UF-10 em relação à UF-30 (6,49%) era esperada devido à menor massa molar de corte da UF-10; a mesma característica foi observada para glicose e frutose. A baixa retenção dos açúcares é explicada pelo baixo fator de concentração (FC) neste estudo, sendo definido como o quociente dos volumes inicial de alimentação e do retido no final no processo, que resultou em um FC de 1,1%, valor muito baixo para concentrar os FOS no permeado e diminuir a concentração dos açúcares no retido. Kuhn et al. (2010) ressaltam que os açúcares simples e os FOS possuem massa molar, em Dalton, menores que o tamanho de poro das membranas UF-10 e UF-30 (glicose e frutose: 180; sacarose: 342; 1-kestose (GF2): 504, nistose (GF3): 666 e frutofuranosil nistose (GF4): 828, GF<sub>5</sub>: 1080; GF<sub>6</sub>: 1260; GF<sub>7</sub>:1440; GF<sub>8</sub>: 1620; GF<sub>9</sub>: 1800), o que lhes permitiu passar através dos poros e serem recolhidos no permeado.

Em estudo realizado por Pedreschi et al. (2003) sobre o consumo seletivo de sacarídeos do yacon por cepas probióticas de *Bifidobacterium* e *Lactobacillus*, concluiu-se que o yacon é composto por 27% de frutanas do tipo GF2, 54% de GF3 e 19% de moléculas do tipo GF<sub>n</sub>≥4. Ou seja, 81% dos FOS presentes no yacon são oligômeros de cadeia curta, com apenas duas ou três unidades frutossil polimerizadas, possuindo pequena diferença de massa molar em relação a frutose e glicose. Kamada et al. (2002b), durante o processo combinado de UF-NF de uma mistura de açúcares provenientes do yacon, observaram retenção de 54,8% para os açúcares no processo de UF com membrana de 20 kDa e pressão de 5 bar, os açúcares que não foram retidos pela membrana de UF constituíram o permeado que foi utilizado no processo de NF, que resultaram em retenções de 14,0% para monossacarídeos, 46,2% para dissacarídeos, 80,9% para trissacarídeos e 91,5-99,9% para sacarídeos com GP≥4, empregando uma membrana de 1 kDa e pressão de 5 bar.

O balanço de massa (Tabela 5 do Capítulo 2) mostrou que ambas as membranas (UF-10 e UF-30) apresentaram resultados semelhantes para a quantidade em massa dos açúcares, da pureza e do rendimento na fração de permeado. As porcentagens em massa dos açúcares separados no permeado foram de 4,9 e 5,5% nas membranas de UF-10 e UF-30, sendo os rendimentos do processo de 1,71 g.kg<sup>-1</sup><sub>yacon</sub> e 1,67 g.kg<sup>-1</sup><sub>yacon</sub> respectivamente. Alles (2012) reduziu o volume inicial à metade, encontrando um FC de 2,0% utilizando membranas de 10 e 30 kDa na concentração de FOS do yacon, encontrando que 40% das massas dos açúcares foram recolhidos no permeado com um rendimento do processo de 22,95 g.kg<sup>-1</sup><sub>yacon</sub> com a membrana UF-30. Conforme Afonso et al. (2004) e Bacchin et al. (2006), quanto maior o FC maior a concentração da fração do retido, menor o fluxo de permeado. Isso é consequência do aumento da pressão osmótica, do *fouling* e do acúmulo de moléculas de soluto na camada polarizada da membrana (aumentando a espessura da mesma e, portanto, a resistência à permeação).

A pureza dos FOS para o processo relacionado com as duas membranas não apresentou um percentual elevado, 24,08 e 18,43% para a UF-10 e UF-30, respectivamente. O maior percentual de pureza dos FOS observado para o processo com a membrana UF-10, ocorreu devido ao menor tamanho de poro desta membrana, que reteve uma maior quantidade de sólidos com massas molares superiores a dos açúcares e ao poro da membrana. Kamada et al. (2002b) obteve FOS com 81% de pureza quando utilizada a UF, entretanto quando empregou o processo combinado de UF-NF a pureza aumentou para 98%. Alles (2012) obteve 19,75% de pureza dos FOS do yacon em um processo combinado de UF-NF com dialfiltração.

O permeado obtido do processo de UF foi submetido à secagem por atomização utilizando temperaturas de 140 e 160°C e goma arábica como agente encapsulante nas concentrações de 10 e 15%. O produto final foi analisado quanto as características físico-químicas como teor de umidade e atividade de água, parâmetros de cor, solubilidade, higroscopicidade, concentração dos açúcares glicose, frutose e inulina, microestrutura e atividade prebiótica.

A Tabela 2 do Capítulo 3 mostrou que todos os valores de umidade foram menores que 4 g/100 g de matéria seca (m.s) não apresentando diferença significativa com a temperatura do ar quando utilizado 10% de goma arábica. Verificou-se que o tamanho de poro da membrana não influenciou significativamente no teor de umidade final ( $p > 0,05$ ), com exceção da condição de 140°C e 15% de goma. O aumento da temperatura de secagem e da concentração de goma diminuiu os teores de umidade. Abadio et al. (2004) ressalta que o aumento da concentração de agente carreador resulta na diminuição do teor de umidade, devido a um aumento de sólidos na alimentação e a redução da água livre pela evaporação. Com relação à atividade de água, foram obtidos valores menores que 0,15 sendo que os menores valores foram obtidos com a maior concentração de goma (15%) não apresentando diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre as temperaturas de secagem. Os processos de desidratação melhoram a estabilidade dos alimentos, uma vez que reduzem consideravelmente a atividade de água, minimizando as alterações físicas, químicas e microbiológicas durante o armazenamento (HATAMIPOUR et al., 2007).

Com os parâmetros de cor (Tabela 3 do Capítulo 3) observou-se que os valores de  $L^*$  (luminosidade) diminuiu significativamente ( $p < 0,05$ ) com o aumento da temperatura, em ambas membranas, resultando em amostras mais escuras devido a presença de açúcares redutores nas amostras que influenciaram na reação de Maillard, porém as amostras submetidas à mesma temperatura, mas com diferentes concentrações de goma arábica (10 e 15%), não apresentaram diferença significativa ( $p > 0,05$ ).

A hidrólise da inulina por endoglicosidases produz oligômeros lineares estruturalmente do tipo  $GF_n$  (onde G e F representam a molécula de glicose e de frutose, e n o número de unidades de frutose) e  $F_m$  (constituído apenas por frutose, onde m representa o número de unidades de frutose) (ROBERFROID, 1993). Os valores de n e m variam entre 2 e 9. Os oligômeros  $GF_n$  e  $F_m$  têm propriedades físico-químicas muito semelhantes, embora se verifique que a presença de grupo terminal frutose redutor nos açúcares do tipo  $F_m$  confirmam propriedades redutoras, enquanto que os açúcares  $GF_n$  são não redutores (ROBERFROID, 1993). Ocorrências similares

também podem ser causadas por reações de termólise quando a inulina e os FOS são submetidas a altas temperaturas (BÖHM et al., 2005).

