

APLICAÇÃO DA TECNOLOGIA DE CRIOCONCENTRAÇÃO EM SUCO DE UVA

RESUMO

A concentração é uma tecnologia largamente utilizada na conservação de alimentos. A concentração por congelamento preserva os compostos termo sensíveis. O objetivo do trabalho foi avaliar a eficiência da crioconcentração em blocos na concentração de sucos de uva. Quatorze litros de suco de uva foram submetidos a duas etapas de crioconcentração, gerando crioconcentrado 1, criodiluído1, crioconcentrado 2 e criodiluído 2. As eficiências da primeira etapa de crioconcentração foram superiores a 90% para os teores de polifenóis totais, de extrato seco, sólidos solúveis totais, açúcares redutores totais. Nesta etapa a eficiência do processo para acidez total foi de 73,50% e para cinzas de aproximadamente 60%. Na segunda etapa as eficiências para os teores de polifenóis totais, de extrato seco, sólidos solúveis totais, açúcares redutores totais foram de aproximadamente 60%. Nesta etapa a eficiência do processo para acidez total foi de 41,39% e para cinzas de inferior a 30%. Os resultados deste trabalho comprovam que a técnica é eficiente e tem grande potencial para elevar a qualidade dos produtos enológicos brasileiros.

INTRODUÇÃO

O suco de uva é um alimento natural que oferece nutrientes e compostos bioativos importantes à saúde humana. Em 2019, no Rio Grande do Sul, foram produzidos 50.239.767 L de suco de uva integral e 134.305.045 L de suco concentrado (MELLO; MACHADO, 2020).

A concentração é um método de conservação muito utilizado na produção industrial e doméstica de alimentos. A concentração por congelamento é uma tecnologia limpa, não-térmica, que preserva as propriedades nutricionais e organolépticas, reduz a deterioração pela atividade enzimática e ação de micro-organismos, conserva compostos voláteis e termolábeis (BELÉN *et al.*, 2012; MIYAWAKI; INAKUMA, 2021; RIBEIRO *et al.*, 2017). Além disso, coopera na redução dos custos de produção e logística, e estende de forma significativa a vida de prateleira do produto. O grau de concentração alcançado é maior do que nos processos com membranas, mas inferiores ao de concentração por evaporação (AMRAN *et al.*, 2016; MORENO *et al.*, 2014; PETZOLD *et al.*, 2016).

O processo de crioconcentração em blocos ocorre em três etapas: congelamento do líquido, descongelamento gravitacional simples e a separação do crioconcentrado do criodiluído (AIDER; HALLEUX, 2009; CASAS-FORRERO; ORELLANA-PALMA; PETZOLD, 2021; HAAS *et al.*, 2022). Durante o congelamento do suco de uva, o núcleo do gelo é formado segregando os solutos, que se acumulam na interfase sólido-líquida gerando um sistema de canais entre os cristais de gelo ocupados por um líquido mais concentrado (MALDONADO, 2013; VUIST; BOOM; SCHUTYSER, 2021).

Zhang *et al.* (2016) observaram que vinhos tintos e brancos elaborados a partir de mostos crioconcentrados em suspensão apresentaram melhor qualidade que vinhos chaptalizados. Na análise sensorial, os vinhos tintos ($64,05 \pm 1,95$) e brancos ($81,29 \pm 0,62$) oriundos de mosto crioconcentrado apresentaram notas mais elevadas que os

respectivos vinhos chaptalizados (tintos: $6,88 \pm 1,00$ e brancos: $6,43 \pm 1,98$) (ZHANG *et al.* 2016).

OBJETIVO

Avaliar a eficiência do processo de crioconcentração em blocos em suco de uva. Verificar os teores de sólidos totais, extrato seco, pH, acidez total, cinzas, açúcares redutores totais e teor de fenólicos totais no suco, crioconcentrado 1 e 2 e criodiluído 1 e 2.

RESULTADO E DISCUSSÃO

O experimento foi conduzido em triplicata com volumes de $4,67 \pm 0,06$ L. As amostras foram submetidas a crioconcentração em blocos. Na etapa 1, após o congelamento e descongelamento, foram obtidos $2,33 \pm 0,03$ L de cada amostra crioconcentrada e o mesmo volume de amostras criodiluídas. Na etapa 2, após o congelamento e descongelamento, foram obtidos $1,12 \pm 0,01$ L de cada amostra crioconcentrada e o mesmo volume de amostras criodiluídas. Teores de sólidos solúveis totais, extrato seco total, pH, acidez total, cinzas, açúcares redutores totais e teor de fenólicos totais foram determinados nas amostras e calculado o fator de concentração e a eficiência da crioconcentração em cada etapa. Para análise de variância e teste de médias usou-se o *software IBM SPSS Statistics 23* (teste de Tukey, $p < 0,05$).

