



UNIVERSIDADE FEDERAL DO TOCANTINS
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE PALMAS
CURSO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

JÉSSYCA CIPRIANO BARBOSA VASCONCELOS

**AVALIAÇÃO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DA FARINHA DA
CASCA DE BANANA VERDE TIPO CAVENDISH (*MUSA AAA*) UTILIZANDO UM
PLANEJAMENTO FATORIAL**

Palmas-TO

2019

1

JÉSSYCA CIPRIANO BARBOSA VASCONCELOS

**AVALIAÇÃO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DA FARINHA DA
CASCA DE BANANA VERDE TIPO CAVENDISH (*MUSA AAA*) UTILIZANDO UM
PLANEJAMENTO FATORIAL**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao curso de Engenharia de
Alimentos, Universidade Federal do
Tocantins, como parte do requisito para
obtenção do título de Bacharel em
Engenharia de Alimentos.

Orientador: Prof. MSc. Itamar Souza
Reges

Palmas-TO

2019

2

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Tocantins

- V331a Vasconcelos, Jessyca Cipriano Barbosa .
AVALIAÇÃO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DA FARINHA DA CASCA DE BANANA VERDE TIPO CAVENDISH (MUSA AAA) UTILIZANDO UM PLANEJAMENTO FATORIAL. / Jessyca Cipriano Barbosa Vasconcelos. – Palmas, TO, 2019.

54 f.

Monografia Graduação - Universidade Federal do Tocantins – Câmpus Universitário de Palmas - Curso de Engenharia de Alimentos, 2019.

Orientador: Itamar Souza Reges

1. Pectina. 2. Extração. 3. Rendimento. 4. Planejamento fatorial. I. Título

CDD 664

TODOS OS DIREITOS RESERVADOS – A reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio deste documento é autorizado desde que citada a fonte. A violação dos direitos do autor (Lei nº 9.610/98) é crime estabelecido pelo artigo 184 do Código Penal.

Elaborado pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica da UFT com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

FOLHA DE APROVAÇÃO

JESSYCA CIPRIANO BARBOSA VASCONCELOS

AVALIAÇÃO DO RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DE PECTINA DA FARINHA DA CASCA DE BANANA VERDE TIPO CAVENDISH (*Musa AAA*) UTILIZANDO UM PLANEJAMENTO FATORIAL

Monografia foi avaliada e apresentada à UFT – Universidade Federal do Tocantins – Campus Universitário de Palmas, Curso de Engenharia de Alimentos para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora.

Data de aprovação: 19 / 12/ 2019

Banca Examinadora:



Prof. MSc. Itamar Souza Reges, UFT



Prof. MSc. Cilene Mendes Reges, UFT



Prof. Dr. Donizete Xavier da Silva, UFT

Palmas-TO, 2019

Dedico este trabalho a minha família que compartilha comigo todos os momentos da minha vida, sejam eles bons ou ruins, mas acima de tudo o amor.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus por ter me ajudado a concluir esta etapa da minha vida.

A minha família, principalmente aos meus queridos pais, Wilson Bailão Barbosa e mãe Audilene Cipriano Barbosa. Vocês me educaram com amor, se dedicaram à minha educação como ser humano. Vocês fizeram de mim a pessoa que sou hoje, e eu só tenho motivos para agradecer pelo apoio e carinho durante esta caminhada. Ao meu marido, Pedro Augusto R. Vasconcelos, que foi fundamental neste período, caminhando sempre ao meu lado. Amo vocês!

Aos meus irmãos, que mesmo de longe, sempre torceram pelo meu sucesso. E por isso, agradeço imensamente!

Aos professores da Universidade Federal do Tocantins, pelo conhecimento adquirido durante esta jornada de aprendizado que trilhamos juntos durante o curso, em especial o Professor MSc. Itamar Souza Reges pela disponibilidade e orientação durante o processo de Trabalho de Conclusão do curso e toda a graduação. Aos Professor Donizete Xavier da Silva e a Professora Cilene Mendes Reges por aceitarem avaliar esse trabalho. Ao biólogo Douglas Martins técnico do laboratório por me ajudar durante as análises e por todo ensinamento e paciência. E aos amigos que de alguma forma contribuíram para meu crescimento profissional e humano, durante este período de graduação. Desde já, muito obrigada!

RESUMO

Na cadeia de processamento da banana uma grande quantidade de resíduos com potencial de aproveitamento é gerada. Como a casca de banana é rica em nutrientes, uma forma de reaproveitar seria a utilização da farinha de casca de banana (*Musa AAA*) tipo Cavendish na obtenção de pectina. Logo, o principal objetivo desse trabalho foi a extração de pectina a partir da farinha da casca de banana verde pelo método ácido cítrico e avaliar seu rendimento utilizando um planejamento fatorial. Foi utilizado um planejamento fatorial 2^3 mais três pontos centrais no qual foram avaliados os seguintes fatores independentes: razão (1:20, 1:12,5 e 1:10); pH (2,0, 2,5 e 3) e tempo de extração (3, 4 e 5 h). Conforme as condições utilizadas na extração da pectina, o rendimento variou de 5,317 a 17,355 % e mostrou-se próximo de outros autores que trabalharam com o mesmo ácido. A análise do planejamento mostrou que todos os fatores foram significativos, com nível de confiança de 95%. A análise da superfície de resposta mostrou que a melhor condição para o rendimento de extração de pectina da farinha da casca de banana tipo Cavendish foi com pH de 2,0, tempo de 3 horas e com razão de 1:20 g/ml. Logo, os resultados sugerem que a casca de banana verde tipo Cavendish pode ser reaproveitada uma vez que contém um teor satisfatório de pectina.

Palavras-chaves: Banana; pectina; extração; rendimento; planejamento fatorial.

ABSTRACT

In the banana processing chain a large amount of waste with potential for use is generated. Since banana peel is rich in nutrients, one way to reuse it would be to use Cavendish banana peel flour (Musa AAA) to obtain pectin. Therefore, the main objective of this work was the extraction of pectin from the green banana peel flour by the citric acid method and to evaluate its yield using a factorial design. A 2^3 factorial design plus three central points were used in which the following independent factors were evaluated: ratio (1:20, 1:12,5 and 1:10); pH (2.0, 2.5 and 3) and extraction time (3, 4 and 5 h). According to the conditions used in pectin extraction, the yield ranged from 5,317 to 17,355% and was close to other authors who worked with the same acid. Planning analysis showed that all factors were significant, with a 95% confidence level. Response surface analysis showed that the best condition for pectin extraction yield from Cavendish banana peel flour was pH 2.0, time 3 hours and 1:20 g / ml ratio. Therefore, the results suggest that Cavendish green banana peel can be reused as it contains a satisfactory pectin content.

Key-words: Banana; pectin; extraction; Yield; factorial planning.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Partes da Bananeira
- Figura 2** - Escala de VON LOESECKE, 1950.
- Figura 3** - Parede Celular Vegetal
- Figura 4** - Estrutura Química Completa da Pectina
- Figura 5** - Sistema representando uma função ligando os fatores às repostas
- Figura 6** - Experimento Fatorial de dois fatores, caso geral
- Figura 7** - Análise da variância (ANOVA).
- Figura 8** - Preparo da Farinha da Casca da Banana para Obter o RIA e Pectina
- Figura 9** - Acidificação das amostras
- Figura 10** - Extração de pectina em banho maria
- Figura 11** - Solução de Pectina Extraída pelo Ácido Cítrico
- Figura 12** - Pellets de Pectina Extraída
- Figura 13** - Pectina em Pó
- Figura 14** - Efeito das variáveis “razão”, “pH” e “tempo” e suas interações sobre o rendimento de extração de pectina da farinha da casca de banana tipo Cavendish
- Figura 15** - Gráfico de curvas de nível do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo cavendeshi em função do tempo (h) e pH
- Figura 16** - Gráfico de superfície de resposta do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo cavendeshi em função da razão (g/ml) e pH

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Produção Brasileira de Banana por Região

Tabela 2 - Principais Estados Produtores de Banana no Brasil

Tabela 3 - Estádios de maturação da banana

Tabela 4 - Teor de Pectina em Matéria Seca de Principais Frutas Utilizadas na Extração

Tabela 5 - Matriz de planejamento do experimento fatorial 2^3

Tabela 6 - Níveis codificados do planejamento experimental

Tabela 7 – Valores reais do planejamento experimental 2^3 mais três pontos centrais

Tabela 8 - Planejamento experimental com matriz das variáveis independentes reais e, variável resposta para a eficiência.

Tabela 9 - Efeitos estimados do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo Cavendish em função da razão, tempo (h) e pH

Tabela 10- Análise de variância do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo Cavendish em função da razão, tempo (h) e pH

LISTA DE SÍMBOLOS

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística

FBV – Farinha da Casca de Banana Verde

ACS - American Chemical Society

ATM- Alto Teor de Metoxilação

BTM- Baixo Teor de Metoxilação

LDL - lipoproteínas de baixa densidade

ANOVA - Análise de variância

RIA - Resíduo Insolúvel em Álcool

SUMÁRIO

| | | |
|---|--|----|
| 1 | INTRODUÇÃO | 14 |
| 2 | OBJETIVOS | 16 |
| | 2.1 Objetivo Geral | 16 |
| | 2.2 Objetivos Específicos | 16 |
| 3 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... | 17 |
| | 3.1 Banana (Musa AAA) | 17 |
| | 3.2 Principais Variedades | 18 |
| | 3.3 Características..... | 19 |
| | 3.4 Status de maturação | 20 |
| | 3.5 Casca de banana..... | 22 |
| 4 | PECTINA..... | 23 |
| | 4.1 Definição e Classificação | 23 |
| | 4.2 Principais Fontes de Pectina | 25 |
| | 4.3 Aplicação da Pectina..... | 26 |
| | 4.4 Métodos de Extração da Pectina..... | 27 |
| 5 | PLANEJAMENTO FATORIAL | 28 |
| | 5.1 DEFINIÇÕES | 30 |
| | 5.2 Planejamento fatorial 2^k | 31 |
| | 5.3 Análise de variância dos efeitos do experimento fatorial 2^k | 34 |
| 6 | MATERIAIS E MÉTODOS | 37 |
| | 6.1 Obtenção da Farinha da Casca de Banana Verde | 37 |
| | 6.2. Planejamento experimental para a extração das pectinas | 37 |
| | 6.2 Obtenção do Resíduo Insolúvel em Álcool (RIA)..... | 39 |
| | 6.3 Extração e Rendimento da Pectina | 39 |
| 7 | RESULTADOS E DISCUSSÕES | 43 |

| | | |
|-----|-------------------------------------|----|
| 7.1 | Rendimento da Pectina Extraída..... | 43 |
| 7.2 | Análise dos Efeitos | 44 |
| 8 | CONCLUSÃO | 50 |
| 9 | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... | 51 |

1 INTRODUÇÃO

A bananeira (*Musa AAA.*) é uma planta monocotiledônea, perene e originária dos trópicos úmidos do Sudeste Asiático. Atualmente o cultivo da banana é realizado em cerca de 120 países de regiões tropicais e subtropicais (Israeli & Lahav, 2017).

A banana se encontra dentre as frutas mais consumidas no mundo e está entre as principais culturas de interesse na área da fruticultura. No Brasil, é a terceira fruta mais produzida, sendo praticamente toda consumida por consumidores brasileiros. Uma grande vantagem dessa cultura é que ela pode ser produzida durante o ano todo, sofrendo influência das condições climáticas e sazonalidade de produção que está diretamente ligada ao comportamento de mercado (CAMPOS; GONÇALVES, 2002).

A Índia é o maior produtor mundial de banana totalizando 26.509.096 de toneladas por área métrica de produção. A maior parte de banana cultivada na Índia é destinada ao mercado interno. A variedade mais cultivada na Índia é do subgrupo Cavendish. No processamento, 95% dessa matéria-prima é utilizada na produção de chips de banana (PRATIK.B.KAMBLE, 2017).

No Brasil a produção de banana ocupa 508 mil hectares de área produzida. Ao todo são cinco estados brasileiros com maior produção de banana, são eles São Paulo, Bahia, Santa Catarina, Minas Gerais e Pará segundo a EMBRAPA (2018). As variedades cultivadas em destaque incluem banana prata, pacovan, maçã, da terra, ouro, figo e a nanica/nanicão do tipo Cavendish.

Com o desenvolvimento do setor de fruticultura, o aumento no número de indústrias do setor de alimentos e a intensificação do processamento de frutas, surge o problema da produção de resíduos (QIU et al., 2010). Cerca de 40 % da fruta são resíduos como bagaço, cascas, sementes e partes impróprias ao processamento. Estes subprodutos são descartados no ambiente sem qualquer forma de tratamento ou, em alguns casos, podem ser aproveitados como matéria-prima para a formulação de ração animal segundo Rebello (2013)

A casca é o subproduto mais produzido no processamento de banana, só no Brasil são gerados cerca de 1,2 milhões de toneladas desse resíduo. Por ser muito rica em fibras estudos são desenvolvidos na utilização da casca para a produção de doces, hambúrguer, e produção de biocombustíveis. Outra alternativa é a produção de farinha da casca de banana verde, que pode ser usada como agente de absorção de corantes, ou aditivos na produção de macarrão, pães, bolos e para extração de substância pectínica (REBELLO, 2013).

A produção de pectina comercial seria uma fonte alternativa para o uso de resíduos gerados no processamento de frutas. Constantemente a casca de banana é jogada fora sem

passar por nenhum tratamento, e por ser um resíduo farto devido à alta produção e utilização da fruta, estudos foram realizados a procura de alternativas para utilização desse subproduto

A pectina é um polissacarídeo constituinte da parede celular de plantas dicotiledôneas, responsável pela adesão entre as células e pela resistência mecânica da parede celular. A associação de pectina entre celulose e hemicelulose origina a protopectina nos tecidos vegetais. A protopectina, de natureza insolúvel, é facilmente hidrolisada por aquecimento, em meio ácido, formando pectina (ORDOÑEZ-PEREDA; 2005; THAKUR; SINGH; HANDA, 1997). O esqueleto péctico é composto por um homopolímero de ácido galacturônico, com grupos carboxilas metil esterificados. A pectina deve conter no mínimo 65% de ácido galacturônico em sua composição (CANTERI et al., 2011).