Com relação ao parâmetro  $a^*$ , as amostras em pó da UF-10 mostraram-se significativamente diferentes entre si ( $p < 0.05$ ), observando que houve interação entre a concentração de goma arábica e a temperatura de entrada do ar. Para a UF-30, o valor de  $a^*$ , obtido com 10% de concentração e a 160°C, foi significativamente menor que para os outros tratamentos, sendo que a temperatura teve efeito significativo para cada concentração empregada. Todos os tratamentos resultaram em amostras esverdeadas, sendo significativamente maiores nas amostras obtidas em UF-10 e desidratadas a 140°C. Para o parâmetro  $b^*$ , nas amostras em pó provenientes da UF-10, observa-se o efeito significativo da concentração de goma e a temperatura. As amostras tiveram coloração amarelada, sendo significativamente maior ( $p < 0,05$ ) para a amostra UF-30, com 15% de encapsulante e 160°C.

Os maiores valores para *Chroma*, *Hue* e *IE* ( $p < 0.05$ ), utilizando a membrana UF-10, foram obtidos com 10% de goma a 140°C e esses valores diminuíram significativamente com o aumento da concentração de agente carreador. Para a membrana UF-30, os valores de *Chroma* e índice de escurecimento foram significativamente maiores com 15% de goma arábica e 160°C, enquanto que para o ângulo *Hue*, foi obtido com 15% de goma e 140°C.

A solubilidade do produto final apresentou valores superiores a 90%, sendo que a amostra mais solúvel foi obtida utilizando 15% de goma arábica, independente da temperatura de secagem (Tabela 4 do Capítulo 3). Cano-Chauca et al. (2005) reportaram que após encapsulamento do suco de manga com 12% de goma arábica obtiveram pós com solubilidade acima de 90%.

Os valores de higroscopicidade do pó diminuíram significativamente ( $p < 0,05$ ) com o aumento da temperatura e concentração de goma. O comportamento pegajoso de materiais com grandes quantidades de açúcares de baixa massa molar, tais como glicose, frutose e sacarose são devido à baixa temperatura de transição vítrea (ROOS, 1993) de modo que a mobilidade molecular desses compostos é alta quando a temperatura da partícula seca por pulverização está 20°C acima da temperatura de transição vítrea (BHANDARI et al., 1997). Além destes, os açúcares componentes dos FOS (GF<sub>2</sub>, GF<sub>3</sub>, GF<sub>4</sub>) estão presentes no yacon e podem sofrer hidrólise a altas temperaturas resultando em monômeros de baixa massa molar, contribuindo para o efeito pegajoso do pó.

As concentrações de inulina, glicose e frutose (Tabela 6 do Capítulo 3) após a secagem por atomização diminuíram significativamente ( $p < 0,05$ ) com o aumento da concentração de agente encapsulante; entretanto, quando houve um aumento da

temperatura do ar de secagem sob a mesma concentração de agente carreador, ocorreu à diminuição significativa ( $p < 0,05$ ) da concentração de inulina e aumento significativo ( $p < 0,05$ ) da concentração de glicose e frutose, indicando a degradação térmica das moléculas de inulina, constituídas por uma cadeia principal de unidades de frutose e por uma molécula de glicose na porção final da cadeia linear de frutose, ocorrendo à formação concomitante de produtos de degradação de baixa massa molar (BÖHM et al., 2006).

Com relação à microestrutura, visualizada através de microscopia eletrônica de varredura com aumento de  $\times 3000$  (Figura 2 do Capítulo 3), as partículas obtidas por atomização apresentaram tamanhos em torno de  $5 \mu\text{m}$  e morfologias distintas. A secagem a  $140^\circ\text{C}$  resultou em populações de partículas de superfícies esféricas e algumas delas com concavidades (Figuras 2 A, B, E) e rugosidades (Figura 2 F). À temperatura de  $160^\circ\text{C}$  as partículas foram de superfície esféricas e convexo-côncava (Figuras 2 C, D, G, H). Aguilera e Stanley (1999) explicam que materiais secos por *spray drying* são geralmente esferas ocas, e que a formação de concavidades se origina a partir do processo de encolhimento que ocorre após o endurecimento da superfície exterior da esfera e subsequente expansão das bolhas de ar aprisionadas no interior da partícula. Além disso, foi observado que as partículas menores tenderam a se aglomerar em torno das maiores, esse fenômeno ocorreu provavelmente pela alta higroscopicidade das partículas que foram secas e possuem baixos valores de umidade. O melhor encapsulamento foi observado com os FOS provenientes da UF-30, empregando 10% de goma arábica e secas a  $160^\circ\text{C}$ , que resultaram em partículas com superfícies mais lisas e com menores concavidades quando comparadas as demais.

Os escores da atividade prebiótica foram derivados dos valores de densidade celular, para três diferentes bactérias (*Lactobacillus acidophilus* LA-5®, *Bifidobacterium lactis* BB-12® e *Escherichia coli* ATCC 25922), tendo como substrato os tratamentos empregados (Figura 3 do Capítulo 3). Todas as amostras do permeado e retido sem encapsulação foram metabolizados de forma semelhante à glicose. Para a cultura probiótica BB-12, as amostras encapsuladas apresentaram metabolização significativamente menor ( $p < 0,05$ ) que para a glicose. O mesmo ocorreu para as amostras encapsuladas provenientes da UF-10 e metabolizadas pela LA-5. Entretanto, para as amostras atomizadas, provenientes da membrana UF-30, todas foram metabolizadas pela cultura LA-5 de forma similar à glicose, não existindo diferenças significativas entre elas ( $p > 0,05$ ), mostrando um indicativo potencial de atividade prebiótica. Huebner et al. (2007) mencionam que para apresentar atividade prebiótica,

o composto de interesse deve ser metabolizado pela linhagem probiótica de forma semelhante à glicose.

Para a *E. coli*, as amostras encapsuladas provenientes da UF-10, a multiplicação deste patógeno foi inferior ao crescimento em glicose ( $p < 0,05$ ). Huebner et al. (2008) mencionam que uma característica importante que deve apresentar um substrato prebiótico é a capacidade de ser seletivo e não ser fermentado por microrganismos patogênicos intestinais, porém Mitsuoka et al. (1987), explicam que as enterobactérias são predominantemente do grupo de bactérias anaeróbias facultativas presentes no íleo e no cólon, contribuindo significativamente para a fermentação de FOS.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos no desenvolvimento deste trabalho, podem ser listadas algumas sugestões para trabalhos futuros:

- a) Avaliar um maior fator de concentração na UF para aumentar o rendimento do processo;
- b) Avaliar membranas de UF de outros materiais e com menores massas molares, de modo a aumentar o rendimento do processo;
- c) Avaliar o efeito da diafiltração na ultrafiltração, visando à maior pureza dos FOS;
- d) Utilizar outros microrganismos para promover a metabolização dos açúcares FOS e obter maiores escores de atividade prebiótica;
- e) Avaliar a adição de outros agentes encapsulantes nas características físico-químicas do produto final;
- f) Avaliar diferentes temperaturas de secagem e concentrações de agente encapsulante com o objetivo de aumentar a concentração de açúcares e diminuir a higroscopicidade do produto final.

