

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ALIMENTOS  
CURSO ENGENHARIA DE ALIMENTOS  
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

ANDRESSA LOPES FERREIRA

**COMPARAÇÃO DE MÉTODOS FÍSICOS DE EXTRAÇÃO DE  
CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ**

MEDIANEIRA

2018

**ANDRESSA LOPES FERREIRA**

**COMPARAÇÃO DE MÉTODOS FÍSICOS DE EXTRAÇÃO DE  
CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ**

Trabalho de Conclusão de Curso de Bacharel em Engenharia de Alimentos, apresentado a disciplina Trabalho de Conclusão de Curso II da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Medianeira.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Eliane Colla  
Coorientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Deisy A. Drunkler

**MEDIANEIRA**

**2018**



**Ministério da Educação**  
**Universidade Tecnológica Federal do Paraná**  
Câmpus Medianeira  
Diretoria de Graduação e Educação Profissional  
Coordenação Engenharia de Alimentos

---

**Andressa Lopes Ferreira**

**Comparação de métodos físicos de extração de carboidratos do farelo de arroz**

Trabalho de Conclusão de Curso II apresentado às 13:50 horas do dia 20 de novembro de 2018 como requisito parcial para a obtenção do título de Engenheira de Alimentos, do Curso de Bacharelado em Engenharia de Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Medianeira. A candidata foi arguida pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Eliane Colla  
Orientadora

---

Prof<sup>a</sup> Dra. Deisy A. Drunkler  
Coorientador

---

Dra. Daneysa Lahis Kalschne  
Membro da Banca

---

Prof<sup>o</sup>. Dr. Ilton José Baraldi  
Membro da Banca

---

Andressa Lopes Ferreira  
Aluna

Medianeira, 20 de novembro de 2018.

**“A folha de aprovação assinada encontra-se na coordenação do curso”**

*Dedico este trabalho aos meus pais Luiz  
e Tania, por todo amor e compreensão.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus que foi a minha força, inspiração e refúgio durante toda a minha graduação e além dela. Assim como ao Grupo de Oração Universitário – Frutos do Amor que auxiliou neste sustento, sendo uma família.

Agradeço a minha família, principalmente meus pais Tania Maria e Luiz Carlos e minha irmã, que não mediram esforços para que concluísse a graduação, minha mãe que me ouviu e mesmo longe, sempre esteve ao meu lado e meu pai que me impulsionou a vencer e sonhar dia-a-dia.

Aos professores que fizeram parte da minha caminhada acadêmica na UTFPR, que ensinaram com zelo, amor e profissionalismo, principalmente os professores do Departamento de Alimentos.

As minhas orientadoras Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Eliane Colla e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Deisy A. Drunkler que foram bem mais que orientadoras, são exemplos de profissionais e professoras, acreditaram na minha capacidade, me acolheram e me motivaram durante este período.

Aos que contribuíram nesta pesquisa, em especial Prof. Dr. Ilton Baraldi com todo seu conhecimento tecnológico e o desejo de ensinar, Bianca Peron que foi uma amiga, motivadora e me auxiliou em muitos momentos de dificuldade, Daneysa por todo conhecimento técnico e aos demais que de alguma forma estiveram presentes.

A todos os meus amigos, que estiveram comigo durante a graduação em momentos bons e ruins, que me compreenderam, souberam me amar, me alegraram, em especial a Noemí que contribuiu nesta pesquisa em dias de laboratório e noites de estudo, Samara, Maria Gabriela, Lizana, Jeiciane, Caio Santos e Felipe Almeida, guardarei vocês eternamente em meu coração.

Por fim, a todos que fazem parte da minha vida de alguma forma e que me auxiliaram na conclusão de mais uma etapa da minha vida.

Obrigada!

## RESUMO

FERREIRA, Andressa L. **COMPARAÇÃO DE MÉTODOS FÍSICO QUÍMICOS DE EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso. (Graduação). Curso de Engenharia de Alimentos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Medianeira, 2018.