As substâncias pécticas são geralmente extraídas por métodos químicos e enzimáticos. A extração de pectina é um processo de múltiplos estágios físicos e químicos nos quais a hidrólise, a extração e a solubilização de macromoléculas do tecido vegetal são influenciadas por diversos fatores como temperatura, pH, tipo de ácido e tempo de extração (PAGAN et al., 2001). A pectina pode ser produzida a partir da mistura do extrato líquido com álcool, sendo precipitada, seca e triturada (MAY, 1990).

O rendimento é caracterizado pelas condições em que a extração da pectina ocorrerá com temperatura de extração, tempo, pH e ácido utilizado (Pectinas Propriedades e Aplicações, 2014). Nos dias atuais, em decorrência das necessidades da sociedade moderna, a pesquisa científica tem promovido grandes avanços em todos os campos da ciência, gerando uma gama crescente de dados e informações, sendo que para a devida exploração e o correto entendimento, a aplicação de ferramentas estatísticas torna-se indispensável (PEREIRA-FILHO et al., 2002). Dentre os diversos tipos de planejamento experimental, os sistemas de planejamento fatorial destacam-se pois permitem avaliar simultaneamente o efeito de um grande número de variáveis, a partir de um número reduzido de ensaios experimentais, quando comparados aos processos univariados (PERALTA-ZAMORA et al., 2005).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo deste trabalho foi utilizar a farinha da casca de banana tipo Cavendish com maturação “verde com traço amarelo”, como matéria-prima para extração de pectina pelo método ácido e avaliar seu rendimento utilizando um planejamento fatorial.

2.2 Objetivos Específicos

- Extrair pectina da Farinha da Casca de Banana Verde utilizando ácido cítrico;
- Determinar o rendimento de pectina extraída da Farinha da Casca de Banana Verde;
- Avaliar o rendimento utilizando um planejamento fatorial 2^3 mais três pontos centrais.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Banana (Musa AAA)

A palavra banana tem origem africana e é conhecida também pelos nomes banano, plátano, gruneo, cambure (SOTO BALLESTERO, 1992).

A banana é uma fruta bastante produzida em regiões tropicais e subtropicais devidos sua fácil adaptação a esses climas. Desse modo o Brasil por ser um país tropical, tornou-se o terceiro produtor mundial desse fruto. Estima-se que são produzidos cerca de seis milhões de toneladas ao ano, sendo a segunda fruta mais consumida pelos brasileiros, ficando atrás apenas da laranja (KHAMSUCHARIT,2018).

A polpa da banana é o ingrediente principal para produção de doces e outros derivados, com o uso da parte comestível do fruto, gera-se um resíduo sólido a casca que é uma parte bastante energética, e que contém um teor de fibras elevado (KHAMSUCHARIT, 2018).

Segundo dados disponibilizados pelo IBGE (2004), a área total cultivada foi de 508 mil hectares no território brasileiro. A maior parte da população brasileira consome banana não só para obtenção de nutrientes, mas também como fonte de energia e complementação na dieta alimentar. Cerca de 30 kg/hab/ano é o consumo “per capita” do Brasil. Já a Índia tem a maior colheita mundial, e seu consumo per capita é de 12 kg/hab/ano devido à dimensão de sua população.

Tabela 1 - Produção Brasileira de Banana por Região

| REGIÃO FISIAGRÁFICA | ÁREA COLHIDA (hac) | QUANTIDADE PRODUZIDA (ton) | PARTICIPAÇÃO NA PRODUÇÃO (%) |
|----------------------------|---------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|
| Nordeste | 188.041 | 2.251.907 | 33,74 |
| Sudeste | 126.939 | 2.196.993 | 32,91 |
| Sul | 48.688 | 1.022.730 | 15,32 |
| Norte | 79.505 | 899.546 | 13,48 |
| Centro-Oeste | 22.261 | 303.924 | 4,55 |

Fonte: (BECKMAM, 2019)

Segundo Borges et al. (2009), distribuído por todo o território nacional o cultivo da bananeira é mais abrangente na região nordestina estimando 34% da produção no país. O estado de São Paulo é o maior produtor, seguido pelo estado da Bahia, Santa Catarina, Minas Gerais e Pará (EMBRAPA, 2018).

Tabela 2 - Principais Estados Produtores de Banana no Brasil

| ESTADOS | ÁREA COLHIDA (hac) | PRODUÇÃO (ton) | RENDIMENTO (ton/hac) |
|-----------------------|-------------------------------|---------------------------|---------------------------------|
| São Paulo | 49.012 | 1.084.514 | 22,13 |
| Bahia | 72.584 | 866.591 | 11,94 |
| Santa Catarina | 29.145 | 712.775 | 24,46 |
| Minas Gerais | 41.525 | 685.471 | 16,51 |
| Pará | 43.145 | 514.205 | 11,92 |
| Outros | 230.023 | 2.811.544 | 14,34 |

Fonte: (BECKMAM, 2019)

3.2 Principais Variedades

As variedades de banana cultivadas no Brasil são de grande abrangência, as mais difundidas são a Prata, Pacovan, Maçã e da Terra, entre outras que são utilizadas apenas para o mercado interno. Outras bananas como a Nanica e Nanicão da variedade Cavendish são usadas principalmente para exportação, em escala menor são produzidas a Banana Ouro, Figo (Vermelha e Cinza) e Caru (Verde e Roxa) (SILVA et al., 2004).

Segundo Teixeira (2017) a diferença entre algumas espécies, que em alguns casos é grande, é estabelecida por aspectos como: porte da planta, tamanho do cacho, forma e cor da casca do fruto, gosto e aparência do fruto, tolerância a determinadas pragas e doenças, produtividade, adaptabilidade a determinadas condições de clima e solo, entre outros.

A banana Prata foi introduzida no país pelos portugueses devido a isso a população da região Norte e Nordeste apresentam uma maior preferência pelo seu sabor. Suas características são de pote pequeno, sabor doce e suave. Já a banana Pacovan é 40% maior que a variedade Prata e seu fruto apresenta uma leve acidez. A variedade Maçã tem a casca fina e a polpa suave, é considerada a mais nobre entre os consumidores brasileiros. A variedade Nanica e Nanicão também conhecidas como banana d'água são frutos longos e curvados, sua polpa é bastante doce e são mais usadas na exportação. Banana da Terra que é bastante consumida frita ou cozida, principalmente na culinária brasileira, são frutos bem longos e sabor bem adocicado (SILVA et al., 2004).

No Nordeste na região do submédio São Francisco, a produtividade média da bananeira é maior que a média nacional. As variedades do subgrupo Cavendish possuem produtividade média de 35 ton/ano, Pacovan de 25 ton/ano e a maçã 18 ton/ano. No Nordeste o cultivo da bananeira ocupa o terceiro lugar em produção ficando atrás apenas da uva e da manga. A área plantada

atualmente é de 5.500 hectares, a principal variedade plantada é a Pacovan, em seguida vem o grupo Cavendish (BORGES et al., 2009).

A escolha de qual seja cultivada deve ser em relação ao mercado consumidor e também a finalidade que essa matéria-prima vai ter, outro fator que é bastante importante na escolha da variedade de bananeira cultivada é a sua resistência a doenças, deve-se evitar variedades que sejam susceptíveis a ataques das principais pragas e doenças da cultura (SILVA, 2004).

A nanica do subgrupo Cavendish (*Musa acuminata* Colla), que popularmente pode ser conhecida como banana d'água, anã, caturra e baba-da-china é muito importante na economia mundial, pois apresenta um grande potencial na produtividade, sendo bastante utilizada para processamento industrial, além de ser de baixo custo (OLIVEIRA, 2007).

3.3 Características

A planta da bananeira possui características de um vegetal herbáceo completo, que por sua vez apresenta raiz, tronco, folhas, flores, sementes e frutos apresentada na figura 1. A plantação da bananeira é naturalmente por via vegetativa emitindo novos rebentos, quando se deseja a criação de novas cultivares ou híbridos o processo pode ser feito através de sementes (GONÇALVES et al., 2002).

A bananeira possui um ciclo de vida bem definido, onde sua fase de gestação inicia-se com a geração de um broto-rebento em outra planta. Ao ocorrer seu aparecimento ao nível do solo sua contagem de vida é iniciada, a partir do crescimento forma-se uma bananeira que irá produzir um cacho, aonde os frutos irão se desenvolver, amadurecer e cair. Futuramente todas as suas folhas irão secar, dando início a fase de morte da planta. Como se trata de um processo contínuo é comum que onde se encontra uma bananeira adulta, existem outras de vários estágios de crescimento ao seu lado, esse conjunto de plantas de diferentes idades crescendo em um mesmo grupo denomina-se touceira. As touceiras são formadas por gerações da muda original conhecidas popularmente como mãe, filho e neto (GONÇALVES et al., 2002).

Segundo Soffner (2001) o caule, ou conhecido como rizoma, é subterrâneo, nele ocorre a formação das raízes, das folhas, da inflorescência e a geração de novos rebentos ou “filhotes”.

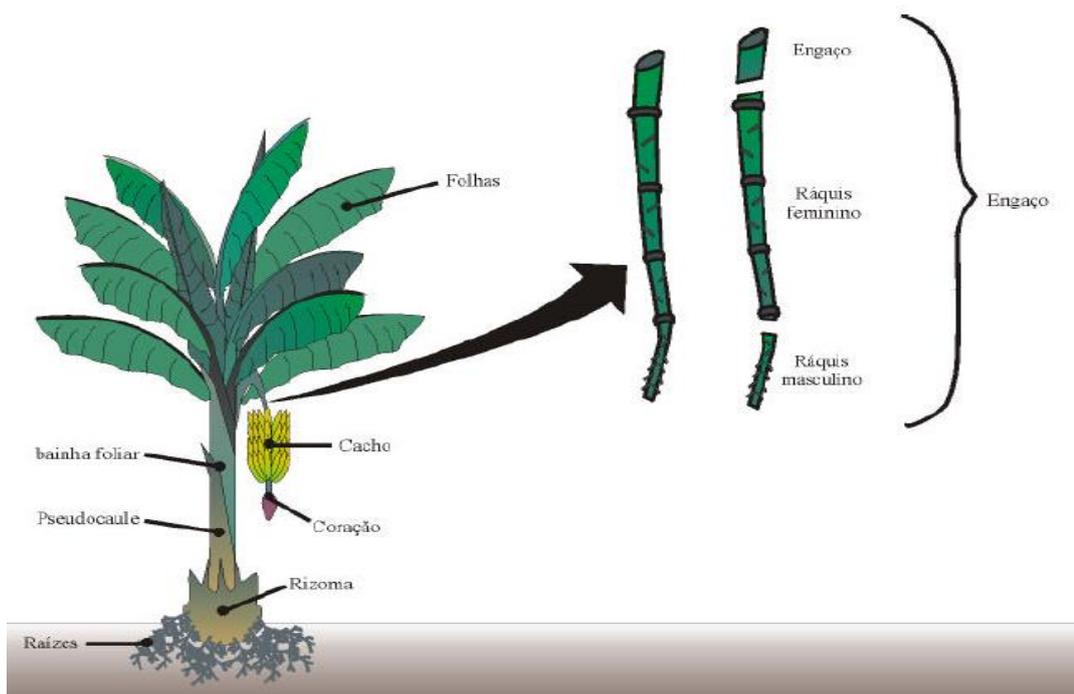
O pseudocaule é uma estirpe ou “tronco” em formato de um cilindro irregular, formado por bainhas foliares sobrepostas, tendo em seu interior o palmito ou denominado de coração central. No prolongamento das bainhas foliares encontram-se as folhas. O cacho é composto pelas partes: engaço, ráquis, pencas de bananas e botão floral ou coração (Medina, 1961).

O engaço é o pedúnculo da inflorescência, que tem início no ápice do pseudocaule e termina na inserção da primeira penca. O ráquis é o eixo de inflorescência, que inicia no ponto onde termina o engaço e alonga-se até o local de inserção do botão floral. As flores femininas formarão os frutos e estão inseridas no ráquis feminino., que inicia no ponto onde inicia a primeira penca e estende-se até a última. As flores masculinas estão no ráquis masculino, a partir do ponto de inserção da última penca e termina no botão floral (Soto Balestero, 1992).

O eixo que sustenta o cacho de bananas é conhecido no Brasil como engaço ou ráquis e na língua inglesa ele é denominado peduncie, rachis, stalk ou stem (Simmonds, 1966).

A penca é formada pelo conjunto de frutos, estruturadas em duas fileiras horizontais e paralelas (Simão, 1971). Os tamanhos das partes da bananeira iram depender de algumas variáveis como espécie, cultivar, tratos culturais e condições edafoclimáticas.

Figura 1 – Partes da Bananeira



Fonte: (SOFFNER, 2001)

3.4 Status de maturação

A proporção com que ocorrem as transformações na aparência, textura e composição química da banana, depende da atividade das diferentes enzimas nela presentes. Estas, entretanto, são estimuladas ou inibidas pelas condições físicas às quais a fruta é submetida. Assim, em uma câmara de maturação, devem-se levar em conta os seguintes fatores:

temperatura, umidade relativa, gás ativador de maturação, ar atmosférico, circulação de ar e exaustão (MEDINA et. al., 1978).

De acordo com Medina et. al. (1978), a banana pode ser classificada em oito estádios de maturação que constituem uma escala baseada no aspecto da fruta e nos teores de amido e açúcar, a qual está apresentada na Tabela 3.