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- ABADIO, F.D.B.; DOMINGUES, A.M.; BORGES, S.V.; OLIVEIRA, V.M. Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice—effect of malt dextrin concentration and atomization speed. *Journal of Food Engineering*, v.64, p.285–287, 2004.
- AFONSO, M.D.; FERRER, J.; BÓRQUEZ, R. An economic assessment of proteins recovery from fish meal effluents by ultrafiltration. *Trends in Food Science and Technology*, v.15, p.506-512, 2004.
- AGUILERA, J.M.; STANLEY, D.W. *Microstructural Principles of Food Processing and Engineering*. Gaithersburg: Aspen, 432 p.,1999.
- ALI, B. H.; ZIADA, A.; BLUNDEN, G. Biological effects of gum arabic: A review of some recent research. *Food and Chemical Toxicology*, v.47, p.1–8, 2009.
- ALLES, M.J.L. *Aplicação de processos de separação por membranas para a obtenção de frutooligossacarídeos funcionais a partir da raiz de yacon (Smallanthus sonchifolius)*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre– RS, 111p., 2012.
- ALVES, T. L. *Estudo da formação de incrustações inorgânicas em membranas de nanofiltração utilizadas em processos de dessulfatação*. Tese de Doutorado. Pontifícia Universidade Católica – PUC, Rio de Janeiro, RJ, 2006.
- ANCOS, B.; CANO, M.P.; HERNANDEZ, A.; MONREAL, M. Effects of microwave heating on pigment composition and colour of fruit purees. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, v. 79, p. 663-670, 1999.
- AOAC - Association Official Analytical Chemistry. *Official methods of analysis of the association of official analytical chemists*. WashingtonDC, DC, 2000.
- AOAC - Association Official Analytical Chemistry. *Official methods of analysis of the association of official analytical chemists*. WashingtonDC, DC, 1990.
- ARTHANAREESWARAN, G.; MOHAN, D.; RAAJENTHIREN, M. Preparation, characterization and performance studies of ultrafiltration membranes with polymeric additive. *Journal of Membrane Science*, v.350, p.130-138, 2010.
- ASAMI, T.; KUBOTA, M.; MINAMISAWA, K.; TSUKIHASHI, T. Chemical composition of yacon, a new root crop from the Andean highlands. *Japanese Journal of Soil Science and Plant Nutrition*, v. 66, n. 2, p. 122-126, 1989.
- AVIGAD, G.; DEY, P.M. Carbohydrate metabolism: storage carbohydrates. In: DEY, P.M.; HARBORNE, J.B. (Ed.). *Plant biochemistry*. Londres: Academic Press, p. 143-204, 1997.

- BACCHIN, P.; AIMAR, P.; FIELD, R.W. Critical and sustainable fluxes: Theory experiments and applications. *Journal of Membrane Science*, v.281, p.42-69, 2006.
- BAKER, R. W. Membrane Technology and Applications. Wiley; 2 edition. 552pp., 2004.
- BAKER, R.W. Controlled release of biologically active agents. *New York: John Wiley & Sons*. p. 206-214, 1986.
- BALDASSO, C.; BARROS, T.C.; TESSARO, I.C. Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration. *Desalination*, v.278, p.381–386, 2011.
- BALDASSO, C. *Concentração, purificação e fracionamento das proteínas do soro de lácteo através da tecnologia da separação por membranas*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre, 179p., 2008.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. *Encapsulated and powdered foods*, p.40-66, 2005.
- BARREIRO, J. A.; MILANO, M.; SANDOVAL, A. J. Kinetics of colour change of double concentrated tomato paste during thermal treatment. *Journal of Food Engineering*, v.33, p.359-371, 1997.
- BARREIROS, A.C.B.V. *Inulina como agente encapsulante de compostos bioativos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa – Portugal, 107p., 2009.
- BERNSTEIN, A.; NOREÑA, C.P.Z. Study of thermodynamic, structural, and quality properties of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) during drying. *Food Bioprocess Technol* DOI 10.1007/s11947-012-1027-y, 2013.
- BEYER, M. LOHRENGEL, B.; NGHIEM, L.D. Membrane fouling and chemical cleaning in water recycling applications. *Desalination*, v.250, p.977–981, 2010.
- BHANDARI, S. R.; DATA, N.; HOWES, T. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*, v.15 (2), p.671–684, 1997.
- BHANDARI, B.R.; HARTEL, R.W. Phase transitions during food powder production and powder stability. *Encapsulated and Powdered Foods*, p.261-292, 2005.
- BLANCHETTE, L.; ROY, D.; BELANGER, G.; GAUTHIER, S.F. Production of cottage cheese using dressing fermented by bifidobacteria. *Journal of Dairy Science*, v.79 (1), p.8-15, 1996.
- BÖHM, A.; KLEESSEN, B.; HENLE, T. Effect of dry heated inulin on selected intestinal bacteria. *European Food Research and Technology*, v.222, p.737–740, 2006.
- BÖHM, A.; KAISER, I.; TREBSTEIN, A.; HENLE, T. Heat-induced degradation of inulin. *European Food Research and Technology*, v.220, p.466–471, 2005.

- BORNET, F.R. Undigestible sugars in food products. *Am J Clin Nutr*, v.59, n.3, p.763S-769S, 1994.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução n. 18, de 30 de abril de 1999. *Aprova o Regulamento Técnico que Estabelece as Diretrizes Básicas para Análise e Comprovação de Propriedades Funcionais e ou de Saúde Alegadas em Rotulagem de Alimentos*. Brasília, 1999.
- CAMPOS, D.; BETALLELUZ-PALLARDEL, I.; CHIRINOS, R.; AGUILAR-GALVEZ, A.; NORATTO, G.; PEDRESCHI, R. Prebiotic effects of yacon (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. & Endl), a source of fructooligosaccharides and phenolic compounds with antioxidant activity. *Food Chemistry*, v.135, p.1592–1599, 2012.
- CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P.C.; RAMOS, A.M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v.6, p.420-428, 2005.
- CAPARINO, O.A.; TANG, J.; NINDO, C.I.; SABLANI, S.S.; POWERS, J.R.; FELLMAN, J.K. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. *Journal of Food Engineering*, v.111, p.135–148, 2012.
- CARABIN, I.G.; FLAMM, W.G. Evaluation of Safety of Inulin and Oligofructose as Dietary Fiber. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, v.30, p.268–282, 1999.
- CARLOS, L. D. A.; RESENDE, J.V.; CAL-VIDAL, J. Reduction of freeze-dried powder hygroscopicity by inducing crystallization in model fruit sugar solutions. *Brazilian Journal of Food Technology*, v.8 (2), p.163-173, 2005.
- CARNEIRO, H.C.F.; TONON, R.V.; GROSSO, C.R.F.; HUBINGER, M.D. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. *Journal of Food Engineering*, v.115, p.443–451, 2013.
- CASSANO, A.; CONIDI, C.; DRIOLI, E. Clarification and concentration of pomegranate juice (*Punica granatum* L.) using membrane processes. *Journal of Food Engineering*, v.107, p.366–373, 2011.
- CASSANO, A.; MECCHIA, A.; DRIOLI, E. Analyses of hydrodynamic resistances and operating parameters in the ultrafiltration of grape must. *Journal of Food Engineering*, v.89, p.171–177, 2008.

