



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102019016341-0 A2



(22) Data do Depósito: 07/08/2019

(43) Data da Publicação Nacional: 09/02/2021

(54) **Título:** OBTENÇÃO E UTILIZAÇÃO DA PECTINA DE RESÍDUO AGRÍCOLA DO PROCESSAMENTO DO CAFÉ COMO AGENTE ESPESSANTE E GELIFICANTE

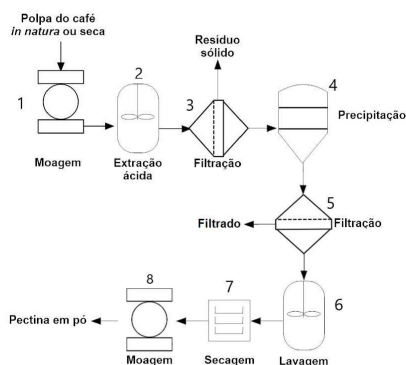
(51) **Int. Cl.:** C08L 5/06; C08J 11/06.

(52) **CPC:** C08L 5/06; C08J 11/06.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANA.

(72) **Inventor(es):** LUIS HENRIQUE SANTOLIN REICHEMBACH; RAFAELA DE OLIVEIRA PENHA; CARMEN LÚCIA DE OLIVEIRA PETKOWICZ.

(57) **Resumo:** OBTENÇÃO E UTILIZAÇÃO DA PECTINA DE RESÍDUO AGRÍCOLA DO PROCESSAMENTO DO CAFÉ COMO AGENTE ESPESSANTE E GELIFICANTE. A presente invenção contém um processo de obtenção de pectinas provenientes da polpa do café (*Coffea* sp.) e sua utilização como agente espessante e gelificante. A invenção compreende as etapas de (i) Extração ácida a partir de resíduo agrícola do processamento do café ou do resíduo resultante de pré-tratamento com solvente orgânico polar de cadeia curta para a obtenção de um extrato clarificado rico em pectinas; (ii) Precipitação, separação, lavagem, secagem e moagem da pectina; (iii) Utilização da pectina como agente espessante ou gelificante. O processo contido nessa invenção permite a utilização da polpa do café, um dos principais resíduos agrícolas gerados no Brasil, na obtenção de pectinas com propriedades espessantes e gelificantes, utilizadas em preparações nas indústrias de fármacos, química, alimentos e bebidas, rações e cosméticos.



OBTENÇÃO E UTILIZAÇÃO DA PECTINA DE RESÍDUO AGRÍCOLA DO PROCESSAMENTO DO CAFÉ COMO AGENTE ESPESSANTE E GELIFICANTE

Campo da Invenção

[001]. A invenção é relativa ao processo de obtenção de pectinas a partir de resíduo agrícola do processamento do café (*Coffea spp.*) e à sua utilização como agente espessante e gelificante. Mais especificamente, a presente invenção contém um processo que permite obter pectinas a partir da polpa do café e utilizá-las na formulação de produtos que necessitem agentes espessantes ou gelificantes.

Antecedentes da Invenção

[002]. As pectinas são um grupo de polissacarídeos da parede celular primária e de regiões intercelulares de plantas superiores. Sua característica dominante é a presença de grandes quantidades de ácido D-galacturônico em uma cadeia linear (ASPINNALL, G. O. Chemistry of Cell Wall Polysaccharides, em: The Biochemistry of Plants: A Comprehensive Treatise, Academic Press, Cap. 13, p. 480-486, 1980). Alguns dos grupos carboxila das unidades de ácido galacturônico estão esterificados com metanol e alguns dos grupos hidroxila podem estar esterificados com ácido acético (ROLIN, C. Pectin, em: Industrial Gums: Polysaccharides and Their Derivatives, Academic Press, Cap. 10, p. 257-293, 1993). Pectinas com um grau de metil-esterificação (DM) maior que 50% são classificadas como pectinas de alto grau de metoxilação (HM), enquanto as inferiores a 50%, como pectinas de baixo grau de metoxilação (LM) (BEMILLER, J. N. An Introduction to Pectins: Structure and Properties, em: Chemistry and Function of Pectins. American Chemical Society, Cap. 1, p. 3, 1986).

[003]. Apesar da primeira publicação descrevendo a pectina e algumas de suas propriedades ter sido publicada em 1825 por Henri

Braconnot (BRACONNOT H. Nouvelles observations sur l'acide pectique. Annales de Chimie et de Physique v. 30, p. 96–102, 1825), as patentes sobre o assunto começaram a ser publicadas somente no século seguinte. A patente US 1,082,682 de 1923 consta como um produto alimentício voltado para a produção de geleias ou conservas de frutas ou verduras, onde é descrita a extração da pectina utilizando solução ácida a alta temperatura e a posterior gelificação de um produto utilizando a pectina extraída em contato com proporções definidas de água e açúcar.

[004]. Quanto ao uso de resíduos agroindustriais para a produção de pectinas e seu posterior uso, a patente US 2,008,999 de 1935 foi uma das pioneiras. Segundo os inventores, a patente protege um método de produção de preparações de pectina com alto poder de gelificação. Para isso, os inventores utilizaram resíduos como cascas de frutas cítricas, bagaço de maçã e polpa de beterraba. Atualmente ambos os resíduos de frutas cítricas e maçã são ainda altamente utilizados na indústria (CIRIMINNA, R. *et al.* Pectin production and global market. Agro Food Industry Hi Tech, v. 25, p. 17-20, 2016). Mesmo que esses resíduos sejam os mais utilizados para a produção de pectina, diversas outras tecnologias de extração e uso de pectinas obtidas a partir de resíduos foram protegidas. Dentre esses, há a utilização de resíduos de beterraba açucareira (US 2,626,706), pitaiá (CN 105295434 B), maracujá (CN 108794651 A), jaca (CN 104231111 A), kiwi (CN 106883315 A) e sisal (BR 1020130304174 A2). Apesar da existência de todas essas tecnologias envolvendo resíduos, com exceção de cítricos e de maçã, nenhum é produzido em larga escala no Brasil como o café.

[005]. Em relação ao uso da pectina como agente gelificante e espessante, a patente CA 1069751 A de 1974 mostra o uso de uma pectina LM, com um DM menor que 20%, para a gelificação e espessamento de produtos derivados de carne. Para que ocorra a

gelificação os inventores utilizaram íons metálicos di- ou tri- valentes, especialmente íons de cálcio, em conjunto com um sequestrante ou quelante. De forma diferente, a patente US 1,082,682, trata do uso de pectinas HM, para as quais a gelificação ocorre utilizando uma concentração mínima de sólidos solúveis, como a sacarose, em pH baixo.