Nos últimos anos a produção agroindustrial tem aumentando de maneira significativa e devido a isso tem-se maior geração de resíduos. O farelo de arroz, um dos principais resíduos agrícolas gerados atualmente, é proveniente do polimento do arroz, sendo rico em carboidratos, proteínas, lipídios e cinzas. Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi realizar a extração dos carboidratos (CHOs) por dois métodos distintos, a citar: tratamento ultrassônico em equipamento tipo sonda e tratamento hidrotérmico. Posteriormente, os CHOs extraídos nas melhores condições de processo foram avaliados por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Cromatografia Líquida de Ultra Alta Eficiência (UHPLC). O FAD foi submetido a caracterização físico-química e apresentou um alto teor de CHOs, sendo de 61,30%. No tratamento ultrassônico o FAD foi submetido a dois planejamentos, no qual as variáveis estudadas foram razão FAD.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), potência (W), tempo (min), temperatura (°C); já no tratamento hidrotérmico as variáveis em questão foram FAD.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), pH, tempo (min). Os extratos obtidos foram quantificados quanto ao teor de carboidratos totais pelo método de Antrona, posteriormente os CHOs foram precipitados em etanol 80%, centrifugados e liofilizados. Após esse processo as amostras de CHOs foram avaliadas em FTIR e identificados os grupos funcionais. Ainda, os CHOs foram hidrolisados e submetidos a determinação do perfil de carboidratos por UHPLC. Observou-se que quando o FAD foi submetido ao tratamento ultrassônico nas condições de razão FAD.água<sup>-1</sup> (65 g.L<sup>-1</sup>), potência (350 W) e tempo (20 min), obteve-se extratos com 0,60 (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD), e rendimento de 78,30%. Já no tratamento hidrotérmico, as melhores condições de extração foram obtidas na razão FAD.água<sup>-1</sup> (100 g.L<sup>-1</sup>), pH (6) e tempo (35 min), obtendo-se extratos com um teor de 0,46 (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD), e rendimento de 75,04%. Os CHOs do FAD analisados em FTIR indicaram a presença de grupos funcionais no mesmo comprimento de onda de outros CHOs, como a Estaquiiose. Entretanto, por UHPLC foi possível quantificar apenas glicose. Na comparação dos métodos foi possível observar que o tratamento ultrassônico apresentou uma alta capacidade de extração de CHOs em menor tempo, não necessitando de solventes orgânicos e tratamento de resíduos, sendo assim considerado o mais eficiente.

**Palavras-chave:** Farelo de Arroz. Ultrasson. Otimização. HPLC.

## ABSTRACT

In the past years, agroindustrial production has increased significantly and therefore there is a greater generation of waste. The rice bran (FAD), one of the main agricultural residues generated today, comes from the polishing of grain that contains significant amounts of carbohydrates, proteins, lipids and minerals. The aim of this work was to extract the carbohydrates (CHOs) by two different methods: ultrasonic treatment in probe and hydrothermal treatment. The CHOs extracted under the best process conditions were evaluated by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Ultra High Performance Liquid Chromatography (UHPLC). The FAD was submitted to physical-chemical characterization and presented a high content of CHOs, being of 61,30%. In the ultrasonic treatment, two experimental design was conducted, in which the studied variables were FAD.water<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), power (W), time (min), temperature (°C); in the hydrothermal treatment the variables were FAD.water<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), pH, time (min). The obtained extracts were quantified by total carbohydrates content ( antrona method) and the CHOs were precipitated in 80% ethanol, centrifuged and lyophilized. Posteriorly, the CHOs samples were evaluated in FTIR and the functional groups were identified. The CHOs were also hydrolyzed and subjected to determination of the carbohydrate profile by UHPLC. When the FAD was subjected to the ultrasonic treatment under conditions of FAD.water<sup>-1</sup> (65 g.L<sup>-1</sup>), power (350 W) and time (20 min), extracts with 0.60 g CHO.g<sup>-1</sup> FAD were obtained, with 78,30% yield. On the other hand, in the hydrothermal treatment, the best extraction conditions were obtained in the ratio FAD.water<sup>-1</sup> (100 g.L<sup>-1</sup>), pH (6) and time (35 min), obtaining extracts with 0.46 g of CHO.g<sup>-1</sup> FAD, and yield of 75,04%. The CHOs of the FAD analyzed in FTIR indicated the presence of functional groups at the same wavelength of other CHOs, such as stachyose. However, in UHPLC it was possible to quantify only glucose. In the comparison of the methods, it was possible to observe that the ultrasonic treatment presents a high capacity of extraction of CHOs in less time, not requiring organic solvents and treatment of residues, being considered the most efficient.