- CASSANO, A.; DONATO, L.; DRIOLI, E. Ultrafiltration of kiwifruit juice: Operating parameters, juice quality and membrane fouling. *Journal of Food Engineering*, v.79, p.613–621, 2007.
- CASTAÑÓN, X.; ARGAIZ, A.; MALO-LÓPEZ, A. Effect of storage temperature on the microbial and color stability of banana purée with addition of vanillin or potassium sorbate. *Food Science and Technology International*, v.5 (1), p.51-58, 1999.
- CASTRO, T.R.; 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 (2), p.164-168, 2007.
- CAZETTA, M.L.; MARTINS, P.M.M.; MONTI, R.; CONTIERO, J. Yacon (*Polymnia sanchifolia*) extract as a substrate to produce inulinase by *Kluyveromyces marxianus* var. *bulgaricus*. *Journal of Food Engineering*, v.66, p.301–305, 2005.
- CHEGINI, G.R.; GHOBADIAN, B. Effect of spray-drying conditions on physical properties of orange juice powder. *Drying Technology*, v.23, p.657–668, 2005.
- CHERYAN, M. Ultrafiltration and Microfiltration Handbook. *Lancaster, Technomic Publishing Company*, 527 pp., 1998.
- CISSÉ, M.; VAILLANT, F.; PALLET, D.; DORNIER, M. Selecting ultrafiltration and nanofiltration membranes to concentrate anthocyanins from roselle extract (*Hibiscus sabdariffa* L.). *Food Research International*, v.44, p.2607–2614, 2011.
- CRUZ, R.M.S.; VIEIRA, M.C.; SILVA, C.L.M. Effect of heat and thermosonication treatments on peroxidase inactivation kinetics in watercress (*Nasturtium officinale*). *Journal of Food Engineering*, v.72 (1), p.8-15, 2006.
- CZEKAJ, P.; LÓPEZ, F.; GÜELL, C. Membrane fouling by turbidity constituents of beer and wine: characterization and prevention by means of infrasonic pulsing. *Journal of Food Engineering*, v.49, p.26–36, 2001.
- CUMMINGS, J.H.; MACFARLANE, G.T. Gastrointestinal effects of prebiotics. *British Journal of Nutrition*, v.87 (2), p.S145–S151, 2002.
- DAVIS, E. Functionality of sugars: physicochemical interactions in foods. *The American Journal of Clinical Nutrition*, v. 62, n.1, p. 170S-177S, 1995.
- DEBON, J.; PRUDÊNCIO, E.S.; PETRUS, J.C.C.; FRITZEN-FREIRE, C.B.; MÜLLER, C.M.O.; AMBONI, R.D.M.C.; VIEIRA, C.R.W. Storage stability of prebiotic fermented milk obtained from permeate resulting of the microfiltration process. *LWT-Food Science and Technology*, v.47, p.96-102, 2012.
- DELGADO, G.T.C.; TAMASHIRO, W.M.S.C.; PASTORE, G.M. Immunomodulatory effects of fructans. *Food Research International*, v.43, p.1231–1236, 2010.

- DOBRE, T.; STROESCU, M.; STOICA, A.; DRAGHICI, E.; ANTOHE, N. Inulin Extraction and Encapsulation. *Cham. Bull. Politehnica*, v.53, p.215-217, 2008.
- FANG, Z.; BHANDARI, B. Comparing the efficiency of protein and maltodextrin on spray drying of bayberry juice. *Food Research International*, v.48, p.478–483, 2012.
- FANTE, L.; NOREÑA, C.P.Z. Enzyme inactivation kinetics and colour changes in Garlic (*Allium sativum* L.) blanched under different conditions. *Journal of Food Engineering*, v.108, p.436–443, 2012.
- FAO - FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS, WORLD HEALTH ORGANIZATION. *Evaluation of health and nutritional properties of probiotics in food including powder milk with live lactic acid bacteria*. Córdoba, 34p, 2001. Disponível em: [www.fao.org/es/esn/food/probioreport](http://www.fao.org/es/esn/food/probioreport). Acessado em: março de 2013.
- FAVARO-TRINDADE, C.S.; PINHO, S.C.; ROCHA, C.A. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios, *Brazilian Journal of Food Technology*, v.11 (2), p.103-112, 2008.
- FAZAELI, M.; EMAM-DJOMEH, Z.; ASHTARI, A.K.; OMID, M. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. *Food and bioproducts processing*, v.90, p.667–675, 2012.
- FERRARI, C.C.; RIBEIRO, C.P.; AGUIRRE, J.M. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. *Brazilian Journal of Food Technology*, v.15 (2), p.157-165, 2012.
- FIGUEROA, R.A.R.; CASSANO, A.; DRIOLI, E. Ultrafiltration of orange press liquor: Optimization for permeate flux and fouling index by response surface methodology. *Separation and Purification Technology*, v.80, p.1–10, 2011.
- FRANCK, A.; LEENHEER, L.D., Inulin. Polysaccharides and polyamides in the food industry. *Technology and Industrial Arts*. Cap.8, Wiley – VCH, 2005.
- FRANCK, A. Technological functionality of inulin and oligofructose. *British Journal of Nutrition*, v.87, p.S287-S291, 2002.
- FU, P.; RUIZ, H.; LOZIER, J.; THOMPSON, K.; SPANGENBERG, C. A pilot-study on groundwater natural organics removal by low-pressure membranes. *Desalination*, v.102 (1-3), p.47-56, 1995.
- FUCHS, M.; TURCHIULI, C.; BOHIN, M.; CUVELIER, M.E.; ORDONNAUD, C.; PEYRAT-MAILLARD, M.N.; DUMOULIN, E. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, v.75, p.27–35, 2006.

- FULLER, R. Probiotics in man and animals. *Journal of Applied Bacteriology*, v.66, p.365-378, 1989.
- GHOSAL, S.; INDIRA, T.N.; BHATTACHARYA, S. Agglomeration of a model food powder: Effect of maltodextrin and gum Arabic dispersions on flow behavior and compacted mass. *Journal of Food Engineering*, v.96, p.222–228, 2010.
- GIBERTONI, C. F.; NOGUEIRA, A.M.P.; VENTURINI FILHO, W.G. Ultra e micro filtração de suco de yacon (*Polymnia sonchifolia*) na obtenção de xarope rico em frutanos. *Revista Raízes e Amidos Tropicais*, v.2, p.68-81, 2006.
- GIBSON, R.; ROBERFROID, M. Dietary modulation of the human colonic microbiota: updating the concept of prebiotics. *Journal of Nutrition, Bethesda*, v.125 (6), p.1401-1412, 1995.
- GÖKMEN, V.; CETINKAYA, O. Effect of pretreatment with gelatin and bentonite on permeate flux and fouling layer resistance during apple juice ultrafiltration. *Journal of Food Engineering*, v.80, p.300–305, 2007.
- GOOSEN, M.F.A.; SABLANI, S.S.; AL-MASKARI, S.S.; AL-BELUSHI, R.H.; WILF, M. Effect of feed temperature on permeate flux and mass transfer coefficient in spiral-wound reverse osmosis systems. *Desalination*, v.144, p.367–372, 2002.
- GOTO, K.; FUKAI, K.; HIKIDA, J.; NANJO, F.; HARA, Y. Isolation and structural analysis of oligosaccharides from yacon (*Polymnia sonchifolia*). *Biosci. Biotech Biochem.*, v.59 (12), p.2346-2347, 1995.
- GRAEFE, S.; HERMANN, M.; MANRIQUE, I.; GOLOMBEK, S.; BUERKERT, A. Effects of post-harvest treatments on the carbohydrate composition of yacon roots in the Peruvian Andes. *Field Crops Research*, v.86, p.157-165, 2004
- GRAU, A.; REA, J. Yacon *Smallanthus sonchifolius*. (Poepp. & Endl.) H. Robinson. *In: Andean roots and tubers: Ahipa, arracacha, maca and yacon*, 255p. 1997.
- HABERT, A.C.; BORGES, C.P. NOBREGA, R. *Processo de Separação por Membranas*. Editora E-papers, 180p., 2006.
- HAMID, M.; REHMAN, K. Potential applications of peroxidases. *Food Chemistry*, v.115, p.1177–1186, 2009.
- HARTEMINK, R.; VANLAERE, K.M.J.; ROMBOUTS, F.M. Growth of enterobacteria on fructo-oligosaccharides. *Journal of Applied Microbiology*, v.83, p.367-374, 1997.
- HASLER, C.M. A new look at an ancient concept. *Chem Industry*, v.2, p.84-89, 1998.
- HATAMIPOUR, M.S.; KAZEMI, H.H.; NOORALIVAND, A.; NOZARPOOR, A. Drying characteristics of six varieties of sweet potatoes in different dryers. *Food and Bioproducts Processing*, v.85, p.171–177, 2007.