Os resultados obtidos, tabela 1, são semelhantes aos observados por Hernández *et al.* (2010), Petzold *et al.* (2016) e Zhang *et al.* (2016). Estes estudos ratificam a eficiência e o fator de concentração do processo, tabela 2.

O processo de concentração por congelamento elevou os teores de sólidos solúveis totais, de polifenóis totais, extrato seco total, cinzas, acidez total e açúcares redutores totais. O pH foi a característica que não sofreu influência similar as demais. Isto pois o pH sofre uma influência mais complexa e dependente da acidez, proveniente dos ácidos orgânicos dissolvidos, e da presença dos minerais, geralmente sais de metais alcalinos e alcalinos terrosos. Estes minerais distribuem-se de forma desigual entre as fases de gelo e água durante o processo de crioconcentração.

O teor de sólidos solúveis apresentou um aumento médio de $18,31$ °Brix (suco inicial) para $31,19$ °Brix, com eficiência de $91,32\% \pm 2,30\%$ na primeira etapa de crioconcentração, chegando a $42,62$ °Brix, com eficiência de $58,56\% \pm 3,40\%$ na segunda etapa de crioconcentração. Hernández *et al.* (2010) utilizaram um crioconcentrador de filme descendente para confirmar a viabilidade do processo de crioconcentração em suco de uva da variedade Macabeo ($16,4$ °Brix). Obtendo um teor de $29,5$ °Brix. Petzold *et al.* (2016) estudaram a eficiência da crioconcentração em blocos assistida por vácuo (40 kPa/5 min.) em vinho tinto de Cabernet Sauvignon da região do Valle Central do Chile. A aplicação da tecnologia aumentou o teor de sólidos solúveis totais de 8 °Brix para 25 °Brix. Zhang *et al.* (2016) observaram que a crioconcentração melhorou as propriedades físico-químicas dos vinhos, aumentou a acidez, os teores de polifenóis e elevou o teor de sólidos solúveis totais de 14 °Brix para 23 °Brix. O processo de crioconcentração do presente estudo proporcionou resultados superiores aos obtidos por Hernández *et al.* (2010) e Zhang *et al.* (2016) e inferiores aos de Petzold *et al.* (2016).

Tabela 1: Análises físico-químicas do suco, crioconcentrados e criodiluídos.

Análises	Amostras	Suco	Crioconcentrado 1	Criodiluído 1	Crioconcentrado 2	Criodiluído 2
Sólidos Solúveis Totais (°Brix)		18,31 ± 0,03 ^c	31,19 ± 1,75 ^b	2,68 ± 0,48 ^d	42,62 ± 2,58 ^a	17,64 ± 1,38 ^c
Extrato Seco Total (%)		17,55 ± 0,03 ^c	31,82 ± 2,51 ^b	2,46 ± 0,43 ^d	45,22 ± 2,74 ^a	17,82 ± 1,51 ^c
Cinzas (%)		0,29024 ± 0,01972 ^b	0,32654 ± 0,02405 ^b	0,12832 ± 0,3648 ^c	0,41192 ± 0,05437 ^a	0,29166 ± 0,02305 ^b
pH		3,47 ± 0,01 ^{a,b}	3,43 ± 0,04 ^b	3,49 ± 0,05 ^a	3,42 ± 0,05 ^b	3,51 ± 0,02 ^a
Acidez Total (g de ácido tartátrico/L)		0,558 ± 0,010 ^c	0,829 ± 0,067 ^b	0,216 ± 0,033 ^d	1,072 ± 0,107 ^a	0,628 ± 0,058 ^c
Teor de Fenólicos Totais (mg de GAE/L)		3771,67 ± 57,57 ^c	7403,33 ± 1215,38 ^b	598,78 ± 76,26 ^d	11620,00 ± 1501,88 ^a	3898,33 ± 662,55 ^c
Açúcares Redutores Totais (g/L)		103,00 ± 25,72 ^c	173,94 ± 19,50 ^b	2,36 ± 1,29 ^d	228,06 ± 16,46 ^a	89,22 ± 29,89 ^c

¹ Letras distintas na linha, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de significância.

Tabela 2: Fator de concentração e eficiência das duas etapas de crioconcentração.