[006]. A patente US 9,896,572 B2, intitulada "Pectin extraction from coffee pulp", de 20 de fevereiro de 2018, apresenta um processo de tratamento da polpa do café, que compreende uma extração ácida, para a formação de um extrato rico em pectinas, sendo que o produto residual da extração ácida é sujeito a uma extração alcalina e, então, os extratos são misturados a fim de aumentar o teor de pectinas no extrato. O material segue para um tratamento enzimático, resultando na formação de um produto péctico enzimaticamente tratado. Parte deste material é misturado com um líquido extrator a fim de extrair uma pectina da polpa do café funcionalizada com polifenol. Os autores citam a pobre capacidade gelificante da pectina proveniente da polpa do café, devido ao comprimento curto das cadeias de pectina, baixa massa molar, alto grau de acetilação (97%) e alto grau de metil-esterificação encontrado (100%) para a pectina obtida a partir do processo demonstrado pelos autores. É ainda sugerido que modificações químicas podem ser úteis para induzir uma capacidade gelificante na pectina proveniente da polpa do café. Esses resultados são bastante diferentes daqueles encontrados para a pectina da polpa do café obtida a partir do processo presente nesta invenção, tornando-o apto para a obtenção de pectinas que podem ser utilizadas como agente espessante e gelificante.

[007]. A extração de pectina a partir da polpa do café foi realizada anteriormente no estudo de Garcia e colaboradores (GARCIA, R. *et al.* Characterization of Coffee Pectin. LWT- Food Science

and Technology, v. 24, p. 125–129, 1991), no qual foi utilizada a variedade Bourbon de *C. arabica*, proveniente da Guatemala. A pectina obtida após extração ácida com ácido clorídrico em pH 2 por 1 hora foi precipitada com etanol e, então, purificada com os sais quaternário de amônio e sulfato de amônio, resultando em uma pectina com baixo grau de metil-esterificação (23,81%) e um alto conteúdo de ácidos urônicos (91,19%). Entretanto, as tentativas de formação de gel com sacarose ou com sais de cálcio não foram bem-sucedidas. Outro estudo, intitulado “Degree of Esterification and Gelling Properties of Pectin Structure in Coffee Pulp” (RAKITIKUL, W.; NIMMANPIPUG, P. Degree of Esterification and Gelling Properties of Pectin Structure in Coffee Pulp. Key Engineering Materials, v. 675-676, p. 11-14, 2016), utilizou a polpa de café com o intuito de extração de pectinas. Um tratamento com água em uma razão sólido:líquido de 1:25 foi utilizado para a remoção de pigmentos. Em seguida, o sólido foi filtrado e extraído com uma solução de hexametáfosfato de sódio a 6% (m/m) em um pH 3, ajustado com HCl 1 M. O polissacarídeo foi então precipitado e seco a 35°C por 24 h. Ainda que o título do estudo sugira que a pectina da polpa de café tenha propriedades gelificantes, nenhum trabalho experimental foi realizado para demonstração dessas propriedades. Além disso, a única análise realizada para caracterização química do produto de extração foi uma titulação com NaOH visando a determinação do grau de metil-esterificação. A partir desta análise não seria possível afirmar se os autores obtiveram, de fato, uma pectina que atenda requisitos comerciais e muito menos que apresenta propriedades gelificantes.

[008]. Até o momento da escrita desse documento não foram encontrados documentos publicados ao que se refere à novidade apresentada aqui, ou seja, a formação de géis utilizando a pectina extraída de um resíduo do processamento do café. Segundo relatório

publicado em 2015 pela Food and Agriculture Organization (FAO) das Nações Unidas, a maior parte do café mundial é produzido por países em desenvolvimento. O Brasil figura como o maior produtor e exportador mundial de café, chegando a produzir cerca de 3.750 milhões de toneladas em 2018 (International Coffee Organization, Trade statistics tables, Total crop year production by exporting countries, 2019). A semente do café é o produto desejado pela agroindústria, contudo há uma produção significativa de resíduos, já que a combinação de casca e polpa representam 45% da cereja do café e atualmente são subutilizados. Esses resíduos são problemas ambientais sérios, podendo contaminar rios e solos, além de apresentarem problemas ao agricultor, pois quando não descartados de maneira correta, podem transferir patógenos para a próxima colheita (MURTHY P. S.; NAIDU, M. M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition – A review, Resources, Conservation and Recycling, v. 66, p. 45-58, 2012). A combinação desses fatores reforça a necessidade do uso desses resíduos e o mérito da presente invenção, que justamente utiliza-os para produção de um importante insumo para diversas indústrias.

Sumário da invenção

[009]. A presente invenção proporciona um método de obtenção de pectina a partir de resíduo agrícola do despulpamento do fruto do café e sua utilização como agente espessante e gelificante. O resíduo agrícola em questão é comumente referido como polpa de café e basicamente compreende o exocarpo e mesocarpo (pericarpo) do fruto do café retirado na etapa de despulpamento do fruto. A invenção compreende:

- (i) Uma etapa de extração ácida a partir de resíduo agrícola do processamento do café ou do resíduo resultante de pré-tratamento com solvente orgânico polar de cadeia curta para a obtenção de um extrato clarificado rico em pectinas;

- (ii) Precipitação, separação, lavagem, secagem e moagem da pectina;
- (iii) Utilização da pectina como agente espessante ou gelificante.

[010]. A invenção será descrita com maior riqueza de detalhes nos itens conseguintes, tornando-a reproduzível com a descrição detalhada da invenção.

Breve descrição das figuras

[011]. A Figura 1 mostra o fluxograma de um provável processo de obtenção de pectina a partir da polpa do café *in natura* ou seca. As operações unitárias envolvidas no processo compreendem: moagem do material (1), extração ácida para solubilização da pectina (2), filtração para a clarificação do extrato (3), precipitação com solvente orgânico polar (4), filtração para separação da pectina insolúvel (5), lavagens da pectina utilizando solvente orgânico polar (6), secagem (7) e moagem (8), para obtenção da pectina em pó.

[012]. A Figura 2 mostra os prováveis usos da pectina obtida a partir da polpa do café. A pectina em pó pode ser utilizada como um agente espessante ou gelificante em indústrias de fármacos, química, alimentos e bebidas, rações e cosméticos.