- HAULY, M.C.O.; MOSCATTO, J.A. Inulina e oligofrutoses: uma revisão sobre propriedades funcionais, efeito prebiótico e importância na indústria de alimentos. *Semina: Ciências Exatas e Tecnológica*, v.23 (1), p.105-118, 2002.
- HUEBNER, J.; WEHLING, R.L.; PARKHURST, A.; HUTKINS, R.W. Effect of processing conditions on the prebiotic activity of commercial prebiotics. *International Dairy Journal*, v.18 (3), p.287-293, 2008.
- HUEBNER, J.; WEHLING, R.L.; HUTKINS, R.W. Functional Activity of Commercial Prebiotics. *International Dairy Journal*, v.17, p.770-775, 2007.
- HWANG, S.T.; KAMMERMEYER, K. Membranes in Separations. In: CHERYAN, M. (Ed.). *Ultrafiltration and microfiltration handbook*. Chicago: Technomic Publ., 527pp., 1998.
- JACKSON, L.S.; LEE, K. Microencapsulation in the food industry. *Lebensm.-Wiss. Technol*, v.24, p.289-297, 1991.
- JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. *Journal of Food Engineering*, v.63, p.125-134, 2004.
- JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNOG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, v.84, p.194-205, 2008.
- JIRARATANANON, R.; UTTAPAP, D.; SAMPRANPIBOON, P. Crossflow microfiltration of a colloidal suspension with the presence of macromolecules. *Journal of Membrane Science*, v.140, p.57-66, 1998.
- JIRARATANANON, R., CHANACHAI, A. A study of fouling in the ultrafiltration of passion fruit juice. *Journal of Membrane Science*, v.111, p.39-48, 1996.
- JUDPRASONG, K.; TANJOR, S.; PUWASTIEN, P.; SUNGPUAG, P. Investigation of Thai plants for potential sources of inulin-type fructans. *Journal of Food Composition and Analysis*, v.24, p.642-649, 2011.
- KAKIHARA, T.S.; CÂMARA, F.L.A.; VILHENA, S.M.C. Cultivo e industrialização de yacon (*Polymnia sonchifolia*): uma experiência brasileira. *I Congresso Latino Americano de Raízes Tropicais e IX Congresso Brasileiro de Mandioca*, São Pedro, SP, 1996.
- KAMADA, T.; NAKAJIMA, M.; NABETANI, H.; SAGLAM, N.; IWAMOTO, S. Availability of membrane technology for purifying and concentrating oligosaccharides. *Eur Food Res Technol*, v.214, p.435-440, 2002a.

- KAMADA, T.; NAKAJIMA, M.; NABETANI, H.; IWAMOTO, S. Pilot-Scale Study of the Purification and Concentration of Non-Digestible Saccharides from Yacon Rootstock Using Membrane Technology. *Food Sci. Technol. Res.*, v.8 (2), p.172–177, 2002b.
- KAPLAN, H.; HUTKINS, R. W. Fermentation of fructooligosaccharides by lactic acid bacteria and bifidobacteria. *Applied and Environmental Microbiology*, v.66, p.2682-2684, 2000.
- KAPULER, A.M.; GURUSIDDIAH, S. The twenty protein aminoacids free in the juices four common vegetables and herbs. *Journal of Home & Consumer Horticulture*, v.1 (1), p.3-18, 1994.
- KAREL, M.; FLINK, J. Some recent developments in food dehydration research. *Advances Drying*, v.2 (1), p.103-104, 1983.
- KAUR, N.; GUPTA, A.K. Applications of inulin and oligofructose in health and nutrition. *Journal of Biosciences*, v.27 (7), p.703-714, 2002.
- KIM, Y.; FAQIH, M.N.; WANG, S.S. Factors affecting gel formation of inulin. *Carbohydrate Polymers*, v.46, p.135-145, 2001.
- KUHN, R.C.; FILHO, F.M.; SILVA, V.; PALACIO, L.; HERNANDEZ, A.; PRADANOS, P. Mass transfer and transport during purification of fructooligosaccharides by nanofiltration. *Journal of Membrane Science*, v.365, p. 356-365, 2010.
- LABBE, J.P.; QUEMEIRAS, A.; MICHEL, F.; DAUFIN, G. Fouling of inorganic membranes during whey ultrafiltration: analytical methodology. *Journal of Membrane Science*, v.51, p.293–307, 1990.
- LACHMAN, J.; FERNÁNDEZ, E.C.; ORSÁK, M. Yacon [*Smallanthus sonchifolia* (Poepp. et Endl.) H. Robinson] chemical composition and use – a review. *Plant Soil Environ.*, v.49 (6), p.283–290, 2003.
- LAGO, C.C.; BERNSTEIN, A.; BRANDELLI, A.; NOREÑA, C.Z. Characterization of Powdered Yacon (*Smallanthus sonchifolius*) Juice and Pulp. *Food and Bioprocess Technology*, v.5 (6), p.2183-2191, 2012.
- LAGO, C.C.; BERNSTEIN, A.; BRANDELLI, A.; NOREÑA, C.Z. Estudo do comportamento reológico, da atividade de água e do ponto de início de congelamento do suco de yacon (*Smallanthus sonchifolius*) a diferentes concentrações. *Braz. J. Food Technol.* v. 14 (1), p.1-9, 2011.
- LATTANZIO, V.; LINSALATA, V.; PALMIERI, S.; VAN SUMERE, C. The Beneficial Effect of Citric and Ascorbic Acid on the Phenolic Browning Reaction in Stored Artichoke. *Food Chemistry*, v.33, p.93-106, 1989.