Análises	Processo	Crioconcentração 1		Crioconcentração 2	
		Fator de Concentração (%)	Eficiência da concentração (%)	Fator de Concentração (%)	Eficiência da Concentração (%)
Sólidos solúveis totais		170,33 ± 10,92 ^a	91,32 ± 2,30 ^{a,b}	232,79 ± 16,25 ^b	58,56 ± 3,40 ^a
Extrato seco total		181,35 ± 16,47 ^a	92,13 ± 2,23 ^{a,b}	257,68 ± 17,87 ^{a,b}	60,51 ± 3,39 ^a
Cinzas		112,01 ± 8,24 ^b	59,86 ± 15,85 ^c	141,92 ± 19,92 ^c	28,26 ± 10,08 ^b
Acidez total		148,45 ± 13,48 ^{a,b}	73,50 ± 6,93 ^{b,c}	192,17 ± 22,45 ^{b,c}	41,39 ± 1,79 ^b
Teor de fenólicos totais		196,29 ± 33,43 ^a	91,70 ± 2,12 ^{a,b}	308,09 ± 44,89 ^a	66,55 ± 2,41 ^a
Açúcares redutores totais		168,88 ± 16,03 ^a	98,64 ± 0,80 ^a	221,41 ± 10,49 ^b	60,72 ± 7,69 ^a

¹ Letras distintas na coluna, diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de significância.

Os teores de açúcares redutores totais para o suco inicial foi de $103,00 \pm 25,72$ g/L para $173,94 \pm 19,50$ g/L, com eficiência de $98,64 \pm 0,80\%$ na primeira etapa de crioconcentração, chegando a $228,06 \pm 16,46$ g/L, com eficiência de $60,72 \pm 7,69\%$ na segunda etapa de crioconcentração. Esses resultados permitem a utilização do crioconcentrado 1 e 2 como enriquecedor de mosto, agregando qualidade e valor a bebida, resultado similar ao obtido por Zhang *et al.* (2016).

O teor de polifenóis totais aumentou de $3771,67 \pm 57,57$ mg de GAE/L (suco inicial) para $7403,33 \pm 1215,38$ mg de GAE/L, com eficiência de $91,70\% \pm 2,12\%$ na primeira etapa de crioconcentração, chegando a $11620,00 \pm 1501,88$ mg de GAE/L, com eficiência de $66,55 \pm 2,41\%$ na segunda etapa de crioconcentração. Petzold *et al.* (2016) observaram que a aplicação da tecnologia aumentou o teor de polifenóis totais de $3,70 \pm 0,07$ mg de GAE/L (vinho) para $6,59 \pm 0,03$ mg de GAE/L (vinho crioconcentrado). Zhang *et al.* (2016) também registraram um maior teor de compostos fenólicos em vinhos brancos e tintos oriundos de mostos crioconcentrados em relação aos chaptalizados.

Os níveis de acidez total para o suco inicial foi de $0,558 \pm 0,010$ g de ácido tartárico/L para $0,829 \pm 0,067$, com eficiência de $73,50 \pm 6,93\%$ na primeira etapa de crioconcentração, chegando a $1,072 \pm 0,107$ g de ácido tartárico/L, com eficiência de $41,39 \pm 1,79\%$ na segunda etapa de crioconcentração. Petzold *et al.* (2016) observaram um aumento de $5,24 \pm 0,10$ g de ácido tartárico/L (vinho) para $8,95 \pm 0,04$ g de ácido tartárico/L (vinho crioconcentrado). Semelhantemente Zhang *et al.* (2016) observaram a variação de $2,24$ g de ácido tartárico/L (vinho tinto chaptalizado) e $2,65$ g de ácido tartárico/L (vinho branco chaptalizado) para $2,63$ g de ácido tartárico/L (vinho tinto crioconcentrado) e $2,91$ g de ácido tartárico/L (vinho branco crioconcentrado).

O pH apresentou um declínio de $3,47 \pm 0,01$ (suco inicial) para $3,43 \pm 0,04$, na primeira etapa de crioconcentração, chegando a $3,42 \pm 0,05$ na segunda etapa de crioconcentração. Este resultado difere dos obtidos por Petzold *et al.* (2016) e Zhang *et al.* (2016) que observaram um aumento no pH de $3,37 \pm 0,10$ (vinho) para $3,76 \pm 0,10$ (vinho crioconcentrado) e de $3,75$ (vinho branco chaptalizado) para $4,06$ (vinho branco crioconcentrado), respectivamente. As diferenças entre os resultados obtidos neste trabalho com os de Petzold *et al.* (2016) e Zhang *et al.* (2016) podem estar relacionadas as diferenças entre os processos de elaboração dos crioconcentrados.

Todos fatores de concentração foram representativos, com destaque para o teor de fenólicos totais com $196,29 \pm 33,43\%$ na primeira etapa de crioconcentração e $308,09 \pm 44,89\%$ na segunda etapa de crioconcentração. Já os teores de cinzas apresentaram a menor variação com $112,01 \pm 8,24\%$ na primeira etapa de crioconcentração e $141,92 \pm 19,92\%$ na segunda etapa de crioconcentração.

CONCLUSÃO

As duas etapas de crioconcentração em blocos foram eficientes na concentração de solutos. A primeira etapa da crioconcentração apresentou maior eficiência na concentração de solutos, especialmente açúcares e o teor de fenólicos totais.