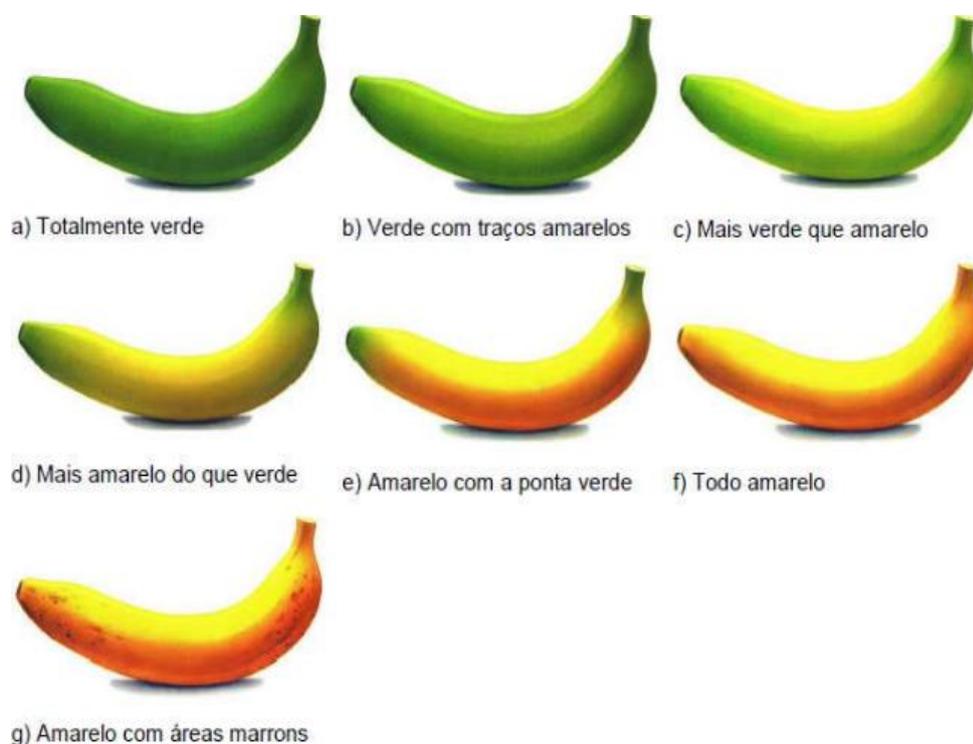
Tabela 3 - Estádios de maturação da banana

| Aspecto da fruta | Amido (%) | Açúcar (%) |
|--|------------------|-------------------|
| 1 – Fruta verde | 21,5-19,5 | 0,1-2,0 |
| 2 – Fruta verde com traços amarelos | 19,5-16,5 | 2,0-5,0 |
| 3 – Fruta mais verde que amarela | 18,0-14,5 | 3,5-7,0 |
| 4 – Fruta mais amarela que verde | 15,0-9,0 | 6,0-12,0 |
| 5 – Fruta amarela, extremidade verde | 10,5-2,5 | 10,0-18,0 |
| 6 – Fruta inteiramente amarela | 4,0-1,0 | 16,5-19,5 |
| 7 – Fruta amarela com pequenas manchas pardas | 2,5-1,0 | 17,5-19,0 |
| 8 – Fruta amarela com grandes manchas pardas | 1,5-1,0 | 18,5-19,0 |

Fonte: (MEDINA, 1978)

Segundo Ward e Nussinovitch (1996), a avaliação do grau de maturação da banana é normalmente feita através da comparação da cor da casca com Figuras já padronizadas. A cor da casca é conhecida por apresentar uma boa correlação com a conversão de amido em açúcar, desenvolvimento de sabor e características favoráveis de textura da polpa. Em vista disso, foram determinadas relações entre o brilho e outros parâmetros da banana com a cor da casca desta fruta, para verificar se o seu brilho pode representar um indicador do estágio de maturação da fruta. Em seu experimento, utilizaram um medidor adequado para medir o brilho de superfícies curvadas, paralelamente a um medidor convencional de superfícies lisas, para determinar o brilho da casca de bananas tipo Cavendish em amadurecimento. Esse processo foi acompanhado por uma redução gradual do brilho, o qual se correlacionou bem com outras mudanças físicas e químicas na banana, incluindo pH, ° Brix, teor de amido da polpa, rugosidade da casca e, além disso, alterações da cor da casca, um indicador do grau de maturação das frutas conforme apresentado na figura 2.

Figura 2 - Escala de VON LOESECKE, 1950.



Fonte: (AMARAL, 2013)

Nas variedades do subgrupo Cavendish, a síntese do açúcar e a hidrólise do amido é normalmente concluído no estágio final de maturação, já em outras variedades, essas ações são mais lentas e terão seguimento quando a fruta estiver muito madura. Uma pesquisa feita com banana Nanica e a banana Prata revelam que a ação de maturação é diferente entre ambas as variedades. Em bananas do subgrupo Cavendish a coloração e a textura incidem gradativamente durante o armazenamento, já na banana Prata o processo mostra-se desigual, pois as modificações em tais características acontecem próximo ao final da estocagem (OLIVEIRA, 2007).

3.5 Casca de banana

Descartado em grande quantidade na natureza, a casca de banana é um resíduo domiciliar e da indústria de alimentos. Cerca de 30 % da massa total da fruta madura é representada pelo seu resíduo (EMAGA et al., 2008; REYES, 1991), e ainda não tem aplicações de ordem industrial, sendo esporadicamente utilizada, de forma direta, na alimentação animal e adubo orgânico (QIU et al., 2010). Estima-se que são geradas em torno 1,2 milhões de toneladas de casca de banana por ano no Brasil. Sendo assim, torna-se de grande relevância o

aproveitamento da casca, visto que, trata-se de uma fruta consumida mundialmente (REBELLO, 2013).

Segundo VERNAZA et al. (2011), a produção de farinha de banana verde (FBV) encontra ampla aplicação na indústria de alimentos, principalmente na elaboração de produtos de panificação, produtos dietéticos e alimentos infantis, sendo uma fonte de amido resistente e sais minerais, tais como potássio, cálcio, ferro, magnésio e enxofre. Além dos benefícios nutricionais, a produção de FBV contribui na redução das perdas pós-colheita, aumento do tempo de vida de prateleira e na agregação de valor à fruta (BEZERRA et al., 2013).

Tem-se estudado possibilidades da utilização da casca de banana na produção de doce em massa, hambúrgueres enriquecidos com fibras, produção de biogás, obtenção de etanol e produção de álcool e vinagre. Por meio da farinha obtida da casca de banana se torna possível utiliza-la como biossorvente para metais pesados em soluções aquosas, agente de adsorção de corantes básicos, purificação de água, ingrediente em massa de macarrão e extração de pectina (REBELLO, 2013).

4 PECTINA

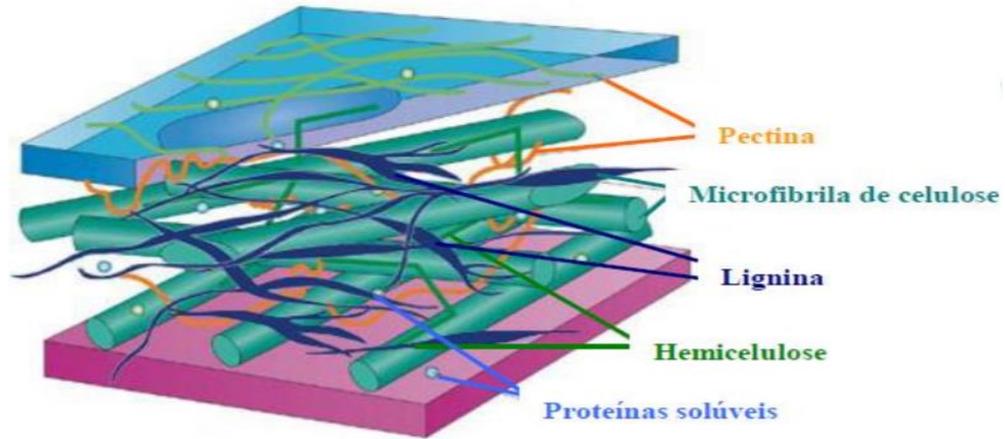
4.1 Definição e Classificação

Em 1908 na Alemanha foi registrada a obtenção do primeiro extrato líquido de pectina. Logo este processo propagou-se rapidamente pelos Estados Unidos onde foi patenteada por Douglas (US Pat. 1.082,682,1913).

No início do século XX a produção de pectina se desenvolveu aos poucos na Europa, utilizando como matéria prima a maçã. Em seguida na Califórnia surgiu a primeira fábrica de pectina cítrica (CANTERI et al., 2011). A produção comercial teve início com a utilização de bagaço de maçã como subproduto descartado em indústrias de produção de sucos. Após alguns anos, 60% da produção de pectina no mundo era oriundo de bagaço cítrico, por ser um resíduo muito gerado na produção de sucos. A produção de pectina no Brasil iniciou-se em 1954, em Limeira cidade do estado de São Paulo. A produção de pectina continua até os dias atuais, tornando-se a maior produtora de pectina cítrica do mundo (CANTERI et al., 2011).

Substâncias pécticas são carboidratos complexos e são componentes encontrados primeiramente nas paredes celulares de plantas superiores (angiospermas e gimnospermas), agindo como “agente cimentante”, contribuindo tanto para a adesão entre as células, quanto para a resistência mecânica da parede celular como mostra a figura 3 (Kertesz, 1951; Van Buren, 1991; Thakur, Singh e Handa, 1997).

Figura 3 - Parede Celular Vegetal

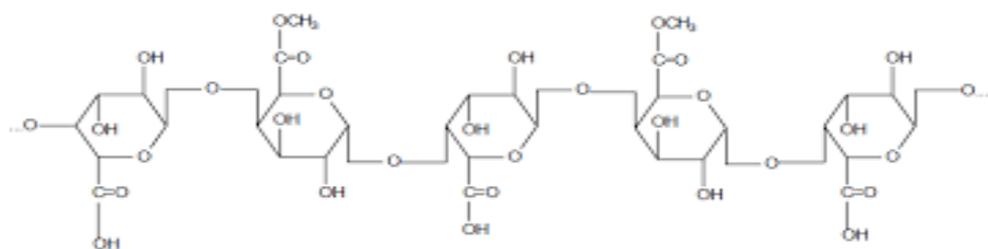


Fonte: (AFINKO, 2018)

A concentração mais elevada de pectina é encontrada na lamela média das paredes celulares, com uma redução gradual da parede celular primária para a membrana plasmática (Thakur, Singh e Handa, 1997). Nos cítricos, as substâncias pécnicas influenciam na firmeza das frutas e no aumento da viscosidade dos sucos (Ting e Rouseff, 1986).

A ligação covalente entre pectina, celulose e hemicelulose forma a protopectina, sua principal função é a sustentação da união da célula. Insolúvel em água, mas quando em contato com soluções ácidas a protopectina é separada permitindo a liberação da pectina. A pectina tem sua estrutura química como mostra a Figura 4, formada de uma cadeia linear principal composta de várias unidades de ácido D-galacturônico que estão unidos covalentemente de ligações α (1,4), que forma a cadeia poligalacturônica. Os grupos carboxílicos dessa cadeia apresentam unidades de L-ramnose por meio de ligações α (1,2), que se encontram ligadas a cadeias laterais, formadas por 15 açúcares neutros, principalmente as unidades de galactose e arabinose (REBELLO, 2013).

Figura 4 - Estrutura Química Completa da Pectina



Fonte: (BECKMAM, 2019)

As substâncias pécnicas são utilizadas nas indústrias para aumentar a viscosidade e agem como colóides estabilizantes e protetores em alimentos, sendo utilizada na produção de doces, geleias, bebidas e sucos de fruta concentrados. Outra finalidade deste produto é a prevenção de flotação em alimentos que usam frutas no seu preparo, em estabilidade em produtos panificados, estabilidade proteica, maciez, textura, aumento de volume e o controle da sinérese (BECKMAM, 2019). Na indústria farmacêutica, são considerados fonte de fibra dietética, e o grupo de polissacarídeos não-amiláceos, com gomas, hemiceluloses e entre outros (CANTERI et al.,2011).

A ACS (American Chemical Society) classificou em 1994 as substâncias pécnicas em quatro categorias (ZANELLA, 2013):

- **Ácidos pécnicos:** trata-se de ácidos poligalacturônicos que possuem cadeia longa com ausência ou possuindo apenas um teor mínimo de grupos metil éster em sua cadeia.
- **Ácidos pectínicos:** utilizado para nomear ácidos poligalacturônicos que possuem uma proporção, mais abundante que os encontrados nos ácidos pécnicos, de grupos metil éster em sua cadeia.
- **Protopectina:** É basicamente a pectina em sua forma natural, associada à celulose, hemicelulose e lignina. Esta definição é utilizada para a pectina insolúvel em água, encontrada nas plantas. São formados os ácidos pectínicos, quando a protopectina é submetida à hidrólise.
- **Pectina:** Trata-se de ácidos pectínicos solúveis em água, que possuem um teor variável de grupos metil éster que, são capazes de formar géis quando submetido a condições adequadas.

4.2 Principais Fontes de Pectina

Apesar de a pectina ser encontrada comumente na maioria dos tecidos das plantas, o número de fontes que podem ser usadas para produção de pectina comercial é muito limitado, isto porque a habilidade de formação de gel das pectinas depende do grau de esterificação e do tamanho da molécula. Portanto, a detecção de uma grande quantidade de pectina em um fruto, por si só, não é suficiente para qualificar que a fruta atua como uma fonte de pectina comercial, devido à variação destes parâmetros (Simpson, Egyankor e Martin, 1984).

A quantidade de pectina contida em cada matéria-prima diversifica, de acordo com a botânica do produto vegetal. Nas indústrias os mais utilizados como subproduto são: bagaço de maçã albedo cítrico, polpa de beterraba e girassol, visto que, possui um teor de pectina superior

a 15% em matéria seca. Na tabela 4 podemos observar valores de pectina para alguns frutos em destaque. A extração de pectina nessas indústrias ocorre com adição de meio ácido em alta temperatura. Segundo Canteri et al., (2011) menciona que, por haver uma grande variedade de matéria-prima utilizada na extração há a influência do subproduto no poder de formação de gel da pectina.