- LEERATANARAK, N.; DEVAHASTIN, S.; CHIEWCHAN, N. Drying kinetics and quality of potato chips undergoing different drying techniques. *Journal of Food Engineering*, v.77, p.635–643, 2006.
- LENART, A. Osmo-convective drying of fruits and vegetables: technology and application. *Drying Technology*, v.14, p.391-413, 1996.
- LEWIS, D.H. Nomenclature and diagrammatic representation of oligomeric fructans - paper for discussion. *New Phytologist*, v.124, p.583-594, 1993.
- L'HOMME, C.; PUIGSERVER, A.; BIAGINI, A. Effect of food processing on the degradation of fructooligosaccharides in fruit. *Food Chemistry*, v.82, p.533–537, 2003.
- LI, J.; CHASE, H.A. Applications of membrane techniques for purification of natural products. *Biotechnology Letters*, v.32 (5), p.601-608, 2010.
- LI, H.; CHEN, V. Chapter 10 – Membrane Fouling and Cleaning in Food and Bioprocessing. *Membrane Technology*, p. 213-254, 2010.
- LI, W.; LI, J.; CHEN, T.; CHEN, C. Study on nanofiltration for purifying fructo-oligosaccharides I. Operation modes. *Journal of Membrane Science*, v.245, p.123–129, 2004.
- LIAO, B.Q.; BAGLEY, D.M.; KRAEMER, H.E.; LEPPARD, G.G.; LISS, S.N. A review of biofouling and its control in membrane separation bioreactors. *Water Environmental Research*, v.76, p.425-436, 2004.
- LIKANEN, R.; YLI-KUIVILA, J.; LAUKKANEN, R. Efficiency of various chemical cleanings for nanofiltration membrane fouled by conventionally-treated surface water. *Journal of Membrane Science*, v.195, p.265–276, 2002.
- LINDAU, J.; JÖNSSON, A.S. Cleaning of ultrafiltration membranes after treatment of oily waste water. *Journal of Membrane Science*, v.87, p.71-78, 1994.
- LING, A.C.; LUND, D.B. Determining kinetics parameters for thermal inactivation of heat resistant and heat labile isoenzymes from thermal destruction curves. *Journal of Food Science*, v.43, p.1307-1310, 1978.
- LO, Y-M.; YANG, S-T.; MIN, D. B. Kinetic and feasibility studies of ultrafiltration of viscous xanthan gum fermentation broth. *Journal of Membrane Science*, v.117, p.237-249, 1996.
- LUÍZ, R.C.; HIRATA, T.A.M.; CLEMENTE, E. Cinética de inativação da polifenoloxidase e peroxidase de abacate (*Persea americana* MILL.) *Ciênc. agrotec.*, v.31 (6), p.1766-1773, 2007.

- MANRIQUE, I.; PÁRRAGA, A.; HERMANN, M. Conservación y uso de La biodiversidad de raíces y tubérculos Andinos: Una década de investigación para el desarrollo (1993-2003). *Jarabe de yacón: principios y procesamiento*. Lima: Centro Internacional de La Papa, 40pp., 2005.
- MARTINS, S.I.F.S.; JONGEN, W.M.F.; van BOEKEL, M.A.J.S. A review of Maillard reaction in food and implications to kinetic modelling. *Trends in Food Science & Technology*, v.11, p.364–373, 2001.
- MARX, S.P.; NÖSBERGER, J.; FREHNER, M. Seasonal variation of fructan  $\beta$ -fructosidase (FEH) activity and characterization of a  $\beta$  (2→1) linkage specific FEH from tubers of Jerusalém artichoke (*Helianthus tuberosus*). *New Phytologist*, v.135, p.267-277, 1997.
- MASTERS, K. The spray drying handbook. *New York: Longman Scientific and Technical*, 725pp., 1991.
- MATUSEK, A.; MERÉSZ, P.; LE, T.K.D.; ÖRSI, F. Fructo-oligosaccharide degradation in apple pulp matrix. *Acta Alimentaria*, v. 40 (2), p.182–193, 2011.
- MEYER, D.; BAYARRI, S.; TÁRREGA, A.; COSTELL, E. Inulin as texture modifier in dairy products. *Food Hydrocolloids*, v.25 (8), p.1881–1890, 2011.
- MITSUOKA, T. Bifidobacteria and their role in human health. *Journal of Industrial Microbiology*, v.6, p.263-268, 1990.
- MITSUOKA, T.; HIDAKA, H.; EIDA, T. Effect of fructooligosaccharides on intestinal microflora. *Die Nahrung*, v.31, p.427-436, 1987.
- MODLER, W.H. Milk Processing. In: SHURYO, N.; MODLER, W.H. *Food protein processing applications*, p.1-88, 2000.
- MULDER, M. Basic principles of membrane technology. *Kluwer Academics Publishers Group*, 1996.
- MUÑOZ-GUTIÉRREZ, I.; RODRÍGUEZ-ALEGRÍA, M.E.; MUNGUÍA, A.L. Kinetic behaviour and specificity of  $\beta$ -fructosidases in the hydrolysis of plant and microbial fructans. *Process Biochemistry*, v.44, p.891–898, 2009.
- NADEEM, H.S.; DINCER, C.; TORUM, M.; TOPUZ, A.; ÖZDEMİR, F. Influence of inlet air temperature and carrier material on the production of instant soluble sage (*Salvia fruticosa* Miller) by spray drying. *LWT-Food Science and Technology*, v.52, p.31-38, 2013.
- NEVES, V.A.; SILVA, M.A. Polyphenol Oxidase from Yacon Roots (*Smallanthus sonchifolius*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.55, p.2424-2430, 2007.

- NIETO, C.C.; Agronomical and bromatological studies in jicama (*Polymnia sonchifolia* Poep et Endl.). *Archivos Latinoamericanos de Nutrición*, v.41 (2), p.213-221, 1991.
- NIJDAM, J.J.; LANGRISH, T.A.G. An Investigation of Milk Powders Produced by a Laboratory-Scale Spray Dryer. *Drying Technology*, v.23 (5), p.1043-1056, 2005.
- NOGUEIRA, R. I. *Processo de obtenção de inulina de chicória (Cichorium intybus L.) em pó*. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 151p., 2002.
- OJANSIVU, I.; FERREIRA, C.L.; SALMINEN, S. Yacon, a new source of prebiotic oligosaccharides with a history of safe use. *Food Science and Technology*, v.22, p.40-46, 2011.
- PALOU, E.; LÓPEZ-MALO, A.; BARBOSA-CÁNOVAS, G.V.; WELTI-CHANES, J.; SWANSON, B.G. Polyphenoloxidase Activity and Color of Blanched and High Hydrostatic Pressure Treated Banana Puree. *Journal of Food Science*, v.64 (1), p.42-45, 1999.
- PASSOS, L.M.L. e PARK, Y.K. Fructooligosacarídeos: implicações na saúde humana e utilização em alimentos. *Ciência Rural*, v.33 (2), p.385-390, 2003.
- PEDRESCHI, R.; CAMPOS, D.; NORATTO, G.; CHIRINOS, R.; CISNEROS-ZEVALLOS, L. Andean yacon root (*Smallanthus sonchifolius* Poepp. Endl) fructooligosaccharides as a potential novel source of prebiotics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 51 (18), p. 5278-5284, 2003.
- PEREIRA, A. *Avaliação microestrutural de pós de suco de maracujá obtidos por spray drying*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Lavras do Sul – UFLA, Lavras do Sul, 66p., 2008.
- PÉREZ-ALONSO, C.; BÁEZ-GONZÁLEZ, J.G.; BERISTAIN, C.I.; VERNON-CARTER, E.J.; VIZCARRA-MENDOZA, M.G. Estimation of the activation energy of carbohydrate polymers blends as selection criteria for their use as wall material for spray-dried microcapsules. *Carbohydrate Polymers*, v.53 (2), p.197–203, 2003.
- PERRIN, S.; WARCHOL, M.; GRILL, J.P.; SCHNEIDER, F. Fermentations of fructooligosaccharides and their components by *Bifidobacterium infantis* ATCC 15697 on batch culture in semi-synthetic médium. *Journal of Applied Microbiology*, v.90, p.859-865, 2001.
- PERSSON, K.M.; GUN TRÄGARDH, G. V. Study of membrane compaction and its influence on ultrafiltration water permeability. *Journal of Membrane Science*, v.100, p.155-162, 1995.