[013]. A Figura 3 mostra uma cromatografia em camada delgada da pectina extraída da polpa do café. A nomenclatura dos padrões de monossacarídeos (Fuc = Fucose, Glc = Glicose, Man = Manose, Ara = Arabinose, GalA = Ácido galacturônico, Xyl = Xilose, Gal = Galactose e GlcA = Ácido glucurônico) está localizada à direita do local de detecção. Os resultados confirmam que a natureza do ácido urônico é galacturônico.

[014]. A Figura 4 mostra o perfil de eluição da pectina extraída da polpa do café submetida à cromatografia por exclusão de tamanho de alta resolução (HPSEC) associada ao detector de índice de refração (RI).

[015]. A Figura 5 mostra curvas de viscosidade de soluções a 5% de pectina em água e cloreto de sódio (NaCl) 0,1M e 1,0M. As barras de erro representam o desvio padrão das triplicatas.

[016]. A Figura 6 mostra varreduras de frequência dos géis formados com 1,5% (m/m) de pectina, um pH de 2,5, com diferentes concentrações de sacarose (55-65%). As barras de erro representam o desvio padrão das triplicatas.

[017]. A Figura 7 mostra varreduras de frequência de géis de baixa caloria utilizando uma concentração de pectina de 1,5%, um pH de 2,5 e concentrações de xilitol de 55 e 60%. As barras de erro representam o desvio padrão das triplicatas.

Descrição detalhada da invenção

[018]. A Figura 1 mostra o processo preferencial para a extração de pectina da polpa do café, representando de forma sintetizada o que irá ser descrito a seguir. O processo da invenção viabiliza a utilização do resíduo agrícola do processamento do café (*Coffea spp.*) para a obtenção de pectinas que podem ser utilizadas como agente espessante ou gelificante. O resíduo agrícola em questão compreende basicamente o exocarpo e mesocarpo (pericarpo) do fruto do café, comumente referido como polpa do café, disponíveis na etapa de despulpamento mecânico do grão. Na referida etapa, é recomendado que a polpa do café seja conservada o mais rápido possível de modo a preservar a estrutura da pectina, evitando assim a degradação por parte de enzimas pectinolíticas presentes no material vegetal. A secagem da polpa do café é um método eficiente para a conservação da integridade da pectina.

[019]. A secagem do material é recomendada também previamente à moagem (Figura 1 – etapa 1). Um tamanho diminuto das partículas tende a aumentar o rendimento da extração. De posse do material moído, devem ser realizadas extrações com ácido em um pH

entre 0,5 e 3,0, preferencialmente de 1,5 (Figura 1 – etapa 2). Em um pH demasiadamente baixo é possível que ocorra a degradação das pectinas e a consequente diminuição de sua massa molar, porém um pH não suficientemente ácido pode não ser eficiente para a extração das pectinas presentes na parede celular da polpa do café. A utilização de ácidos minerais é preferível para a etapa de extração. Uma etapa opcional de despigmentação e inativação de enzimas pode ser realizada previamente a extração através da fervura em um solvente orgânico polar de cadeia curta, como o etanol. O resíduo insolúvel resultante do pré-tratamento é, então, seco e segue para a extração ácida. Essa etapa geralmente aumenta o rendimento da extração das pectinas.

[020]. A temperatura de extração deve ser de pelo menos 70°C (preferivelmente entre 90 e 100°C), sendo temperaturas menores, necessários tempos maiores e temperaturas maiores, tempos menores de extração, que devem ser de pelo menos 10 minutos. São preferíveis tempos de extração entre 30 e 45 minutos. A relação sólido-líquido (kg/L) varia de 1:10 até 1:40, sendo preferível a relação de 1:25. Concentrações mais baixas de material vegetal em relação à fase líquida normalmente tendem a aumentar a eficiência da extração, porém uma quantidade demasiada de solução ácida utilizada pode ser prejudicial no viés econômico e ambiental, além de demandar mais solvente orgânico para a precipitação. O extrato deve então ser separado do resíduo sólido por algum método de separação sólido-líquido, como por exemplo a filtração, centrifugação ou sedimentação (Figura 1 – etapa 3). Opcionalmente, o extrato contendo a pectina pode ser concentrado, com o intuito de reduzir o volume para a etapa posterior de precipitação.

[021]. A precipitação do polissacarídeo presente no extrato é feita com o uso de um solvente orgânico polar de cadeia curta, como

por exemplo um álcool (Figura 1 – etapa 4). O solvente orgânico polar deve interagir bem com a água a fim de retirar a água de solvatação das moléculas de pectina, otimizando as interações pectina-pectina, fazendo com que o polissacarídeo precipite. Podem ser empregados de 0,5 a 5 volumes de solvente orgânico polar em relação ao volume de extrato. Como opção, o pH do extrato pode ser ajustado previamente à precipitação para um pH entre 3 e 4, mais preferencialmente 3,5. Esta etapa opcional pode aumentar o rendimento e garantir melhor estabilidade na conservação das pectinas.

[022]. Posteriormente, a pectina precipitada é separada da fase líquida por meio de algum método de separação sólido-líquido, como a filtração, centrifugação ou sedimentação (Figura 1 – etapa 5). Ademais, uma etapa adicional de lavagens com o solvente orgânico polar é realizada com o intuito de aumentar a pureza da pectina e facilitar a secagem (Figura 1 – etapa 6). Por fim, o solvente orgânico deve ser removido da pectina por algum método de secagem (Figura 1 – etapa 7), como por exemplo estufas, secadores, vácuo, armazéns climatizados, liofilizadores ou agentes dessecantes. A pectina seca resultante é moída, preferivelmente em moinhos ou trituradores, e direcionada para a devida aplicação (Figura 1 – etapa 8).

[023]. A pectina obtida de acordo com a presente invenção é particularmente útil como um agente espessante e gelificante. Ela pode ser empregada, principalmente, na formulação de produtos alimentícios, como em geleias, geleias com baixo teor de açúcar, compotas, doces, géis empregados na confeitaria, produtos de panificação, iogurtes e sobremesas. Pode ser útil também na formulação de fármacos, cosméticos, químicos, rações e bebidas, como mostrado na Figura 2.