Tabela 4 - Teor de Pectina em Matéria Seca de Principais Frutas Utilizadas na Extração

| FRUTO | TEOR DE PECTINA (% MS) |
|----------------------------|-------------------------------|
| Maçã | 4-7 |
| Bagaço da maçã | 15-20 |
| Albedo cítrico | 30-35 |
| Bagaço da beterraba | 15-20 |
| Cenoura | 10 |
| Tomate | 3 |

Fonte: (BECKMAM, 2019)

4.3 Aplicação da Pectina

As pectinas constituem um grupo de substâncias de grande interesse pela indústria alimentícia. Estes compostos são utilizados na forma de pó, como ingrediente de grande valor, devido a sua capacidade de gelificação. A pectina comercial ATM (Alto teor de metoxilação), vem sendo utilizada como agente gelificante na elaboração de geleias e compotas, agente espessante, floculante, estabilizador, em confecções de bebidas de frutas e dietéticas, em glacês e recheios de produtos de panificação, além de molhos para saladas, e substituto de gordura na produção de manteiga, margarina, patê, etc (Rolin e De Vries, 1990; Thakur, Singh e Handa, 1997; Smith e Hong-Shum, 2003). A pectina de baixo teor de metoxilação (BTM) é utilizada na formulação de doces em massa de baixo valor calórico (light) (Christensen, 1986).

Além do uso em indústria alimentícia, a pectina tem aplicações na indústria farmacêutica, onde atua principalmente como uma espécie de fibra alimentar reduzindo os níveis de colesterol LDL (lipoproteínas de baixa densidade) no sangue. Miettinen e Tarpila (1977), reportaram uma redução de 13% no nível do colesterol de pessoas de várias idades com uma dieta de 40-50 g/dia de pectina durante duas semanas. Jenkins, Newton *et al.* (1975), também obtiveram resultados significativos na redução de colesterol (12-18%) com uma dieta de 36 g/dia de pectina durante duas semanas de tratamento.

Pesquisas mostram que a pectina vem atuando como uma substância profilática natural, como apresenta Kohn (1982), onde a pectina atua contra o envenenamento de cátions tóxicos mostrando-se efetiva na remoção de chumbo e mercúrio do trato gastrointestinal, e Cipriani, Gracher *et al.* (2009), no qual a pectina de citros possui efeito anticoagulante e antitrombótico.

A pectina também é utilizada na produção de uma variedade de produtos, incluindo filmes biodegradáveis e comestíveis, adesivos, substitutos de papel, espumas e plastificantes, agentes de superfície para produtos médicos, materiais para implantes biomédicos e sistemas de liberação de fármacos (MOHNEN, 2008).

4.4 Métodos de Extração da Pectina

A extração de pectina é um processo continuamente estudado devido a essa vasta gama de aplicações (PAIVA *et al.*, 2009). A operação de extração da pectina inclui basicamente as etapas de extração da matéria-prima, purificação do extrato líquido e isolamento da pectina deste extrato (Rolin e De Vries, 1990). As metodologias adotadas para essas etapas podem variar, sendo que as condições empregadas terão efeitos sobre a extração e também na estrutura química da pectina extraída (EMAGA *et al.*, 2008; QIU *et al.*, 2010).

Segundo Fertoni (2006) a presença de um ácido ou uma base em temperaturas elevadas ajudam no rompimento da parede celular, hidrolisando a protopectina e solubilizando as substâncias pécicas.

As pectinas comercializadas são extraídas de frutas cítricas ou bagaço de maçã por meio da utilização de ácidos minerais diluídos a quente (ácido nítrico, sulfúrico, fosfórico e clorídrico) (FERTONANI *et al.*, 2006; QIU *et al.*, 2010). Entretanto, existem países que não permitem a utilização de ácidos minerais, sendo estes substituídos por ácidos orgânicos (cítrico, láctico e tartárico) (CANTERI, 2010) que são mais favoráveis sob ponto de vista ambiental e econômico e, degradam menos a pectina permitindo obter pectinas com melhores propriedades geleificantes (YAPO, 2009; PINHEIRO *et al.*, 2008).

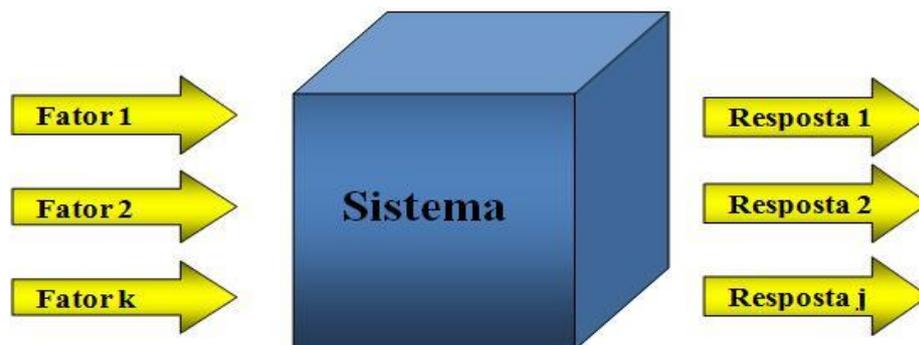
Durante a extração da pectina fatores como pH, temperatura e tempo de extração podem interferir nas características da pectina extraídas, tais como: grau de metoxilação, teor de ácido galacturônico e conseqüentemente, em suas propriedades funcionais (EMAGA *et al.*, 2008; PINHEIRO *et al.*, 2008, QIU *et al.*, 2010).

5 PLANEJAMENTO FATORIAL

O planejamento experimental é considerado uma ferramenta influente quando se trata de estudar o efeito conjunto de vários fatores em relação a uma variável resposta de interesse. Dentre as técnicas conhecidas destaca-se o planejamento fatorial, em que estão envolvidos k fatores ou variáveis, onde cada um deles estará presente em diferentes níveis. O caso menos complexo é aquele em que cada fator k está presente em apenas dois níveis. Na execução de um experimento com k fatores em dois níveis, são realizadas $2 \times 2 \times \dots \times 2$ (k vezes) = 2^k observações da variável resposta e, portanto, este planejamento é denominado experimento fatorial 2^k (NEVES E SCHVARTZMAN, 2002).

Na figura 5 é apresentado o esquema de um certo número de fatores k atuando em cima de um experimento em estudo, e conseqüentemente emitindo as respostas R_1, R_2, \dots, R_j . O sistema executa com uma função desconhecida que opera sobre as variáveis de entrada, os fatores, produzindo como saída as respostas observadas. Portanto, o planejamento experimental possui como objetivo descobrir essa função, ou obter uma aproximação relevante para ela. Ao obter o descobrimento desta função torna-se possível escolher as melhores condições de execução do sistema.

Figura 5 - Sistema representando uma função ligando os fatores às repostas



Fonte: (DA SILVA, 2008)

O planejamento fatorial tem sido muito utilizado em pesquisas básicas e tecnológicas, sendo classificado como um método do tipo simultâneo, no qual as variáveis de interesse que possuem relevâncias significativas na resposta serão avaliadas ao mesmo tempo.

Ao realizar os experimentos utilizando a técnica fatorial, considera-se que todos os tratamentos que compõe a matriz experimental são realizados pela equipe responsável por esta atividade (BOX & BISGAARD, 1987).

Para demonstrar o procedimento dessa técnica considera-se um experimento com dois fatores (A e B), cada um desses parâmetros serão testados com a níveis para o fator A e b níveis

para o fator B. Sendo assim, nesse experimento existem ab combinações de teste. A matriz de planejamento para o experimento fatorial de dois fatores de controle, nos níveis a e b , é representada pela figura 5. Esta organização também representa o caso geral do experimento fatorial de dois fatores, para uma resposta (y_{ijk}) observada quando o fator A está no i -ésimo nível ($i = 1, 2, \dots, a$). É importante destacar que as abn observações do experimento devem ser realizadas aleatoriamente (MONTGOMERY, 1991).

Figura 6- Experimento Fatorial de dois fatores, caso geral

| | | Fator B | | | |
|---------|-----|------------------------------------|------------------------------------|------|------------------------------------|
| | | Níveis | 1 | 2 | |
| Fator A | 1 | $Y_{111}, Y_{112}, \dots, Y_{11n}$ | $Y_{121}, Y_{122}, \dots, Y_{12n}$ | | $Y_{1b1}, Y_{1b2}, \dots, Y_{1bn}$ |
| | 2 | $Y_{211}, Y_{212}, \dots, Y_{21n}$ | $Y_{221}, Y_{222}, \dots, Y_{22n}$ | | $Y_{2b1}, Y_{2b2}, \dots, Y_{2bn}$ |
| | : | : | : | : | : |
| | a | $Y_{a11}, Y_{a12}, \dots, Y_{a1n}$ | $Y_{a21}, Y_{a22}, \dots, Y_{a2n}$ | | $Y_{ab1}, Y_{ab2}, \dots, Y_{abn}$ |

Fonte: (GALDÁMEZ, 2002)

Segundo DEVOR et al. (1992) E MONTGOMERY (1991), com o experimento representado conforme a figura 5 é possível verificar se:

- a resposta é alterada significativamente quando muda o nível do fator A;
- a resposta é alterada significativamente quando muda o nível do fator B;
- a interação dos dois fatores (coluna\linha) altera significativamente a resposta.

Os autores também definem que o modelo estatístico do planejamento fatorial é dado pela eq. (1).

$$Y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + (\tau\beta)_{ij} + \varepsilon_{ijk} \quad (1)$$

Sendo que,

μ é a média dos resultados

τ_i é o efeito principal do fator A

β_j é o efeito principal do fator B

$(\tau\beta)_{ij}$ é o efeito da interação dos fatores A e B

ε_{ijk} é o erro experimental

Um dos métodos que pode ser usado para se determinar as variáveis da eq. (1) é a análise de variância (ANOVA), tal qual também poderá ser utilizada para verificar se esses efeitos serão significativos nas respostas.

5.1 DEFINIÇÕES

Para melhor entendimento dos fundamentos do planejamento fatorial é necessário ter um bom domínio de alguns conhecimentos básicos descritos a seguir (CHEMKEYS, 2007).

- **Fatores ou variáveis independentes:** São características que podem ser variadas no sistema; por exemplo, concentração de reagentes, pH, força iônica, temperatura, entre outros.
- **Níveis:** Condições de operação dos fatores de controle investigadas nos experimentos, ou seja, é o grau ou faixa de variação que um fator sofrerá. Geralmente são identificados por nível baixo (-) e nível alto (+).
- **Modelo estatístico:** Modelo do tipo $y = b_0 + b_1x_1$ sendo b_0, b_1, \dots, b_n efeitos de cada fator na resposta.
- **Matriz de um planejamento:** Trata-se de um plano formal montado para conduzir os experimentos. Nesta matriz são adicionados os fatores de controle, os níveis e tratamentos do experimento.
- **Efeito principal:** É a diferença média observada na resposta quando se muda o nível do fator de controle investigado.
- **Efeitos de interação:** é a metade da diferença entre os efeitos principais de um fator nos níveis de outro fator. Os valores de interação entre os fatores também podem ser calculados. Para tal, o efeito de interação entre as variáveis é obtido levando-se em consideração os sinais já atribuídos às variáveis envolvidas, como se fosse uma operação matemática de multiplicação.
- **Resposta ou variável dependente:** Trata-se da variável de interesse que sofre efeito dos diferentes fatores.
- **Aleatorização:** é o processo de definir a ordem dos tratamentos da matriz experimental, através de sorteios ou por limitações específicas dos testes. Esse conceito também se refere ao processo de alocação do material e equipamento às diferentes condições de experimentação.

A aleatorização nos experimentos é realizada para balancear os efeitos produzidos pelos fatores não-controláveis nas respostas analisadas e para se atender aos requisitos dos métodos

estatísticos, os quais exigem que os componentes do erro experimental sejam variáveis aleatórias independentes (CHEW, 1957).

5.2 Planejamento fatorial 2^k

Segundo Juran (1951), um experimento fatorial com k fatores, cada um deles com dois (2) níveis, é definido como experimento fatorial 2^k . A execução experimental dessa técnica consiste em realizar testes com cada uma das combinações da matriz experimental, para em seguida, determinar e interpretar os efeitos principais e da interação dos fatores de interesse e assim, conseguir identificar as melhores condições experimentais do produto ou processo de fabricação.

Para demonstrar o procedimento de um planejamento fatorial considera-se um experimento com três fatores independentes (x_1, x_2, x_3), cada um desse parâmetros será testado com dois níveis (-1, +1) (BOX & BISGAARD, 1987).

Desta forma, a matriz de planejamento para o experimento fatorial 2^3 é ilustrado pela tabela 5. A resposta de cada ensaio ou tratamento é descrita pela coluna y_i . Vale ressaltar que a ordem de realização do teste deverá ser definida aleatoriamente.

Tabela 5 - Matriz de planejamento do experimento fatorial 2^3

| N Teste | Fatores de Controle | | | Ordem do Teste | Resposta (y_i) |
|----------|---------------------|-------|-------|----------------|--------------------|
| | X_1 | X_2 | X_3 | | |
| 1 | -1 | -1 | -1 | 6 | Y_1 |
| 2 | +1 | -1 | -1 | 8 | Y_2 |
| 3 | -1 | +1 | -1 | 1 | Y_3 |
| 4 | +1 | +1 | -1 | 2 | Y_4 |
| 5 | -1 | -1 | +1 | 5 | Y_5 |
| 6 | +1 | -1 | +1 | 3 | Y_6 |
| 7 | -1 | +1 | +1 | 4 | Y_7 |
| 8 | +1 | +1 | +1 | 7 | Y_8 |

Fonte: (GALDÁMEZ, 2002)

O procedimento que pode ser executado para a construção da matriz genérica do experimento fatorial 2^k foi descrito por DEVOR et al. (1992). Na matriz de planejamento as colunas representam o conjunto de fatores investigados ($x_1, x_2, x_3, x_4, \dots, x_k$), e as linhas

representam os diferentes níveis ou combinações dos fatores (níveis codificados -1(mínimo) e +1 (máximo)).

- para x_1 , a coluna será definida pela combinação dos níveis -1, +1, -1, +1, -1, +1, -1, +1, ..., ou seja, o sinal dessa coluna alterna em grupos de $2^0 = 1$.
- para x_2 , a coluna será definida pela combinação dos níveis -1, -1, +1, +1, -1, -1, +1, +1, ..., ou seja, o sinal dessa coluna alterna em grupos de $2^1 = 2$.
- para x_3 , a coluna será definida pela combinação dos níveis -1, -1, -1, -1, +1, +1, +1, +1, ..., ou seja, o sinal dessa coluna alterna em grupos de $2^2 = 4$.
- para x_4 , o sinal alterna em grupos de oito ($2^3 = 8$).