- PINELO, M.; JONSSON, G.; MEYER, A.S. Membrane technology for purification of enzymatically produced oligosaccharides: Molecular and operational features affecting performance. *Separation and Purification Technology*, v.70, p.1–11, 2009.
- POLLOCK, C.J. Fructans and the metabolism of sucrose in vascular plants. *New Phytologist*, v.104, p.1-24, 1986.
- PSZCZOLA, D. Encapsulated ingredients: providing the right fit. *Food Technology*, v.52 (12), p.70-77, 1998.
- QUEK, S.Y.; CHOK, N.K.; SWEDLUND, P. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. *Chemical Engineering and Processing*, v.46, p.386–392, 2007.
- QUINTEROS, E.T.T. *Produção com tratamento enzimático e avaliação do suco de yacon*. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, Campinas, SP, 96p., 2000.
- RAI, P.; MAJUMDAR, G.C.; DAS GUPTA, S.; DE, S. Effect of various pretreatment methods on permeate flux and quality during ultrafiltration of mosambi juice. *Journal of Food Engineering*, v.78, p.561–568, 2007.
- RÉ, M. I. Cápsulas inteligentes. *Ciência Hoje*, v.27 (162), p.24-29, 2000.
- RÉ, M.I. Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*, v.16, p.1195-1236, 1998.
- REID, G.; SANDERS, M.E.; GASKINS, H.R.; GIBSON, G.R.; MERCENIER, RASTALL, R.; ROBERFROID, M.; ROWLAND, I.; CHERBUT, C.; KLAENHAMMER, T.R. New scientific paradigms for probiotics and prebiotics. *J. Clin. Gastroenterol.*, v.37, p.105–118, 2003.
- REINECCIUS, G.A. Carbohydrates for flavor encapsulation. *Food Technology*, v.51 (3), p.144-146, 1991.
- REINECCIUS, G.A. Flavor encapsulation. *Food reviews international*, v.5 (2), p.147-173, 1989.
- REIS, R.; ZYDNEI, A. Bioprocess membrane technology, *Journal of Membrane Science*, v.297, p.16-50, 2007.
- REIS, R.; ZYDNEI, A. Protein ultrafiltration, in: M.C. Flickinger, S.W. Drew (Eds.), *Encyclopedia of Bioprocess Technology: Fermentation, Biocatalysis, and Bioseparation*, pp.2197–2214, 1999.
- REKTOR, A.; PAP, N.; KÓKAI, Z.; SZABÓ, R.; VATAI, G.; BÉKÁSSY-MOLNÁR, E. Application of membrane filtration methods for must processing and preservation. *Desalination*, v.162, p.271-277, 2004.

- REJANO, L. A. H.; SANCHEZ, A.; MONTANO, A. Chemical characteristics and storage stability of pickled garlic prepared using different processes. *Journal of Food Science*, v.62, p.1120-1123, 1997.
- RIBEIRO, J.A. *Estudos químico e bioquímico do yacon (Smallanthus sonchifolius) in natura e processado e influência do seu consumo sobre níveis glicêmicos e lipídeos fecais de ratos*. Dissertação de Mestrado Universidade Federal de Lavras, Lavras – MG, 181p., 2008.
- RISCH, S.J.; REINECCIUS, G.A. Encapsulation and controlled release of food ingredients. *Washington, DC: American Chemical Society (ACS)*, 214p., 1995.
- ROBERFROID, M. Functional food concept and its application to prebiotics. *Digestive and Liver Disease*, v.34 (2), p.105-10, 2002.
- ROBERFROID, M. Dietary fiber, inulin and oligofrutose: a review comparing their physiological effects. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v.33 (2), p.103-148, 1993.
- RODRIGUES, S.L.C.; MOREIRA, R.L.S.; CARDOSO, M.H.; MERÇON, F. Avaliação de parâmetros de ultrafiltração de suco de banana. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v.23, p.98-101, 2003.
- ROOS, Y. Melting and glass transition of low molecular weight carbohydrates. *Carbohydrate Research*, v.238, p.39-48, 1993.
- ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. Factors affecting retention in spray drying microencapsulation of volatile materials. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.38, p.1288–1294, 1990.
- ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. *Journal of Food Science*, v.50, p.139–144, 1985.
- SAAD, S.M.I. Probióticos e prebióticos: o estado da arte. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 42 (1), p.1-16, 2006.
- SAARELA, M.; MOGENSEN, G.; FONDÉN, R.; MÄTTÖ, J.; MATTILA-SANDHOLM, T. Probiotic bacteria: safety, functional and technological properties. *J. Biotech., Amsterdam*, v.84, p.197-215, 2000.
- SAÉNZ, C.; TAPIA, S.; CHÁVEZ, J.; ROBERT, P. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). *Food Chemistry*, v.114, p.616-622, 2009.
- SAÉNZ, C.; SEPULVEDA, A. E.; CALVO, C. Color changes in concentrated juices of prickly pear (*Opuntia ficus indica*) during storage at different temperatures. *Lebensm. Wiss.-U-Technology*, v.26, p.417-421, 1993.

- SAHA, N.K.; BALAKRISHNAN, M. ULBRICHT, M. Sugarcane juice ultrafiltration: FTIR and SEM analysis of polysaccharide fouling. *Journal of Membrane Science*, v.306, p.287-297, 2007.
- SAHA, N.K.; BALAKRISHNAN, M.; ULBRICHR, M. Polymeric membrane fouling in sugarcane juice ultrafiltration: role of juice polysaccharides. *Desalination*, v.189, p.59–70, 2006.
- SANTANA, I.; CARDOSO, M. N. Raiz tuberosa de yacon (*Smallanthus sonchifolius*): potencialidades de cultivo, aspectos tecnológicos e nutricionais. *Ciência Rural, Santa Maria*, v.38 (3), p.898-905, 2008.
- SCHER, C.F.; RIOS, A.O.; NOREÑA, C.P.Z. Hot air drying of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) and its effect on sugar concentrations. *International Food Science and Technology*, v.44 (11), p.2169-2175, 2009.
- SCHREZENMEIR, J.; de VRESE, M. Probiotics, prebiotics, and synbiotics-approaching a definition. *American Journal of Clinical Nutrition*, v.73, p.361S–364S, 2001.
- SCHWEIGGERT, U.; SCHIEBER, A.; CARLE, R. Inactivation of peroxidase, polyphenoloxidase, and lipoxygenase in paprika and chili powder after immediate thermal treatment of the plant material. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, v.6, p.403–411, 2005.
- SCOTT, K. Handbook of industrial membranes (1 Ed). *Advanced Technology*, USA, 1995.
- SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. *Critical reviews in food science and nutrition*, v.33 (6), p.501-547, 1993.
- SHARMA, A.D.; KAINTH, S.; GILL, P.K. Inulinase production using garlic (*Allium sativum*) powder asa potential substrate in *Streptomyces* sp. *Journal of Food Engineering*, v.77, p.486–491, 2006.
- SILVA, A.S.S. *A raiz da yacon (Smallanthus sonchifollius Poepping & Endlicher) como fonte de fibras alimentares, sua caracterização físico-química, uso na panificação e sua influência na glicemia pós-prandial*. Tese de doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Florianópolis, SC, 158p., 2007.
- SUSANTO, H.; ULBRICHT, M. Characteristics performance and stability of polyethersulfone ultrafiltration membranes prepared by phase separation method using different macromolecular additives. *Journal of Membrane Science*, v.327, p.125–135, 2009.
- TAKENAKA, M.; YAN, X.; ONO, H.; YOSHIDA, M.; NAGATA, T.; NAKANISHI, T. Caffeic acid derivatives in the roots of yacon (*Smallanthus sonchifolius*). *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, v. 51 (3) p.793-796, 2003.