[024]. A pectina obtida normalmente se apresenta como uma pectina de alto grau de metil-esterificação por apresentar mais de 50% das unidades de ácido galacturônico metil-esterificadas. Entretanto, esta propriedade pode variar dependendo das condições de extração empregadas e possíveis modificações químicas após a extração. Essas pectinas podem ser adicionadas a formulações que requerem agentes espessantes, aumentando, assim, a viscosidade do produto. Ainda, no caso provável da obtenção de pectinas de alto grau de metil-esterificação, a formação de géis se dá na presença de uma certa quantidade de sólidos solúveis (pelo menos 50%) e um pH ácido (valor menor de 3,5). Os sólidos solúveis podem ser representados pela sacarose, xilitol ou outros solutos que possam interagir com a água, favorecer as ligações entre as cadeias de pectina e formação da rede para a estruturação do gel. Adicionalmente ao ajuste de pH e a solubilização de sólidos, pode ser empregada uma etapa de aquecimento para a formação do gel.

Exemplo 1 – Obtenção das pectinas provenientes da polpa do café

[025]. Polpa do café fresca foi obtida em uma fazenda localizada em Ibaiti-PR, Brasil. Os frutos do café foram despulpados mecanicamente e as partes referentes ao exocarpo e mesocarpo foram coletadas e imediatamente congeladas. O material congelado foi liofilizado e moído em um liquidificador convencional. Um total de 150 gramas do pó resultante foi pesado e fervido sob refluxo em 1 litro de etanol 80% (v/v), durante 20 minutos, para obtenção do resíduo insolúvel em álcool (AIR). O AIR foi separado da solução de etanol por meio de filtração, lavado 3 vezes com álcool absoluto e seco em temperatura ambiente. O AIR ainda foi moído em um moinho analítico IKA-A11 (IKA Werke GmbH & Co. KG, Alemanha) para uma maior diminuição do tamanho das partículas. A extração de pectinas foi

realizada com 40 gramas de AIR adicionados a 1 litro de uma solução fervente de ácido nítrico 0,1 M. A extração foi de 30 minutos, em fervura, sob refluxo. O extrato obtido ao final da extração passou por uma etapa de filtração em tecido sintético, centrifugação a 5000 rpm por 20 minutos e então precipitação com 2 volumes de etanol absoluto. Após ser mantido a 4°C por 16 horas, o precipitado foi filtrado, lavado 3 vezes com etanol absoluto e seco sob vácuo. Posteriormente à secagem, o polissacarídeo foi pesado para cálculo de rendimento, moído e caracterizado em relação ao seu grau de metil-esterificação, acetilação, teor de proteínas, fenólicos, massa molar e composição monossacarídica, como mostrado nas tabelas 1 e 2. A pectina do café apresenta um rendimento satisfatório, uma alta massa molar e uma composição química apropriada para utilização como agente espessante e gelificante.

Tabela 1 – Características gerais da pectina extraída da polpa do café

Rendimento^a (%)	DM^b (%)	DA^c (%)	Proteínas^d (%)	Fenólicos^e (%)	Mw^f (g/mol)
14,6±0,6	63,2±0,8	5,6±0,2	1,4±0,1	0,7±0,03	3,9.10 ⁵

^aRendimento = (massa polissacarídeo/massa AIR inicial) * 100

^bGrau de metil-esterificação (DM) determinado por espectroscopia no infravermelho (FT-IR);

^cGrau de acetilação (DA) determinado pelo método colorimétrico de Hestrin (1949);

^dTeor de proteínas determinado pelo método colorimétrico de Bradford (1976);

^eTeor de fenólicos determinado pelo método colorimétrico de Singleton e Rossi (1965).

^fMassa molar média (M_w) obtida por espalhamento de luz.

Tabela 2 – Composição monossacarídica da pectina extraída da polpa do café

Ramnose^a (%)	Fucose^a (%)	Arabinose^a (%)	Xilose^a (%)	Manose^a (%)	Galactose^a (%)	Glucose^a (%)	Ácido^b galacturônico (%)
--	---	--	---	---	--	--	--

5,2±0,8	0,1±0,03	3,6±0,2	2,7±1,4	2,1±0,6	13,6±1,6	4,6±0,9	68,1±2,2
---------	----------	---------	---------	---------	----------	---------	----------

^aAçúcares neutros quantificados por cromatografia gasosa (GC);

^bTeor de ácidos urônicos determinado pelo método colorimétrico de Blumenkrantz e Asboe-Hansen (1973) e confirmação da natureza como galacturônico realizada por cromatografia em camada delgada (CCD).

[026]. A natureza do ácido urônico foi determinada como galacturônico por cromatografia em camada delgada (CDD), como mostrado na Figura 3, confirmando a classificação do polissacarídeo como pectina. A partir dos dados de composição monossacarídica, é possível estimar as proporções de homogalacturonana (HG), ramnogalacturonana-I (RG-I) e um fator de comprimento das cadeias laterais de RG-I: (Ara+Gal/Rha).

Tabela 3 – Constituintes da pectina extraída da polpa do café

HG ^a (%)	RG-I ^b (%)	(Ara+Gal)/Rha (%)
62,9	27,6	3,3

^aHG = GalA – Rha; ^bRG-I = 2(Rha) + Ara + Gal (M'sakni et al. Composition, structure and solution properties of polysaccharides extracted from leaves of *Mesembryanthemum crystallinum*. European Polymer Journal, v. 42, p. 786-795, 2006).

[027]. Nota-se que a pectina proveniente da polpa do café é majoritariamente constituída de homogalacturonanas e que as cadeias laterais de RG-I são curtas, compostas em sua maioria por unidades de galactose.

[028]. O perfil de eluição da pectina extraída da polpa do café submetida à cromatografia por exclusão de tamanho de alta resolução (HPSEC) com detector de índice de refração (RI) está apresentado na Figura 4. O início da eluição da pectina acontece pouco antes dos 40 minutos.

Exemplo 2 – Utilização da pectina da polpa do café como agente espessante

[029]. O comportamento espessante da pectina da polpa do café foi avaliado usando soluções a 5% (m/m) de pectina em água ultrapura, NaCl 0,1 M e NaCl 1,0 M. As soluções foram preparadas em copos Becker, sob agitação magnética até completa solubilização. Um total de 0,75 gramas de pectina foi pesada e solubilizada sob agitação magnética em 14,25 gramas de água ultrapura, solução de NaCl 0,1M ou solução de NaCl 1,0 M. Após 1 hora de descanso, as soluções seguiram para as análises reológicas, conduzidas no reômetro Thermo Scientific Haake Mars (Haake GmbH, Alemanha) acoplado a um banho termostático (HAAKE K15), um circulador de água DC5 e um controle Peltier de temperatura. O comportamento de fluxo foi realizado em modo CR (taxa de cisalhamento controlada), a 25°C, utilizando o sensor cone/placa C60 2° Ti L em uma taxa de cisalhamento de 0,001-1000 s⁻¹.