DEVOR et al. (1992) definiu que esta forma de organizar o experimento é chamada de ordem padrão (*standard order*). Ressalta-se ainda, que utilizando esse arranjo garante-se que todas as colunas da matriz sejam ortogonais entre si. Ao executar este tipo de planejamento torna-se possível determinar os efeitos principais e de interação que as variáveis independentes produzem nas respostas.

De acordo com MONTGOMERY (1991), o modelo estatístico do experimento fatorial 2^3 é dado pela eq. (2).

$$y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + \gamma_k + (\tau\beta_{ij}) + (\tau\gamma_{ik}) + (\beta\gamma_{jk}) + (\tau\beta\gamma_{ijk}) + \varepsilon_{ijk} \quad (2)$$

Sendo que,

μ é a média dos resultados

τ_i é o efeito principal do fator x_1 ,

β_j é o efeito principal do fator x_2 ,

γ_k é o efeito principal do x_3 ,

$(\tau\beta_{ij})$ é o efeito de interação entre os fatores x_1 e x_2 ,

$(\tau\gamma_{ik})$ é o efeito de interação entre os fatores de x_1 e x_3 ,

$(\beta\gamma_{jk})$ é o efeito de interação entre os fatores de x_2 e x_3 ,

$(\tau\beta\gamma_{ijk})$ é o efeito de interação entre os fatores de x_1, x_2, x_3 ,

ε_{ijk} é o erro experimental

O método generalizado que pode ser utilizado para estimar os efeitos principais e de interação dos fatores. Esse método é descrito por DEVOR et al. (1992) e MONTGOMERY (1991) e também é conhecido como método de sinais (OLIVEIRA, 1999).

Segundo Galdámez (2002), os efeitos principais referem-se à mudança da resposta média quando o nível de um fator é convertido de (-1) para (+1), mantendo-se os outros fatores constantes. O procedimento baseia-se em multiplicar os resultados da coluna y_i pelos valores ± 1 associados a coluna x_i da matriz experimental correspondente ao efeito principal que se deseja estimar (Tabela 5). Em seguida, os valores obtidos devem ser somados e divididos pela metade do número de ensaios realizados, conforme é ilustrado pela eq. (3).

$$E_i = \frac{\sum y_i * x_i}{(N/2)} \quad (3)$$

Sendo que E_i será o efeito estimado, N é o número total de observações, $\sum y_i * x_i$ é a soma dos resultados (y_i) do experimento multiplicados pela coluna x_i .

Para determinar o efeito de interação, primeiramente devem ser construídas as colunas das interações da matriz de planejamento. Essas colunas são formadas por meio da multiplicação das colunas dos efeitos principais. Por exemplo, para estimar o efeito de interação E_{12} , serão multiplicadas as colunas dos fatores x_1 e x_2 . Em seguida, os valores ± 1 associados à coluna x_1x_2 da matriz experimental são utilizados para estimar o efeito de interação, conforme descrito anteriormente pela eq. (3).

É importante ressaltar que outros métodos (ex. o algoritmo de Yates para o planejamento 2^k) podem ser utilizados para calcular os efeitos, conforme apresentados por OLIVEIRA (1999); DEVOR et al. (1992); MONTGOMERY (1991) e JURAN et al. (1951).

Na Análise de experimentos pode-se usar outro tipo de gráfico que é o de probabilidade normal. Nas situações onde não é possível repetir um experimento fatorial 2^k é utilizado estes tipos de gráficos e é importante obter uma estimativa independente do erro experimental para julgar a importância dos efeitos principais e de interação (DEVOR et al., 1992). Esse tipo de erro é proveniente de fatores incontrolláveis que produzem uma variação nas repostas ao realizar os ensaios sob condições preestabelecidas (BUTTON, 2001).

O uso dos gráficos de probabilidade normal é baseado no fato de que os efeitos principais ou de interação que são desprezíveis se distribuem segundo uma distribuição normal centrada em zero e com variância σ^2 . Ou seja, esses efeitos tendem a se concentrar ao longo de uma reta normal no gráfico. No entanto, se os pontos marcados no gráfico parecem desviar-se de algum modo dessa linha imaginária, existem motivos para acreditar que esses dados obtidos não estão distribuídos de maneira normal, portanto, são efeitos significativos que devem ser analisados com mais detalhes pela equipe que realiza os experimentos industriais (LEVINE et al., 1998).

DEVOR et al. (1992) recomendam que para garantir a aplicação efetiva desse método, os experimentos fatoriais 2^k devem ser realizados com pelo menos quatro fatores. Os autores citam que com um número menor de parâmetros se torna difícil decidir qual das estimativas pertencem a uma distribuição com média igual a zero.

As principais vantagens da técnica fatorial 2^k é que através da análise dos experimentos pode-se indicar as principais tendências e determinar uma direção promissora para as experimentações subsequentes (OLIVEIRA, 1999; MONTGOMERY, 1991). Ainda, os autores ressaltam que com esse tipo de experimento também é possível quantificar o erro experimental.

5.3 Análise de variância dos efeitos do experimento fatorial 2^k

As técnicas estatísticas de experimentos são utilizadas, principalmente, para analisar, interpretar e apresentar as informações de experimentos planejados. Ainda, são ferramentas que ajudam a melhorar o desempenho industrial dos produtos e processos de fabricação (BOWER, 1997). O princípio básico das técnicas é usar os conceitos matemáticos de estatística e as informações obtidas dos experimentos realizados com os produtos ou os processos de fabricação.

Procedimentos de teste de significância são úteis para aferir a qualidade da aproximação gerada a partir de um conjunto de dados. Tais testes são baseados na análise da variância e requerem a obtenção dos seguintes parâmetros estatísticos (média e somas dos quadrados dos desvios):

$$\bar{y} = \sum_{i=1}^N y_i / N \quad (4)$$

$$SQ_T = \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2 \quad (5)$$

$$SQ_E = \sum_{i=1}^N (y_i - y_{ri})^2 \quad (6)$$

$$SQ_R = \sum_{i=1}^N (y_{ri} - \bar{y})^2 \quad (7)$$

$$SQ_T = SQ_R + SQ_E \quad (8)$$

Lembrando que N é o número total de observação, y_i é o valor observado (ou obtido da função dada) e y_{ri} a previsão do modelo para o valor y_i . A Equação 8 mostra que a soma total dos quadrados é particionada na soma dos quadrados devidos aos erros e na soma dos quadrados devida ao modelo ou devida à regressão. Quanto maior for a fração descrita pela regressão, melhor será o ajuste do modelo. De posse destes parâmetros que são as parcelas nas quais foi decomposta a variabilidade total do modelo, constrói-se a Tabela como mostra a figura 7, conhecida como Tabela ANOVA (análise da variância). Nesta tabela, MS_R e MS_E são os quadrados médios (variâncias) e p é o número de parâmetros estimados do modelo.

Figura 7 - Análise da variância (ANOVA).

| Fonte de Variação | Soma de Quadrados | Grau de Liberdade Estatístico | Quadrados Médios | Estatística F_0 |
|-------------------|-------------------|-------------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Modelo | SQ_R | $(p-1)$ | $MS_R = \frac{SQ_R}{p-1}$ | $F_0 = \frac{MS_R}{MS_E}$ |
| Erro | SQ_E | $(N-p)$ | $MS_E = \frac{SQ_E}{N-p}$ | |
| Total | SQ_T | $(N-1)$ | | |

Fonte: (Da Silva, 2008)

Segundo Da Silva (2008) a métrica F_0 é usada para testar a hipótese de que todos os coeficientes do ajuste são nulos (ajuste absurdo). Para tanto, ela é comparada com o valor tabelado $F_{\alpha, (p-1), (N-p)}$, correspondente à distribuição padrão de Fisher. Para isto, torna-se necessário fixar um nível de significância α para um teste com $(p-1)$ graus de liberdade da soma SQ_R e $(N-p)$ graus de liberdade da soma SQ_E . Caso a estatística obtida seja maior do que a

tabelada, rejeita-se a hipótese (pelo menos um dos coeficientes do ajuste é não-nulo) e o procedimento de aproximação está estatisticamente validado.

Quanto maior o valor de F_o , melhor é o ajuste. Pois, quando MS_E é suficientemente pequeno, implica que SQ_E também é pequeno, o que significa que y_{ri} está próximo de y_i . Pode acontecer, porém, que uma regressão, embora estatisticamente validada do ponto de vista do teste F, não seja útil para realizar previsões, por cobrir uma faixa de variação pequena dos fatores estudados. Box e Hunter (1978) sugerem que, para que isso não ocorra, isto é, para que uma regressão seja não apenas estatisticamente significativa, mas também útil para fins preditivos, o valor da métrica F_o deve ser no mínimo de quatro a cinco vezes o valor de $F_{\alpha, (p-1), (N-p)}$.

É importante ressaltar que o quadro ANOVA é facilmente construído com softwares estatísticos (EXCEL, MINITAB, STATISTICA). Além dessa vantagem, na maioria dos programas computacionais está incluído o valor p . Esse valor corresponde à área sob a qual a estatística F é limite da razão F_o calculada. Com esse parâmetro estatístico é possível concluir sobre as hipóteses nulas sem precisar recorrer a uma tabela de valores críticos da distribuição F. Isto é, se o valor p for menor que o nível de significância escolhido α , a hipótese nula é rejeitada.

No entanto, a inferência estatística com a ANOVA é um processo que requer alguns cuidados: a equipe não pode esquecer que um efeito de interação indica que todos os fatores envolvidos (na interação) são significativos, apesar do fato de que seus efeitos principais na ANOVA possam não mostrar a significância; os fatores de ruído a priori não são completamente investigados. Nesse caso outras técnicas com um melhor desempenho podem ser utilizadas (ex. Projeto Robusto) (TAGUCHI, 1993).

6 MATERIAIS E MÉTODOS

A fonte de pectina utilizada neste estudo foi casca de banana (*Musa AAA*) tipo Cavendish. As bananas foram obtidas no comércio local de Palmas-TO, cerca de 10 Kg com estágio de maturação 2 segundo a Figura 2, “verde com traços amarelos”. Foi realizado o planejamento experimental para a extração de pectina e quantificação do seu rendimento.

6.1 Obtenção da Farinha da Casca de Banana Verde

A farinha da casca de banana Nanica verde tipo Cavendish (*Musa AAA*), utilizada para a realização dos experimentos apresentados neste trabalho, foi obtida da pesquisadora Karolline Ribeiro Lima Beckman em seu Trabalho de Conclusão de Curso: BECKMAN, Karolline Ribeiro Lima. **CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E EXTRAÇÃO DE PECTINA DA FARINHA DA CASCA DE BANANA VERDE TIPO CAVENDISH (*Musa AAA*)** / Palmas, TO, 2019.

6.2. Planejamento experimental para a extração das pectinas

Para o estudo da avaliação do rendimento da extração de pectina da farinha da casca de banana tipo Cavendish, utilizou-se a técnica de planejamento fatorial 2^3 com três pontos centrais para a elaboração do processo experimental descrito por DEVOR et al. (1992) e MONTGOMERY (1991). O experimento foi realizado com três variáveis independentes (x_1 , x_2 e x_3). As variáveis independentes foram: razão, pH e tempo. O planejamento completo consistiu de oito experimentos fatoriais (níveis +1 e -1) e três repetições no ponto central (nível 0), demonstrado na (Tabela 6 e 7). Assim, realizou-se testes com cada uma das combinações da matriz experimental.

Utilizou-se o ácido cítrico como agente extrator onde foram utilizadas diferentes razões do ácido e pH. A escolha do ácido cítrico justifica-se por haver uma crescente preocupação com a utilização de ácidos minerais fortes, os quais podem ocasionar desvantagens como poluição ambiental, corrosão e degradação da pectina extraída (PINHEIRO et al., 2008; KLIEMANN, 2006).

Tabela 6 - Níveis codificados do planejamento experimental

| Corridas | Razão (m/ml) (x₁) | pH (x₂) | Tempo (h) (x₃) | Rendimento % |
|-----------------|---|-------------------------------|--------------------------------------|---------------------|
| 1 | - | - | - | |
| 2 | + | - | - | |
| 3 | - | + | - | |
| 4 | + | + | - | |
| 5 | - | - | + | |
| 6 | + | - | + | |
| 7 | - | + | + | |
| 8 | + | + | + | |
| 9 | 0 | 0 | 0 | |
| 10 | 0 | 0 | 0 | |
| 11 | 0 | 0 | 0 | |

Fonte: (Autora, 2019)

Tabela 7 – Valores reais do planejamento experimental 2³ mais três pontos centrais

| Corridas | Razão (m/ml) (x₁) | pH (x₂) | Tempo (h) (x₃) | Rendimento % |
|-----------------|---|-------------------------------|--------------------------------------|---------------------|
| 1 | 1:20 | 2,0 | 3 | |
| 2 | 1:10 | 2,0 | 3 | |
| 3 | 1:20 | 3,0 | 3 | |
| 4 | 1:10 | 3,0 | 3 | |
| 5 | 1:20 | 2,0 | 5 | |
| 6 | 1:10 | 2,0 | 5 | |
| 7 | 1:20 | 3,0 | 5 | |
| 8 | 1:10 | 3,0 | 5 | |
| 9 | 1:12,5 | 2,5 | 4 | |
| 10 | 1:12,5 | 2,5 | 4 | |
| 11 | 1:12,5 | 2,5 | 4 | |

Fonte: (Autora, 2019)

Na análise do planejamento experimental fatorial foi utilizado um programa computacional STATISTICA 13.3 da Tibco software. Onde a variável resposta para o estudo de otimização foi o rendimento ou eficiência em % da pectina na farinha da casaca de banana.

6.2 Obtenção do Resíduo Insolúvel em Álcool (RIA)

A extração foi feita em duplicata, ilustrado na (Figura 8). Pesou-se em balança analítica - ATY 224 10 gramas de amostra de farinha de casca de banana verde. As amostras foram então tratadas quatro vezes com Etanol (85%) por 20 minutos na temperatura de 80°C em estufa - Q314M com circulação de ar, para que sejam removidos os compostos solúveis em álcool como lipídeos, açúcares e pigmentos e com isso obter o Resíduo Insolúvel em Álcool (RIA). Depois da lavagem o RIA foi seco em estufa a 80°C até a evaporação total do álcool (REBELLO, 2013).