Na primeira etapa de crioconcentração, os açúcares redutores totais apresentaram a maior eficiência de concentração diante os compostos estudados, seguidos pelo teor de polifenóis totais, sólidos solúveis totais, extrato seco total, compostos ácidos e cinzas.

Na segunda etapa de crioconcentração o composto de maior eficiência de concentração foram os teores de polifenóis totais, seguidos pelos açúcares redutores totais, extrato seco total, sólidos solúveis totais, compostos ácidos e cinzas.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

Tese ou dissertação:

1. **Livro:** MELLO, L. M. R.; MACHADO, C. A. E. **Viticultura brasileira: panorama 2019**. Bento Gonçalves: Embrapa Uva e Vinho, 2020. 21 p. (Comunicado técnico 214).

Artigo de periódico:

2. BELÉN, F.; SÁNCHEZ, J.; HERNÁNDEZ, E.; AULEDA, J. M.; RAVENTÓS, M. One option for the management of wastewater from tofu production: Freeze concentration in a falling-film system. **Journal of Food Engineering**, v. 110, n. 3, p. 364-373, 2012.
3. MIYAWAKI, O.; INAKUMA, T. Development of progressive freeze concentration and its application: a review. **Food and bioprocess technology**, v. 14, n. 1, p. 39-51, 2021.
4. RIBEIRO, M. C.; SANTOS, A.; RIACHI, L. G.; RODRIGUES, A. C. B.; COELHO, G. C.; MARCELLINI, P. S.; BENTO, C. A. de M.; DE MARIA, C. A. B. The effects of roasted yerba mate (*Ilex paraguariensis* A. ST. Hil.) consumption on glycemia and total serum creatine phosphokinase in patients with traumatic brain injury. **Journal of Functional Foods**, v. 28, p. 240–245, 2017.
5. AMRAN, N. A.; SAMSURI, S.; SAFIEI, N. Z.; ZAKARIA, Z. Y.; JUSOH, M. Review: parametric study on the performance of progressive cryoconcentration system. **Chemical Engineering Communications**, v. 203, n. 7, p. 957-975, 2016.
6. MORENO, F.L.; HERNÁNDEZ, E.; RAVENTÓS, M.; ROBLES, C.; RUIZ, Y. A process to concentrate coffee extract by the integration of falling film and block freeze-concentration. **Journal of Food Engineering**, v. 128, p. 88-95, 2014.
7. PETZOLD G.; ORELLANA P.; MORENO J.; CERDA E.; PARRA P. Vacuum-assisted block freeze concentration applied to wine. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 36, p. 330-335, 2016. DOI: 10.1016/j.ifset. 2016.07.019.
8. AIDER M.; HALLEUX D. Cryoconcentration technology in the bio-food industry: principles and applications. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, n. 3, p. 679-685, 2009.
9. CASAS-FORERO, N.; ORELLANA-PALMA, P.; PETZOLD, G. Recovery of solutes from ice and concentrated fractions in centrifugal block cryoconcentration applied to blueberry juice. **Food Bioprocess Technology**, v. 14, p. 1155–1168, 2021.
10. HAAS, I. C. S.; ESPINDOLA, J. S.; LIZ, G. R.; LUNA, A. S.; BORDIGNON-LUIZ, M. T.; PRUDÊNCIO, L. S.; GOIS, J. S.; FEDRIGO, I. M. T. Gravitational assisted three-stage block freeze concentration process for producing enriched concentrated orange juice (*Citrus sinensis* L.): Multi-elemental profiling and polyphenolic bioactives, **Journal of Food Engineering**, v. 315, 110802, 2022.

Tese ou dissertação:

11. MALDONADO, G. P. **Considerations of ice morphology and driving forces in freeze concentration**. 2013. Tese (Degree of Doctor in Engineering Sciences) – School of Engineering - Pontifical Catholic University of Chile, Santiago, Chile, 2013.

Artigo de periódico:

12. VUIST, J.-E.; BOOM, R. M.; SCHUTYSER, M. A. I. Solute inclusion and freezing rate during progressive freeze concentration of sucrose and maltodextrin solutions, **Drying Technology**, v. 39, n.10, p. 1285-1293, 2021.
13. ZHANG, Q.; SUN, X.; SHENG, Q.; CHEN, J.; HUANG, W.; ZHAN, J. Effect of suspension freeze-concentration technology on the quality of wine. **South African Journal of Enology and Viticulture**, v. 37, n. 1, p. 39-46, 2016.
14. HERNÁNDEZ, E.; RAVENTÓS, M.; AULEDA, J. M.; IBARZ, A. Freeze concentration of must in a pilot plant falling film cryoconcentrator. **Innovative Food Science and Emerging Technology**, v. 11, n. 1, p. 130-136, 2010.