[030]. A Figura 5 mostra curvas de viscosidade da pectina extraída da polpa do café em água, NaCl 0,1 M e NaCl 1,0 M. O comportamento mostrou-se ser pseudoplástico, ou seja, houve uma diminuição da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento. O primeiro patamar Newtoniano da solução de pectina em água e em NaCl 0,1 M foi de aproximadamente 6 Pa.s, enquanto para a solução em NaCl 1,0 M foi de 20 Pa.s. Houve um aumento na viscosidade da pectina solubilizada em NaCl 1.0 M.

Exemplo 3 – Utilização da pectina da polpa do café no preparo de géis com sacarose

[031]. As pectinas extraídas da polpa do café possuem um alto grau de metil-esterificação (DM=63,2%±0,8) e são classificadas como pectinas de gelificação lenta, por apresentar um valor de DM entre 60 e 65%, portanto a temperatura da formação do gel varia entre 45 e 60°C (EMBRAPA, Manual para produção de geleias de frutas em escala industrial, 1998). Pectinas de alto grau de metil-esterificação gelificam em um pH ácido na presença de uma certa quantidade de

sólidos solúveis. Desse modo, foram preparados géis em um pH igual a 2,5, com 1,5% (m/m) de pectina, nas concentrações de sacarose de 55%, 60% e 65% (massa de sacarose em relação à massa final do gel).

[032]. Primeiramente, foi pesado 0,3 gramas de pectina para o preparo da amostra em cada condição. A pectina foi, então, solubilizada sob agitação magnética em 3,8 mL de água deionizada. Para o preparo dos géis nas concentrações de 55%, 60% e 65% de sacarose, foram pesados 11, 12 e 13 gramas de sacarose, respectivamente, e cada um foi solubilizado em 3,8 gramas de água deionizada, com auxílio de agitação magnética e alta temperatura. A solução de pectina foi, então, adicionada à solução de sacarose, sendo mantida a agitação e a alta temperatura até completa homogeneidade. Em seguida, o pH da solução foi ajustado para 2,5 e a massa do gel para 20 gramas. Os géis foram mantidos a temperatura ambiente até equilíbrio térmico e depois a 4°C por 16 horas, para que então, fossem analisados quanto às suas características reológicas.

[033]. Anteriormente à análise, os géis foram mantidos por 1 hora a temperatura ambiente. Testes oscilatórios foram realizados com os diferentes géis no reômetro ThermoScientificHaakeMars (HaakeGmbH, Alemanha) acoplado a um banho termostático (HAAKE K15), um circulador de água DC5 e um controle Peltier de temperatura. Os testes foram realizados a uma temperatura de 25°C, utilizando o sensor placa/placa P35 Ti L. O programa RheoWin Data Manager versão 4.82.0002 (Thermo Fisher Scientific, MA, EUA) foi utilizado para a obtenção dos parâmetros reológicos e estatísticos.

[034]. A primeira análise realizada foi uma varredura de tensão para a determinação da faixa viscoelástica linear da amostra, utilizando uma frequência de 1 Hz e uma faixa de tensão de 0,01 a 10 Pa. De posse de uma tensão dentro da faixa visco-elástica linear, foram conduzidas varreduras de frequência na faixa de 0,01 a 100 Hz para os

géis com diferentes concentrações de sacarose, apresentadas na Figura 6. Em todas as concentrações o módulo elástico (G') se apresentou maior do que o módulo viscoso (G'') por toda a varredura. Nota-se também um aumento dos módulos e da força do gel com o aumento da concentração de sacarose.

Exemplo 4 – Utilização da pectina da polpa do café no preparo de géis de baixa caloria

[035]. O procedimento descrito no exemplo 3 foi repetido para o preparo dos géis com xilitol, com o uso da concentração de 1,5% (m/m) de pectina, pH de 2,5 e com a substituição das concentrações de sacarose por 55% e 60% (m/m) de xilitol. As análises reológicas foram realizadas seguindo o mesmo procedimento descrito no exemplo 3. As varreduras de frequência obtidas para os géis formados com o uso de xilitol estão apresentadas na Figura 7. Os valores dos módulos elástico (G') e viscoso (G'') se mantiveram altos com a substituição da sacarose pelo xilitol, demonstrando a capacidade como agente gelificante da pectina da polpa do café no preparo de géis de baixa caloria.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo de utilização de resíduo agrícola do processamento do café **caracterizado pelas** seguintes etapas:

- a) extração ácida do pericarpo do fruto do café com ácido mineral diluído em uma faixa de pH de 0,5 a 3,0, em temperatura de extração de pelo menos 70°C, com duração de pelo menos 10 minutos;
- b) filtração para a clarificação do extrato;
- c) precipitação da pectina por meio da utilização de solvente orgânico polar de cadeia curta;
- d) separação da pectina por sedimentação ou centrifugação ou filtração;
- e) lavagem da pectina com solvente orgânico polar;
- f) secagem da pectina;
- g) moagem da pectina.

2. Processo de utilização de resíduo agrícola do processamento do café, conforme a reivindicação 1, **caracterizado por** uma razão sólido-líquido (kg/L) na etapa de extração variando de 1:10 até 1:40 (massa de material:volume de solução ácida).

3. Processo de utilização de resíduo agrícola do processamento do café, conforme a reivindicação 1, **caracterizado pela** utilização de 0,5 a 5 volumes de solvente orgânico polar de cadeia curta em relação ao volume de extrato na etapa de precipitação.

4. Processo de produção de gel com o uso de pectina moída, conforme a reivindicação 1, **caracterizado pelas** seguintes etapas:

- a) extração ácida do pericarpo do fruto do café com ácido mineral diluído em uma faixa de pH de 0,5 a 3,0, em temperatura de extração de pelo menos 70°C, com duração de pelo menos 10 minutos;

- b) filtração para a clarificação do extrato;
- c) precipitação da pectina por meio da utilização de solvente orgânico polar de cadeia curta;
- d) separação da pectina por sedimentação ou centrifugação ou filtração;
- e) lavagem da pectina com solvente orgânico polar;
- f) secagem da pectina;
- g) moagem da pectina;
- h) adição da pectina em preparação com no mínimo de 50% (m/m) de sólidos solúveis e um valor de pH de 3,5 ou menos.