Figura 8 - Preparo da Farinha da Casca da Banana para Obter o RIA e Pectina



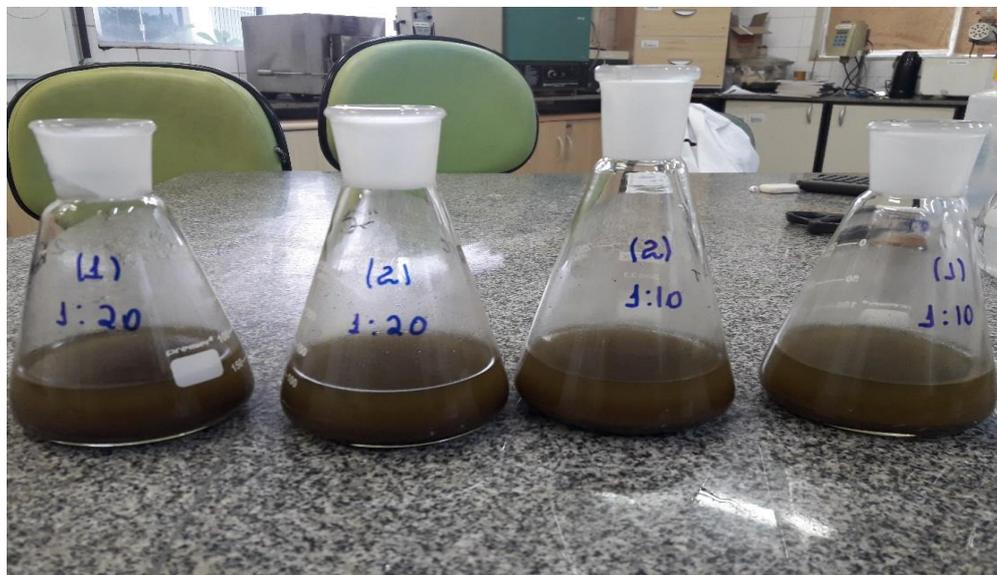
Fonte: (Autora, 2019)

6.3 Extração e Rendimento da Pectina

Em um balão volumétrico de 1000 mL adicionou-se 500 mL de água destilada, e acidificou-se essa água com ácido cítrico até obtenção de pH igual a 2,0 utilizando um pHmetro de bancada. Repetiu-se este procedimento para a obtenção de ácidos com pH igual a 2,5 e 3,0. Pesou-se 10 g da amostra de farinha de casca de banana em dois Erlenmeyer de 500 ml. Adicionou-se 200 mL da água acidificada pH igual a 2,0 em cada amostra de farinha da casca de banana (Figura 9). Em seguida foi realizada a agitação das amostras manualmente, até que todo pó estivesse umedecido uniformemente. Após o processo de agitação as amostras foram tratadas em um banho-maria a 90°C por 3 horas, com agitação manual para homogeneização

das amostras (Figura 10). A solução foi em seguida filtrada em Erlenmeyer com auxílio de um funil revestido com camadas de gazes esterificadas e algodão, conforme mostrado na Figura 11

Figura 9 – Acidificação das amostras



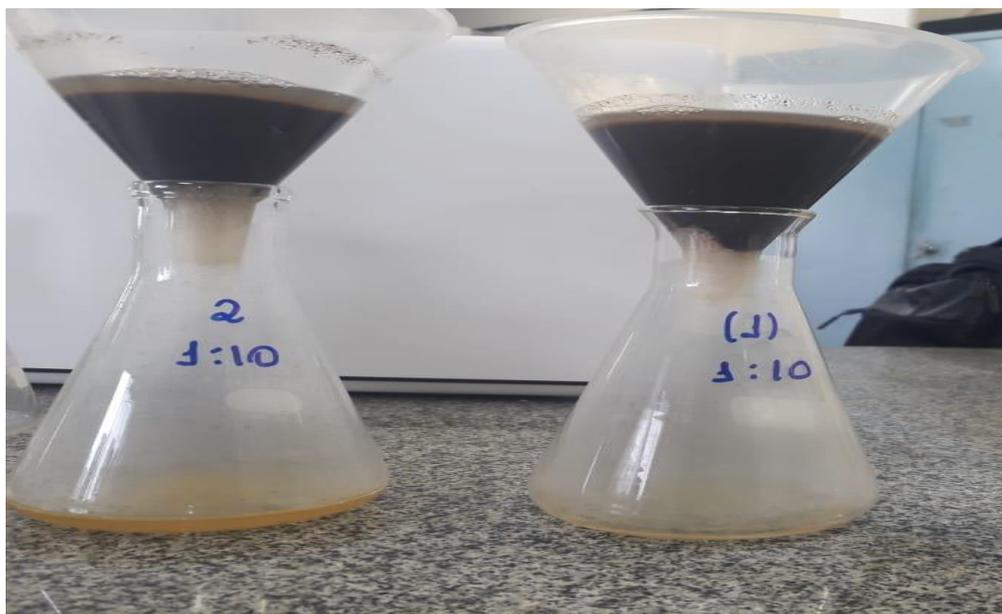
Fonte: (Autora, 2019)

Figura 10 – Extração de pectina em banho maria



Fonte: (Autora, 2019)

Figura 11 - Solução de Pectina Extraída pelo Ácido Cítrico



Fonte: (Autora, 2019)

O filtrado foi recolhido e adicionado etanol absoluto e posteriormente sobreposta em tubos Falcon de 15 mL. A pectina precipitada foi centrifugada por 10 minutos a 4000 rpm para que fosse recuperada. Depois da recuperação retirou-se o álcool dos tubos e colocou-o para secar em estufa a 65°C até que a pectina se soltasse dos tubos em forma de pellets como mostra a Figura 12. Os pellets foram macerados de modo a apresentar a pectina em pó (Figura 13), e em seguida pesada em balança analítica.

Figura 12 - Pellets de Pectina Extraída



Fonte: (Autora, 2019)

Figura 13 - Pectina em Pó



Fonte: (Autora, 2019)

Para obtenção do rendimento foi utilizada a Equação 9

$$\%P = \frac{mP}{mRIA} \times 100 \quad (9)$$

Onde %P é o percentual de pectina extraída, mP é a massa da pectina extraída e mRIA é a massa da farinha utilizada para extração.

Este procedimento foi realizado para cada corrida com uma repetição para cada experimento totalizando 22 ensaios.

7 RESULTADOS E DISCUSSÕES

7.1 Rendimento da Pectina Extraída

A análise dos resultados obtidos para razão, pH e tempo, tendo como resposta o rendimento em %, foi realizada através de métodos estatísticos, utilizando-se o programa “Statistica” versão 13.3 da Tibco Software de acordo com o planejamento fatorial 2^3 com três repetições no ponto central, totalizando 22 ensaios, ilustrado na Tabela 8.

Tabela 8 - Planejamento experimental com matriz das variáveis independentes reais e, variável resposta para o rendimento.

| Execução Padrão | Replicação | Pontos centrais | Razão (Cont.) | pH (Cont.) | Tempo (Cont.) | Eficiência % |
|-----------------|------------|-----------------|---------------|------------|---------------|--------------|
| 1 | 1 | 1 | 0,05 | 2,0 | 3 | 14,498 |
| 2 | 1 | 1 | 0,1 | 2,0 | 3 | 13,855 |
| 3 | 1 | 1 | 0,05 | 3,0 | 3 | 9,459 |
| 4 | 1 | 1 | 0,1 | 3,0 | 3 | 7,625 |
| 5 | 1 | 1 | 0,05 | 2,0 | 5 | 10,164 |
| 6 | 1 | 1 | 0,1 | 2,0 | 5 | 7,247 |
| 7 | 1 | 1 | 0,05 | 3,0 | 5 | 5,317 |
| 8 | 1 | 1 | 0,1 | 3,0 | 5 | 5,846 |
| 9 (C) | 1 | 0 | 0,08 | 2,5 | 4 | 6,618 |
| 10 (C) | 1 | 0 | 0,08 | 2,5 | 4 | 5,895 |
| 11 (C) | 1 | 0 | 0,08 | 2,5 | 4 | 6,322 |
| 12 | 2 | 1 | 0,1 | 2,0 | 3 | 11,172 |
| 13 | 2 | 1 | 0,1 | 2,0 | 3 | 13,556 |
| 14 | 2 | 1 | 0,05 | 3,0 | 3 | 8,003 |
| 15 | 2 | 1 | 0,1 | 3,0 | 3 | 8,048 |
| 16 | 2 | 1 | 0,05 | 2,0 | 5 | 17,355 |
| 17 | 2 | 1 | 0,1 | 2,0 | 5 | 9,538 |
| 18 | 2 | 1 | 0,05 | 3,0 | 5 | 6,294 |
| 19 | 2 | 1 | 0,1 | 3,0 | 5 | 5,693 |
| 20 (C) | 2 | 0 | 0,08 | 2,5 | 4 | 6,779 |
| 21 (C) | 2 | 0 | 0,08 | 2,5 | 4 | 5,388 |
| 22 (C) | 2 | 0 | 0,08 | 2,50 | 4 | 6,167 |

Fonte: (Autora, 2019)

Conforme as condições utilizadas na extração da pectina, o rendimento variou de 5,32 a 17,35 %. Os pontos centrais para os valores do rendimento apresentaram uma variação de 5,39 a 6,78, indicando uma boa repetibilidade do processo.

Outros trabalhos de extração utilizando a banana obtiveram valores um pouco acima como Khamsucharit (2018) que utilizou cerca de 10 gramas de farinha para extração e obtiveram valores entre (10,91-24,08) %, utilizando bagaço de maçã e algumas variedades de banana. Oliveira, et al. (2016), utilizando banana do tipo Cavendish obteve valores de rendimento de 5,2% a 12,2%, que corrobora com o valor encontrado neste trabalho. Neste mesmo trabalho Oliveira, et al. (2016) observou que o rendimento da extração teve um aumento a partir da diminuição do pH e aumento da temperatura. Pratik.B.Kamble (2017), encontraram um rendimento de 13,5% para extração de pectina da farinha da casca de banana utilizando um tempo de 4 horas no processo de extração, os mesmos autores observaram que utilizando um tempo de 5 horas o rendimento foi inferior. Rebello (2013), trabalhando com farinha de banana e usando ácido cítrico encontrou rendimentos de 4,17 a 19,54%.

Munhoz (2008) encontrou valores entre 5,1 a 12,85% de rendimento de pectina, concordando com o rendimento encontrado neste trabalho. Em extração utilizando a casca do melão com diferentes tipos de ácidos, Raji et al., (2017) encontraram diferentes valores para o rendimento da pectina, tais como de 14,8% para extração com ácido cítrico, 13,3% para ácido tartárico, 9,5% para ácido clorídrico, 7% para ácido acético, 4,7% para ácido láctico e 4,4% para ácido fosfórico. Comparando os dados de rendimento obtidos por Rebello (2013) que foi entre 4,17 a 19,54% e Oliveira, et al. (2016) que foi entre 5,2 a 12,2%, em que ambos trabalharam com extração de pectina da farinha de banana do tipo Cavendish com ácido cítrico, os valores concordam com o encontrado no presente estudo.

7.2 Análise dos Efeitos

A Tabela 9 apresenta os efeitos principais e de interação das variáveis independentes, tendo como resposta o rendimento em % para um modelo linear, considerando as interações entre as variáveis com um limite de confiança de 95%. Os dados foram obtidos considerando o erro puro. Desta forma, foi possível determinar os coeficientes de regressão para cada efeito.

Com exceção das interações razão e pH (x_1 e x_2), e da razão e tempo (x_1 e x_3), todos os parâmetros do modelo foram altamente significativos, podendo-se elaborar um modelo com as variáveis codificadas.

Tabela 9 - Efeitos estimados do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo Cavendish em função da razão, tempo (h) e pH

| Efeitos Estimados; R ² = 0,78386; Ajuste: 0,45966; MS Erro Puro = 1321123 | | | | | | |
|--|-----------|-----------|------------|----------|-------------------|-------------------|
| | Efeito | Erro Puro | t(2) | p | Lim. Conf. - 95 % | Lim. Conf. + 95 % |
| Média/Interação | 8,440550 | 0,109591 | 77,018500 | 0,000169 | 7,96901 | 8,91208 |
| (1) Razão | -1,216250 | 0,257014 | -4,732200 | 0,041870 | -2,32209 | -0,11041 |
| (2) pH | -4,379250 | 0,257014 | -17,039000 | 0,003427 | -5,48509 | -3,27341 |
| (3) Tempo | -4,215750 | 0,257014 | -16,402800 | 0,003696 | -5,32159 | -3,10991 |
| 1 e 2 | 0,563750 | 0,257014 | 2,193500 | 0,159542 | -0,54209 | 1,66959 |
| 1 e 3 | 0,022250 | 0,257014 | 0,086600 | 0,938899 | -1,08359 | 1,12809 |
| 2 e 3 | 1,255250 | 0,257014 | 4,884000 | 0,039458 | 0,14941 | 2,36109 |

Coefficientes em vermelho são significativos.

Observa-se na Tabela 9 que o valor do coeficiente de determinação R² foi de aproximadamente 78 %, indicando que um modelo linear pode representar bem a relação entre os efeitos e a resposta. Entretanto, para se conhecer se o modelo linear proposto possui significância estatística e se é útil para fazer previsão deve-se fazer uma análise de variância (ANOVA).

Tabela 10- Análise de variância do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo Cavendish em função da razão, tempo (h) e pH

| Fator | SS | df | MS | F | p |
|------------------------|---------|----|--------|---------|--------|
| (1) Razão | 2,959 | 1 | 2,958 | 22,394 | 0,0418 |
| (2) pH | 38,355 | 1 | 38,355 | 290,326 | 0,0034 |
| (3) Tempo | 35,545 | 1 | 35,545 | 269,052 | 0,0036 |
| 1 e 2 | 0,635 | 1 | 0,635 | 4,811 | 0,1595 |
| 1 e 3 | 0,001 | 1 | 0,001 | 0,007 | 0,9388 |
| 2 e 3 | 3,151 | 1 | 3,151 | 23,853 | 0,0394 |
| Falta de ajuste | 21,972 | 2 | 10,986 | 83,159 | 0,1118 |
| Erro Puro | 0,264 | 2 | 0,132 | | |
| Total SS | 102,884 | 10 | | | |

Coefficientes em vermelho são significativos.