- TOLEDO, I.R.T.R. Prebióticos e os benefícios de seu consumo na saúde. *Revista Brasileira de Nutrição*, v.23, p.119-126, 2008.
- TONELLI, J.T.C.L.; PARK, K.J.; MURR; F.E.X.; NEGREIROS, A.A. Effect of moisture on the microstructure of inulin powder. *Food Science and Technology*, v.28 (1), p.122-131, 2008.
- TONELLI, J.T.C.L.; MÜRR, F.E.X.; MARTINELLI, P.; DAL FABBRO, I.M.; PARK, K.J. Optimization of a physical concentration process for inulin. *Journal of Food Engineering*, v.80, p.832–838, 2007.
- TONON, R, V.; BRABET, C.; PALLET, D.; BRAT, P.; HUBINGER, M. D. Physicochemical and morphological characterisation of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced with different carrier agents. *International Journal of Food Science and Technology*, v.44, p.1950–1958, 2009.
- TONON, R.V.; BRABET, C.; HUBINGER, M.D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, v.88, p.411–418, 2008.
- TROLLER, J.A.; SCOTT, V.N. Measurement of water activity (aw) and acidity. in: compendium of methods for the microbiological examination of foods. *American Public Health Association*, p.135-151, 1992.
- URANO, H.; KAWAKATSU, T.; NABETANI, H.; NAKAJIMA, M. Separation properties for oligosaccharides of nanofiltration membranes and its application to a purification process of Jerusalem artichoke oligosaccharides. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkai*, v.44 (7), p.457-462, 1997.
- VEGA-GÁLVEZ, A.; SCALA, K.D.; RODRÍGUEZ, K.; LEMUS-MONDACA, R.; MIRANDA, M.; LÓPEZ, J.; PEREZ-WON, M. Effect of air-drying temperature on physico-chemical properties, antioxidant capacity, colour and total phenolic content of red pepper (*Capsicum annuum*, L. var. *Hungarian*). *Food Chemistry*, v.117, p.647–653, 2009.
- VERBEKEN, D.; DIERCKX, S.; DEWETTINCK, K. Exudate gums: occurrence, production, and applications. *Appl. Microbiol. Biotechnol.*, v.63, p.10–21, 2003.
- VILHENA, S.M.C. Ciclo de cultivo e técnicas pós-colheita de yacon (*Polymnia sonchifolia* Poep. Endl.) em função do conteúdo de frutose total nos órgãos subterrâneos. Tese de Doutorado. Universidade Estadual Paulista, Botucatu – SP, 83 p., 2001.
- VILHENA, S.M.C.; CÂMARA, F.L.A.; KAKIHARA, S.T. O cultivo de yacon no Brasil. *Horticultura Brasileira*, v.18 (1), p.5-8, 2000.

- VILLEGAS, B.; COSTELL, E. Flow behaviour of inulin–milk beverages. Influence of inulin average chain length and of milk fat content. *International Dairy Journal*, v.17 (7), p.776-781, 2007.
- VLADISAVLJEVI, G.T.; VUKOSAVLJEVIC, P.; BUKVIC B. Permeate flux and fouling resistance in ultrafiltration of depectinized apple juice using ceramic membranes. *Journal of Food Engineering*, v.60, p.241–247, 2003.
- WAN, Y.; PRUDENTE, A.; SATHIVEL, S. Purification of soluble rice bran fiber using ultrafiltration technology. *LWT - Food Science and Technology*, v.46, p.574-579, 2012.
- WICHIENTHOT, S.; JATUPORNPIMPAT, M.; RASTALL, R.A. Oligosaccharides of pitaya (dragon fruit) flesh and their prebiotic properties. *Food Chemistry*, v.120, p.850–857, 2010.
- WU, T.Y.; MOHAMMAD, A.W.; JAHIM, J.M.; ANUAR, N. Palm oil mill effluent (POME) treatment and bioresources recovery using ultrafiltration membrane: Effect of pressure on membrane fouling. *Biochemical Engineering Journal*, v. 35, p.309–317, 2007.
- WU, M. L.; ZALL, R. R.; TZENG, W. C. Microfiltration and ultrafiltration comparison of apple juices clarification. *Journal of Food Science*, v.55 (4), p.1162-1163, 1990.
- YAN, X.; SUZUKI, M.; OHNISHI-KAMEYAMA, M.; SADA, Y.; NAKANISHI, T.; NAGATA, T. Extraction and identification of antioxidants in the roots of yacon (*Smallanthus sonchifolius*). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.47 (11), p.4711-4713, 1999.
- YUN, J.W. Fructooligosaccharides – occurrence, preparation, and application. *Enzyme and Microbial Technology*, v.19, p.107-117, 1996.
- ZARDINI, E. Ethnobotanical notes on “Yacon”, *Polymnia sonchifolia* (Asteraceae). *Economix Boanic Bronx*. v.45, p.72-85, 1991.
- ZIMERI, J. E.; KOKINI, J. L. The effect of moisture content on the crystallinity and glass transition temperature of inulin. *Carbohydrate Polymers*, v.48, p.299–304, 2002.
- ZULETA, A.; SAMBUCETTI, M. Inulin Determination for Food Labeling. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.49, p.4570-4572, 2001.

## ANEXO A – Protocolo de limpeza das membranas

### Membranas de ultrafiltração de 10 e 30 kDa

O procedimento de limpeza foi utilizado para restituir as características de fluxo e retenção da membrana e prevenir o desenvolvimento de microrganismos no sistema. A limpeza química consistiu de sete etapas, descritas a seguir, que foram realizadas respeitando os limites de pH e temperatura da membrana, recomendados pelo fabricante (Synder Filtration Headquarters).

**Enxágüe do sistema com água destilada:** após a remoção do concentrado do sistema, água destilada entre 45 a 50°C e 0,5 bar na entrada, foi adicionada e recirculada com o objetivo de remover a solução residual do processo de separação. Este procedimento foi realizado até o momento em que o permeado se apresente visualmente limpo.

**Limpeza alcalina:** solução de hidróxido de sódio (NaOH), 0,35 g.L<sup>-1</sup> e pH entre 10 e 10,5 foi adicionada ao sistema na temperatura de aproximadamente 50°C; esta solução foi recirculada no sistema sob ausência de pressão manométrica por 15 a 20 minutos.

**Enxágüe com água destilada:** água foi recirculada no sistema por 20 minutos para remoção da solução alcalina, mantendo-se a temperatura de 50°C e sob ausência de pressão.

**Limpeza ácida:** solução de ácido cítrico foi adicionado ao sistema na concentração de 5 g.L<sup>-1</sup> e pH 2,0 esta solução foi mantida no sistema por 10 minutos na temperatura de aproximadamente 50°C a uma pressão de aproximadamente 1,0 kgf/cm<sup>2</sup>.

**Enxágüe com água destilada:** água foi recirculada no sistema por 20 minutos para remoção da solução ácida, mantendo-se a temperatura de 50°C e sob ausência de pressão.

**Limpeza com hipoclorito de sódio:** o sistema foi preenchido com água destilada e solução de hipoclorito de sódio (NaOCl) comercial a 12%, até obter no máximo 200 ppm de cloro.

**Enxágüe com água destilada** e medida de fluxo de água para verificar se as condições iniciais foram restituídas.