5. Uso da pectina moída obtida por um processo de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado por** ser como agente gelificante a partir da sua adição em preparações das indústrias de fármacos, química, alimentos e bebidas, rações e cosméticos.

6. Processo de produção de espessamento com o uso de pectina moída, conforme a reivindicação 1, **caracterizado pelas** seguintes etapas:

- a) extração ácida do pericarpo do fruto do café com ácido mineral diluído em uma faixa de pH de 0,5 a 3,0, em temperatura de extração de pelo menos 70°C, com duração de pelo menos 10 minutos;
- b) filtração para a clarificação do extrato;
- c) precipitação da pectina por meio da utilização de solvente orgânico polar de cadeia curta;
- d) separação da pectina por sedimentação ou centrifugação ou filtração;
- e) lavagem da pectina com solvente orgânico polar;
- f) secagem da pectina;
- g) moagem da pectina;
- h) adição da pectina em preparação de baixa viscosidade.

7. Uso da pectina moída obtida por um processo de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado por** ser como agente espessante a partir da sua adição em preparações das indústrias de fármacos, química, alimentos e bebidas, rações e cosméticos.

FIGURAS

FIGURA 1

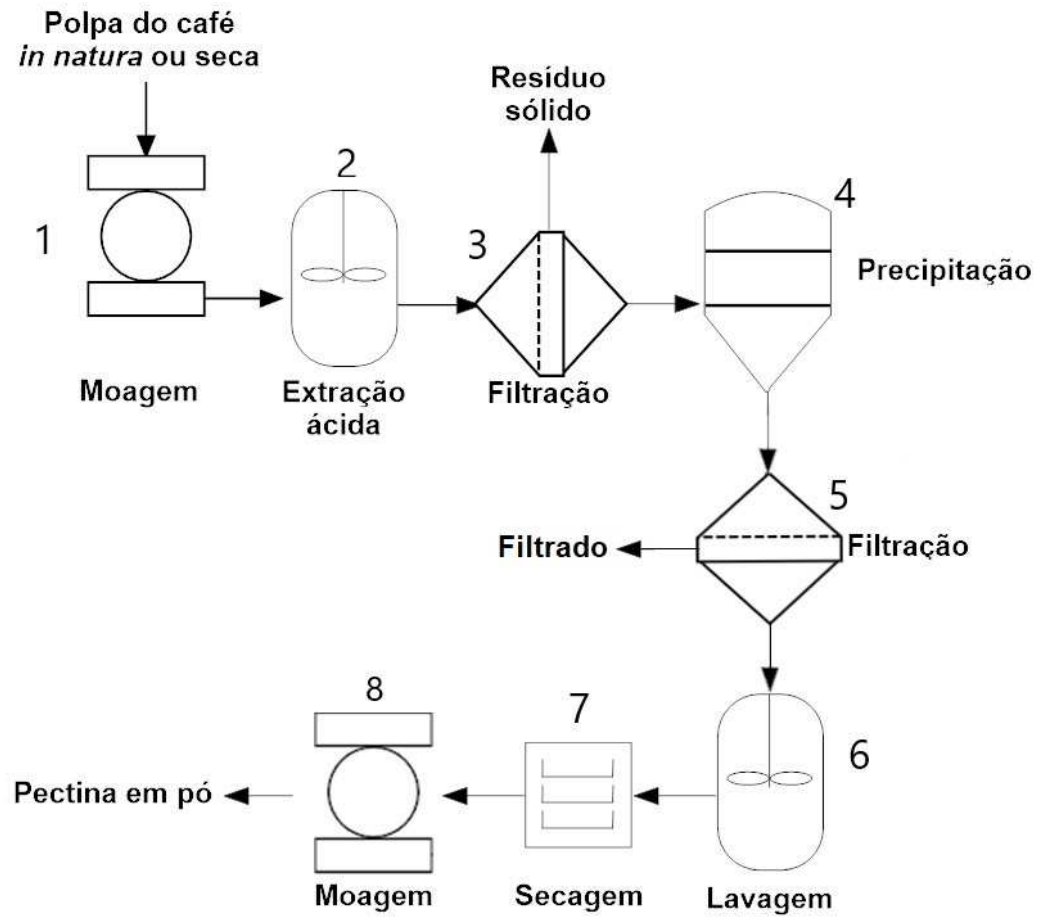


FIGURA 2

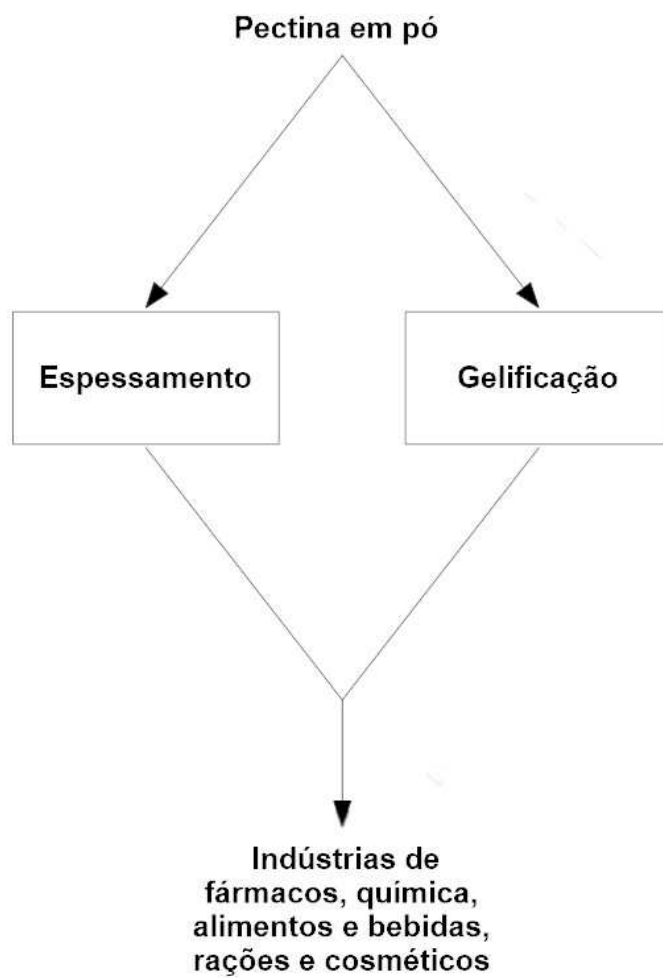


FIGURA 3

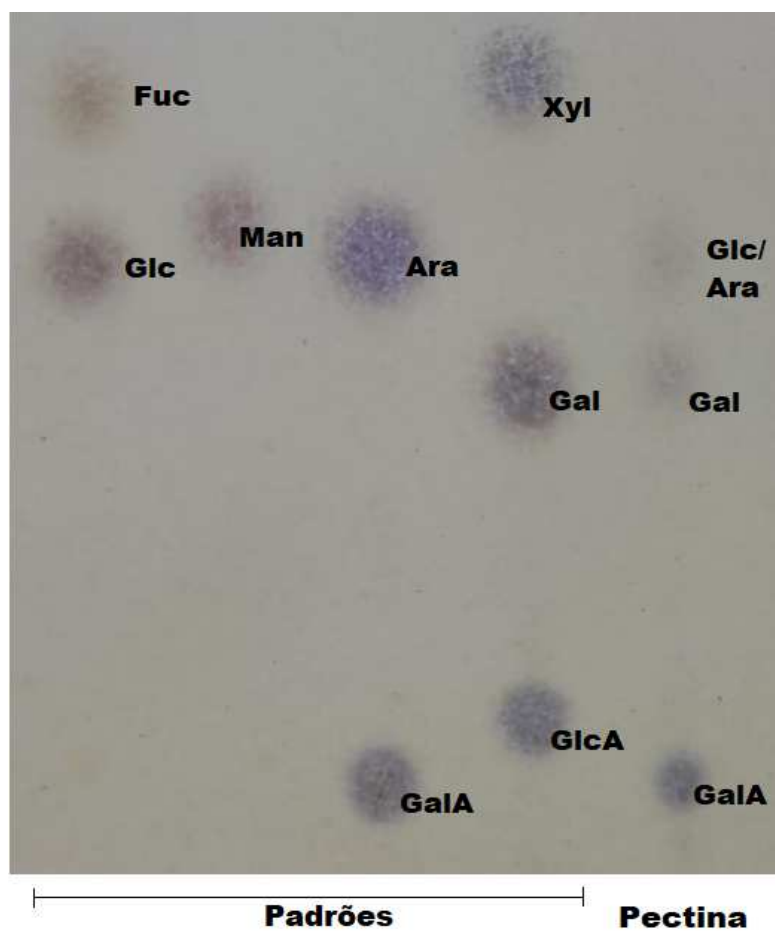


FIGURA 4

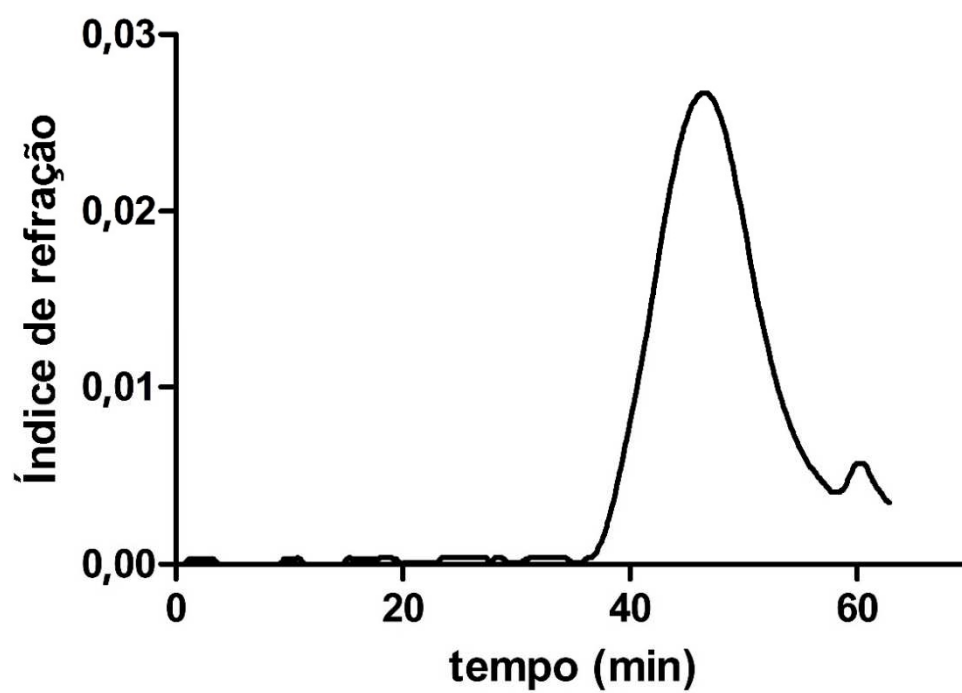


FIGURA 5

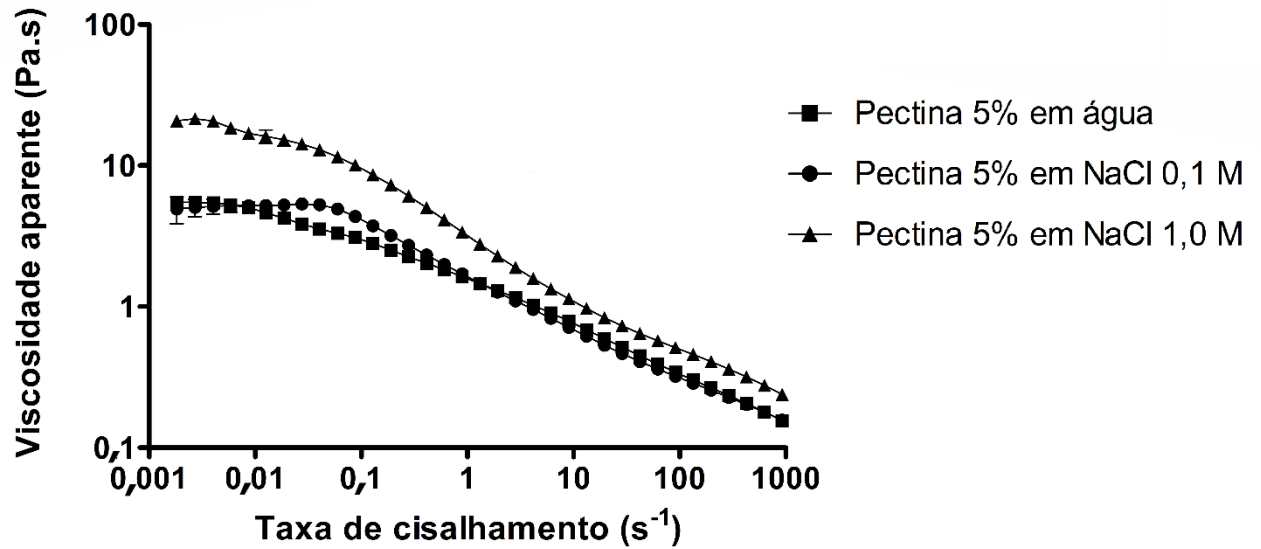


FIGURA 6

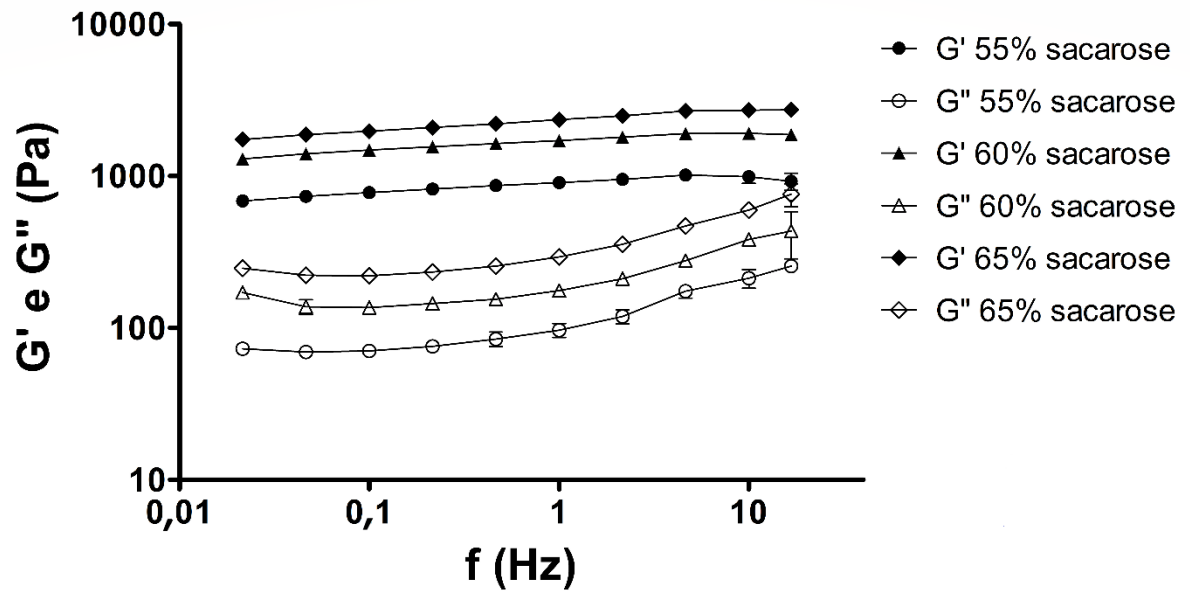
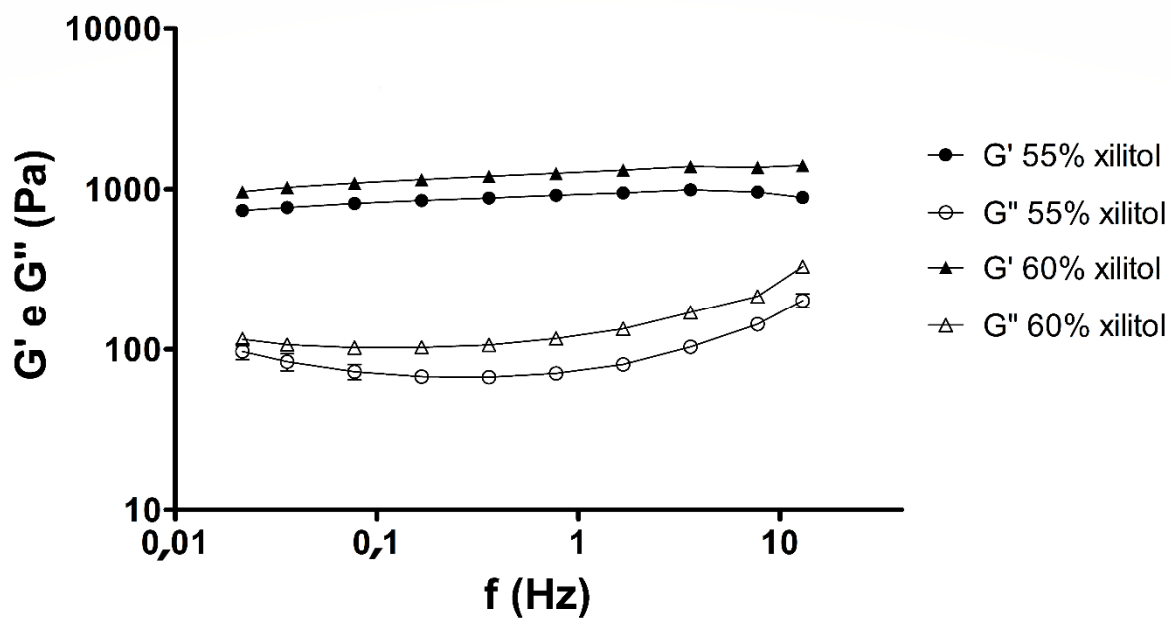


FIGURA 7



RESUMO**OBTENÇÃO E UTILIZAÇÃO DA PECTINA DE RESÍDUO AGRÍCOLA DO
PROCESSAMENTO DO CAFÉ COMO AGENTE ESPESSANTE E GELIFICANTE**

A presente invenção contém um processo de obtenção de pectinas provenientes da polpa do café (*Coffea sp.*) e sua utilização como agente espessante e gelificante. A invenção compreende as etapas de (i) Extração ácida a partir de resíduo agrícola do processamento do café ou do resíduo resultante de pré-tratamento com solvente orgânico polar de cadeia curta para a obtenção de um extrato clarificado rico em pectinas; (ii) Precipitação, separação, lavagem, secagem e moagem da pectina; (iii) Utilização da pectina como agente espessante ou gelificante. O processo contido nessa invenção permite a utilização da polpa do café, um dos principais resíduos agrícolas gerados no Brasil, na obtenção de pectinas com propriedades espessantes e gelificantes, utilizadas em preparações nas indústrias de fármacos, química, alimentos e bebidas, rações e cosméticos.