Onde,

SS é a soma de quadrados

df é Grau de liberdade

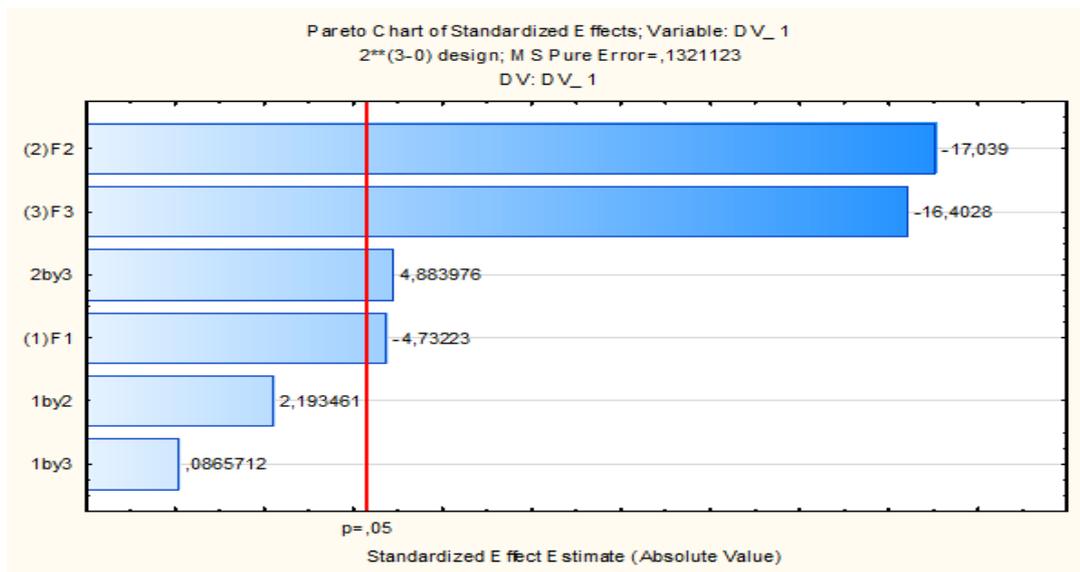
MS é o quadrado médio

Por meio da análise de variância, verifica-se que os efeitos lineares das variáveis: razão, pH e tempo de extração, no rendimento da extração de pectina foram significativos, logo, tanto a razão quanto o pH e o tempo de extração influenciam no rendimento de extração de pectina. Para melhor visualização dos efeitos das variáveis e interações, conforme Tabela 10, foi construído o gráfico de Pareto representado na Figura 14.

Todos os efeitos que apresentaram valores maiores que ($P = 0,05$), que se localizam à direita da linha vermelha, foram significativos. Assim, observa-se que os fatores: razão (F1), pH (F2) e tempo (F3) apresentam efeito negativo no rendimento da extração de pectina, ou seja, um aumento em qualquer um destes fatores acarreta diminuição no rendimento. Esses resultados estatísticos mostram coerência, visto que, tempos de extração longos favorecem a degradação da molécula de pectina, principalmente quando associada à alta concentração de ácido (KALAPATHY; PROCTOR, 2001).

Os efeitos do pH e da temperatura foram semelhantes àsquelas descritas por Happi Emaga et al. (2008b), embora aqueles autores relataram que o tempo teve um resultado positivo (e altamente significativo) no rendimento. Outros estudos (Garna et al., 2007; Masmoudi et al., 2008; Wai, Alkarkhi e Easa, 2010) também demonstraram que condições adversas favoreceram o rendimento da extração de pectina bagaço de maçã, subproduto de limão e casca de durião, respectivamente. Kliemann (2006) no estudo da extração de pectina da casca do maracujá amarelo com diversos ácidos e considerando as variáveis temperatura, tempo e pH, observou efeitos lineares negativo para o pH da solução e positivo para a temperatura de extração.

Figura 14 - Efeito das variáveis “razão”, “pH” e “tempo” e suas interações sobre o rendimento de extração de pectina da farinha da casca de banana tipo Cavendish



Fonte: (Autora, 2019)

Desta forma, de acordo com a Tabela 9 e partindo-se dos efeitos significativos e desconsiderando as interações propõe-se o modelo:

$$y\% = 8,440550 - 1,216250 x_1 - 4,379250 x_2 - 4,215750 x_3 \quad (10)$$

Onde:

$y\%$ = rendimento de extração de pectina (%);

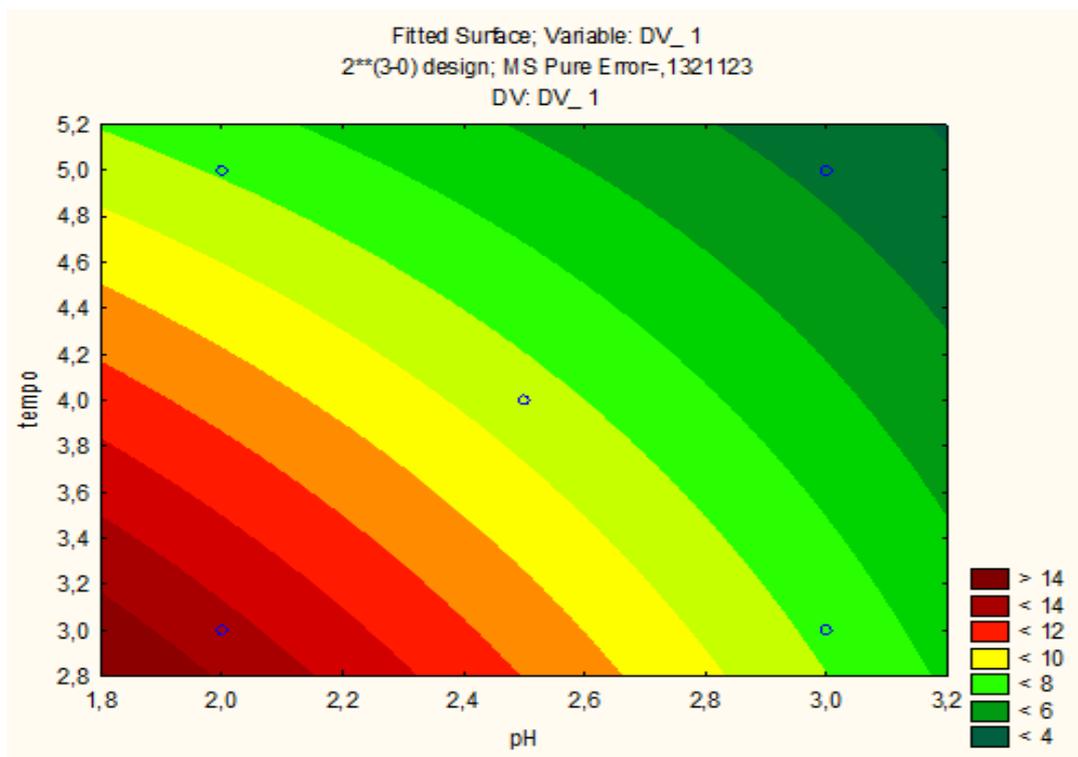
x_1 = razão de ácido cítrico (g/ml);

x_2 = pH

x_3 = tempo de extração (h).

Nas Figuras 15 e 16 apresentam-se as superfícies de resposta em 2D e 3D para obter a condição ótima do processo elaborado a partir do modelo de regressão do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana, em função da razão (g/ml), pH e do tempo, mantendo-se a temperatura de extração fixa (90 °C).

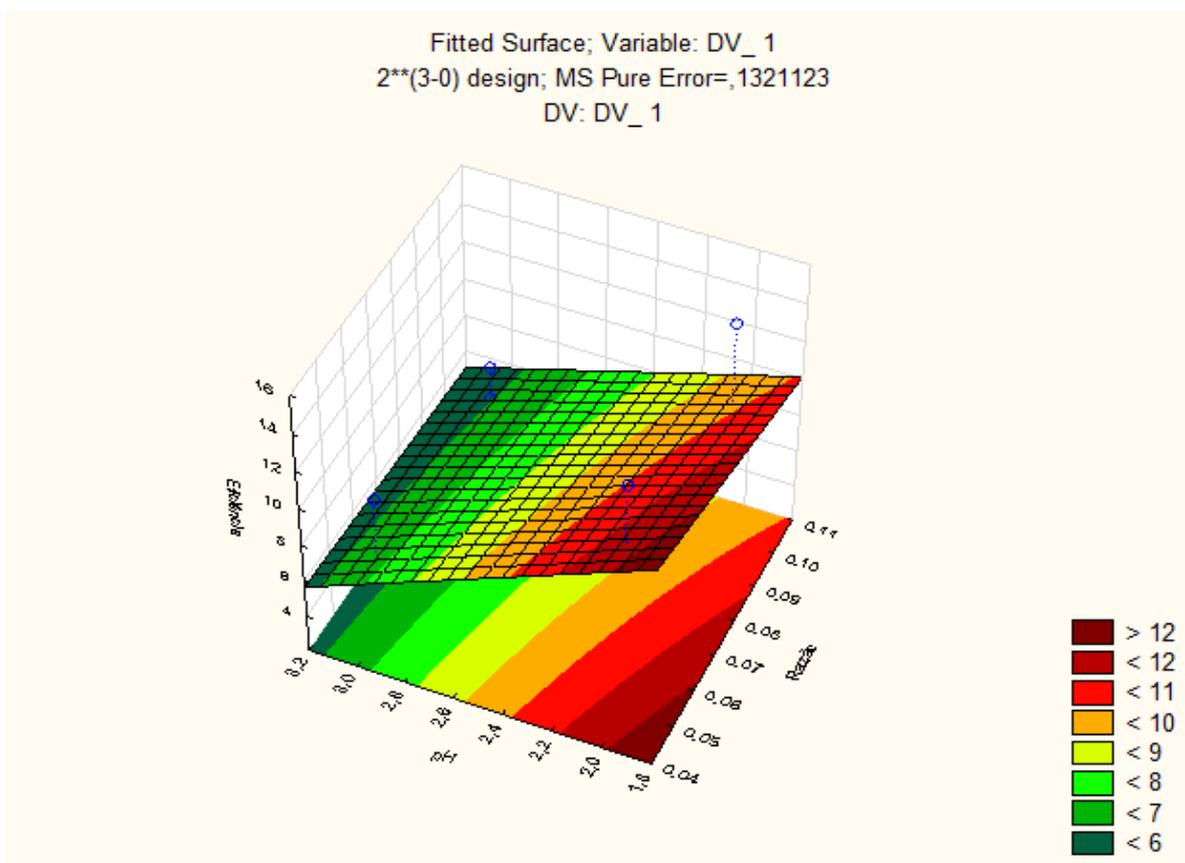
Figura 15 – Gráfico de curvas de nível do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo cavendeshi em função do tempo (h) e pH



Fonte: (Autora, 2019)

Na Figura 15, percebe-se que o rendimento aumenta com a diminuição do tempo de extração de até 3 horas e diminuição do pH na faixa de 2,0 e 1,8. Isto também pode ser observado na Figura 16, que além de comprovar essa tendência, mostra que ao se fixar o pH na faixa de 2,0 e 1,8 e diminuir a razão do ácido ao seu menor valor, o rendimento aumenta, enquanto que se fixar à razão na faixa dos valores e aumentar o pH, o rendimento diminui. Assim, percebe-se na Figura 16 que existe um platô, e não apenas um ponto, em que o rendimento da extração é ótimo, evidenciando a região de abrangência do experimento.

Figura 16 – Gráfico de superfície de resposta do rendimento da extração de pectina a partir da farinha da casca de banana tipo cavendeshi em função da razão (g/ml) e pH



Fonte: (Autora, 2019)

Os experimentos 1, 2, 5, 12, 16, e 17, promoveram maiores rendimentos de extração de pectina. Estes resultados mostram que a melhor condição pra o rendimento de pectina na extração de casca de banana tipo Cavendish foi obtida com pH de 2,0, tempo de 3 horas e com razão de 1:20 g/ml.

Kliemann (2006), em amostras de casca de maracujá amarelo com e sem flavedo, obteve melhor rendimento de pectina nas condições de extração por 10 minutos a 90 °C e pH de 1,2 ajustado com ácido cítrico. Kalapathy e Proctor (2001) que estudaram a obtenção de pectina a partir da casca de soja, avaliaram o rendimento de extração utilizando ácido clorídrico nas concentrações de 0,06 a 0,18 g. 100 g⁻¹(0,05 e 0,3 N) e verificaram que os maiores rendimentos (17 e 19%) foram obtidos nas concentrações 0,06 e 0,12 g/ml, não havendo diferença significativa entre ambas as concentrações.

8 CONCLUSÃO

O rendimento encontrado no processo de extração por ácido cítrico foi de 5,317 a 17,355 % que também se encontra dentro da faixa de rendimentos comparado com outros autores que trabalharam com o mesmo ácido.

Ao avaliar o rendimento da extração de pectina utilizando um planejamento fatorial 2^3 mais três pontos centrais, foi possível concluir que todos os efeitos principais foram significativos, ao nível de 95% de confiança.

Neste estudo, o fator mais significativo foi o pH, seguida do tempo e razão. O modelo linear ajustou bem os dados experimentais com $R^2 = 78\%$. O modelo mostrou significância estatística, é podendo a se útil para fazer previsão.

A análise da superfície de resposta mostrou que a melhor condição para o rendimento de extração de pectina da farinha da casca de banana tipo Cavendish foi com pH de 2,0, tempo de 3 horas e com razão de 1:20 g/ml.

Portanto, esse trabalho demonstrou que a casca de banana verde tipo Cavendish pode ser reaproveitada uma vez que contém um teor satisfatório de pectina. Apresentando potencial de utilização como ingrediente funcional em produtos alimentícios ou alimentos para fins especiais, vindo contribuir para minimizar os problemas ambientais relativos ao descarte deste resíduo.

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Pectinas Propriedades e Aplicações. (2014). Food Ingredients Brasil , 46-53.

Amaral, J. G., & Szeremeta, J. S. (2013). **Farinha de banana verde: desenvolvimento do produto e caracterização da fração fibrosa** (Bachelor's thesis, Universidade Tecnológica Federal do Paraná).

BECKMAN, K. R. L. **CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E EXTRAÇÃO DE PECTINA DA FARINHA DA CASCA DE BANANA VERDE TIPO CAVENDISH (*Musa AAA*)** / Palmas, TO, 2019.

Bezerra C.V. et al. Green banana (*Musa cavendishii*) flour obtained in spouted bed – Effect of drying on physicochemical, functional and morphological characteristics of the starch. *Industrial Crops and Products*, v.41, p.241-249, 2013. Disponível em: Acesso em: 27 out. 2019. doi: 10.1002/ star.200900216.

BORGES, A. L., SILVA, A. L., BATISTA, D. D., MOREIRA, F. R., FLORI, J. E., & OLIVEIRA, J. E. (07 de 2009). Acesso em 29 de 10 de 2019, disponível em Embrapa: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/110622/1/Sistema-de-ProducaodaBananeira-Irrigada.pdf>

BOX, G. E. P.; DRAPER, N. R., **Empirical Model-Building and Response Surfaces**, John Wiley & Sons, New York, 1987.

BUTTON, S.T. (2001). **Metodologia para planejamento experimental e análise de resultado**. São Paulo, Universidade Estadual de Campinas. /Apostila/

CAMPOS, R. T.; GONÇALVES, J. E. **Panorama geral da fruticultura brasileira: desafios e perspectivas**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ECONOMIA E SOCIOLOGIA RURAL, 40, Passo Fundo, 2002. Passo Fundo. Anais... Passo Fundo: SOBER, 2002

CANTERI, M. H., MORENO, L., WOSIACKI, G., & SCHEER, A. D. (19 de 07 de 2011). **Pectin: from Raw Material to the Final Product**.

CIPRIANI, T. R. et al. **Influence of molecular weight of chemically sulfated citrus pectin fractions on their antithrombotic and bleeding effects**. *Thrombosis and Haemostasis*, v. 101, n. 5, p. 860-866, 2009.

CHEW, V. (1957). **Experimental designs in industry**. New York, John Wiley & Sons, Inc. p.1-58.

CHRISTENSEN, S. H. Pectins. In: GLICKSMAN, M. (Ed.). *Food Hydrocolloids*. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, v.3, 1986. p.205-230.

DEVOR, R.E.; CHANG, T.; SUTHERLAND, J.W. (1992). **Statistical quality design and control - Contemporary concepts and methods**. New Jersey, Prentice Hall, Inc. Cap.15-20, p.503-744.

EMAGA, T. H.; ANDRIANAIVO, R.H.; WATHELET, PAQUOT, M. Effects of the stage of maturation and varieties on the chemical composition of banana and plantain peels. **Food Chemistry**, v. 103, p. 590-600, 2007.

EMAGA, T. H.; RONKART, S. N.; ROBERT, C.; WATHELET, B.; PAQUOT, M. Characterisation of pectins extracted from banana peels (Musa AAA) under different conditions using an experimental design. **Food Chemistry**, v. 108, p. 463-471, 2008.

EMBRAPA. (17 de 09 de 2018). Acesso em 15 de outubro de 2019, disponível em http://www.cnpmf.embrapa.br/Base_de_Dados/index_pdf/dados/brasil/banana/b1_banana.pdf.

FERTOMANI, H. C. R.; SCABIO, A.; SCHEMIN, M. H. C.; CARNEIRO, E. B. B.; NOGUEIRA, A.; WOSIACKI, G. Influência da concentração de ácidos no processo de extração e na qualidade de pectina de bagaço de maçã. **Semana: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 27, n. 4, p. 599-612, 2006.

Galdámez, E. V. C. (2002). **Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos na melhoria da qualidade de um processo de fabricação de produtos plásticos**. São Carlos.

Garna, H., Mabon, N., Robert, C., Cornet, C., Nott, K., Legros, H., ... Paquot, M. (2007). **Effect of extraction conditions on the yield and purity of apple pomace pectin precipitated but not washed by alcohol**. *Journal of Food Science*, 72, C1–C9.

GONÇALVES, A. A., SILVEIRA, A., NITZKE, J. A., & MANFROI, V. (2002). **A Feira**. Rio Grande do Sul, Brasil.

IBGE. (2004). Acesso em 09 de 07 de 2019, disponível em **Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística**:<https://www.ibge.gov.br/estatisticas/economicas/agricultura-e-pecuaria/9827-censo-agropecuaria.html?edicao=9830&t=sobre>

Israeli, Y.; Lahav, E. **Tropical agriculture: banana**. In: Thomas, B.; Murphy, D.J.; Murray, B.G. (Eds.). *Encyclopedia of Applied Plant Sciences*. 2.ed. London: Academic Press, 2017. v.3, p.363-381.

JENKINS, D. J. A. et al. **EFFECT OF PECTIN, GUAR GUM, AND WHEAT FIBER ON SERUM-CHOLESTEROL**. *Lancet*, v. 1, n. 7916, p. 1116-1117, 1975.

JURAN, J.M.; GRZYNA JR., F.M.; BINGHAM JR., R.S. (1951). **Quality control handbook**. 3. ed. New York, McGraw-Hill. Cap.27, p.1-49.

KALAPATHY, U.; PROCTOR, A. Effect of acid extraction and alcohol precipitation conditions on the yield and purity of soy hull pectin. **Food Chemistry**, v. 73, n. 4, p. 393-396, 2001.

KERTESZ, Z. I. **The pectic substances**. New York and London: Interscience Publisher, Inc., Interscience Publisher, Ltd. 1951.

KOHN, R. Binding of Toxic Cations to Pectin, Its Oligomeric Fragments and Plant Tissues. **Carbohydrate Polymers**, v. 2, p. 273-275, 1982

KLIEMANN, E. (03 de 2006). **Extração E Caracterização da Pectina da Casca do Maracujá Amarelo (Passiflora edulis flavicarpa)**. p. 77.

KHAMSUCHARIT, P., & LAOHAPHATANALERT, K.(2018). **Characterization of pectin extracted from banana peels of different varieties**. **Food Sei Biotechnol**, 623-629.

MAY, C. D. **Industrial pectins: sources, production and applications**. **Carbohydrate Polymers**, v. 12, n. 15, p. 79-99, 1990

MEDINA, J. C. **Banana** Campinas: Instituto Agronômico de Campinas, 1961. 61 p.

MEDINA, J., C.; BLEINROTH, E., W.; MARTIN, Z., J.; TRAVAGLINI, D., A.; OKADA, M.; QUAST, D., G.; HASHIZUME, T.; RENESTO, O., V.; MORETTI, V., A. **Banana: da cultura ao processamento e comercialização**. 2ª edição. Campinas (SP), ITAL: pp. 7, 10, 21, 23, 1985.

MELO, Carolina Cardoso de. **Caracterização físico-química de frutos de cultivares de banana produzidas na região do Distrito Federal**. 2018.

MIETTINEN, T. A.; TARPILA, S. EFFECT OF PECTIN ON SERUM-CHOLESTEROL, FECAL BILE-ACIDS AND BILIARY LIPIDS IN NORMOLIPIDEMIC AND HYPERLIPIDEMIC INDIVIDUALS. **Clinica Chimica Acta**, v. 79, n. 2, p. 471-477, 1977.

MONTGOMERY, D.C. (1991).**Diseño y análisis de experimentos**. Trad.por Jaime Delgado Saldívar. Mexico, Iberoamérica.

MONTGOMERY, D. C., **Design and Analysis of Experiments**, 4th edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1997.

MOHNEN, D. **Pectin structure and biosynthesis**. **Current Opinion in Plant Biology**, v. 11, n. 3, p. 266-277, Jun 2008.

MUNHOZ, C. L., SANJINEZ-ARGANDOÑA, E. J., & SOARES-JÚNIOR, M. S. (2008). **Extraction of pectin from dehydrated guava. Ciências e Tecnologia de Alimentos.**

OLIVEIRA, L.C. (1999). **Uso integrado do método QFD e de técnicas estatísticas de planejamento e análise de experimentos na etapa do projeto do produto e do processo.** Belo Horizonte. 270p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais.

OLIVEIRA, M. (06 de 2007). **Efeito da Composição Química, Origem e Grau de Maturação sobre a Cor e a Crocância da Banana Nanica Obtida por Secagem HTST.** Campinas, São Paulo, Brasil.

ORDOÑEZ-PEREDA, J. A. Carboidratos. **Tecnologia dos alimentos:** componentes dos alimentos e processos. São Paulo: Artmed, 2005. p. 63-79. (v. 1, cap. 4)

PAIVA, E.P.; LIMA, M.S.; PAIXÃO, J.A. Pectina: propriedades químicas e importância sobre a estrutura da parede celular de frutos durante o processo de maturação. **Revista Iberoamericana de Polímero**, v. 10, p. 196-211, 2009.

PAGÁN, J. et al. Extraction and characterization of pectin from stored peach pomace. *Food Research International*, v. 34, n. 7, p. 605-612, 2001.

PERALTA-ZAMORA, P.; MORAIS, J. L.; NAGATA, N. Por que otimização multivariada? **Engenharia Sanitária e Ambiental**. v.10, n.2, p.106-110, 2005.

PEREIRA-FILHO, E. R., POPPI, R. J.; ARRUDA, M. A. Z. Employment of factorial design for optimization of pyrolysis and atomization temperatures for Al, Cd, Mo and Pb determination by ETAAS. **Química Nova**. v. 25, n. 2, p.246-253, 2002.

PINHEIRO, E.R.; SILVA, I.M.D.A.; GONZAGA, L.V. AMANTE, E.R.; TEÓFILO, R.F.; FERREIRA, M.M.C.; AMBONI, R.D.M.C. Optimization of extraction of high-ester pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis flavicarpa*) with citric acid by using response surface methodology. **Bioresource Technology**. v. 99, p. 5561-5566, 2008.

PRATIK.B.KAMBLE, GAWANDE, S., & TEJA.S.PATIL. (2017). **Extração de pectina a partir Unripe Banana Peel.** *Revista Internacional de Pesquisa de Engenharia e Tecnologia (IRJET)*, 2259-2264

QIU, L, ZHAO, G., WU, H., JIANG, L., LI, X., & LIU, J.(2010) Investigation of combined effects of independent variables on extraction of pectin from banana peel using response surface methodology. *Carbohydrate Polymers*, 80, 326-331.

RAJI, Z., RAJI, F. F., KHODAIYAN, F., RAZAEL, K., & KIANI, H.(2017). **Extração otimização e Propriedades físico-químicas de pectina a partir de Melão descasca.** International Journal of Biological Macro moléculas, 709-716.

REBELLO, L. P. G. (2013). **AVALIAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS, EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PECTINA EM FARINHA DE CASCA DE BANANA** (Doctoral dissertation, Universidade Federal de Viçosa).

REYES, S.E.H. **Utilização da casca de banana, *Musa cavendishii*, Var. *Lamb*, madura, para produção de álcool e vinagre.** Viçosa – MG, 1991, 102p. Dissertação (Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Viçosa. 1991.

ROLIN, C.; DE VRIES, J. Pectin. In: HARRIS, P. (Ed.). Food Gels. London and New York: Elsevier Science Publishers Ltd., 1990. cap. 10, p.401-434.

SILVA, S. D., SANTOS-SEREJO, J. A., & CORDEIRO, Z. J. (2004). **Capítulo IV . In: Banana** (p. 45). Cruz das Almas.

SIMÃO, S. **Manual de fruticultura.** Piracicaba: ESALQ, 1971. Cap. 3. p. 230-258: Banana.

SIMMONDS, N.W. **Bananas.** 2.ed. London: Tropical Agriculture Series, 1966. 512 p.

SIMPSON, B. K.; EGYANKOR, K. B.; MARTIN, A. M. Extraction, Purification and Determination of Pectin in Tropical Fruits Journal of Food Processing and Preservation v. 2, p. 63-72, 1984.

SMITH, J.; HONG-SHUM, L. FOOD ADDITIVES DATA BOOK. Malden, MA, USA: Blackwell Science Ltd, 2003. 1016.

Soffner, M. D. L. A. P. (2001). **Produção de polpa celulósica a partir de engaço de bananeira** (Doctoral dissertation, Universidade de São Paulo).

SOTO BALLESTERO, M. Bananos: cultivo y comercialización. 2. ed. San José: Lil, 1992. 674 p.

TAGUCHI, G. (1993). **Taguchi on robust technology development: bringing quality upstream by Genichi Taguchi.** New York, ASME.

TING, S. V.; ROUSEFF, R. L. **Citrus Fruits and Their Products.** New York, NY, USA: Marcel Dekker, Inc., 1986.

THAKUR, B. R.; SINGH, R. K.; HANDA, A. K. Chemistry and uses of pectin: a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 37, n. 1, p. 47-73, 1997.

VAN BUREN, J. P. Function of Pectin in Plant Tissue Structure and Firmness. In: WALTER, R. H. (Ed.). *The Chemistry and Technology of Pectin*. San Diego, CA, USA: Academic Press, Inc., 1991. cap. 1.

VERNAZA, G.V. et al. **Addition of green banana flour to instant noodles: Rheological and technological properties**. *Ciências e Agrotecnologia*, v.35, n.6, p.1157-1165, 2011. Disponível em: . Acesso em: 27 out. 2019. doi: 10.1590/S1413-70542011000600016.

WARD, G.; NUSSINOVITCH, A. Peel gloss as a potential indicator of banana ripeness. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**. 29: 289-294, 1996.

ZANELLA, K. (06 de 12 de 2013). **Extração da Pectina da Casca da Laranja-pera (*Citrus sinensis* L. Osbeck) com Solução Diluída em Ácido Cítrico**. Campinas, São Paulo, Brasil .