**Key words:** Rice bran.ultrasound. Optimization. HPLC.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Partes do Grão de Arroz .....	18
Figura 2 - (A) Farelo de arroz cru, (B) extrusado e (C) obtido após parboilização .....	18
Figura 3 - Atuação do tratamento hidrotérmico em processo de extração .....	21
Figura 4 - Colapso da bolha de cavitação e liberação do material vegetal: exemplo de extração de óleo essencial do manjericão. ....	23
Figura 5 - Ensaio de tratamento Ultrassônico amostra de FAD.água <sup>-1</sup> .....	33
Figura 6 - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) razão FAD.água-1 e pH.....	39
Figura 7 - Superfície de resposta (a) e diagrama de contorno (b) tempo e razão FAD. água-1.....	40
Figura 8 - Superfície de resposta (a) e diagrama de contorno (b) tempo e pH.....	41
Figura 9 - Espectros do FTIR de oligossacarídeos, di - monossacarídeos .....	46
Figura 10 - Cromatograma obtido a partir dos carboidratos hidrolisados extraídos do FAD. ....	48
Figura 11 - Curva padrão de glicose .....	49
Figura 12 - Cromatograma padrão de estaquiase.....	50



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Destino dado aos resíduos gerados no beneficiamento do arroz.....	17
Tabela 2 - PFF $2^{4-1}$ , com níveis reais e codificados das variáveis a serem estudadas no processo de extração com sonda ultrassônica. ....	25
Tabela 3 - Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) $2^3$ com níveis reais e codificados das variáveis a serem estudadas no processo de extração por tratamento hidrotérmico.....	26
Tabela 4 - Composição centesimal do farelo de arroz. ....	29
Tabela 5 - Planejamento Fatorial Fracionário $2^{4-1}$ com os valores reais e codificados das variáveis estudadas e a resposta de carboidratos.....	30
Tabela 6 - Efeito dos fatores estudados no PFF $2^{4-1}$ sobre os percentuais de carboidratos totais (g de CHO. $g^{-1}$ de FAD).....	31
Tabela 7- Planejamento Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) $2^3$ .....	34
Tabela 8 - – Efeitos e Coeficientes de Regressão das variáveis estudadas em relação a resposta de carboidratos extraídos (g de CHO. $g^{-1}$ de FAD) .....	35
Tabela 9 - ANOVA do modelo quadrático para predição de CHO (g de CHO. $g^{-1}$ de FAD) do DCCR.....	35
Tabela 10 - Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) $2^3$ com níveis reais e codificados das variáveis e resposta de carboidratos.....	37
Tabela 11 - Coeficientes de regressão para a resposta CHO (g de CHO. $g^{-1}$ de FAD) para o primeiro DCCR.....	38
Tabela 12 - ANOVA do modelo quadrático para predição de CHO (g de CHO. $g^{-1}$ de FAD) do primeiro DCCR do Tratamento Hidrotérmico .....	39
Tabela 13 - Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) $2^2$ para o tratamento hidrotérmico.....	42
Tabela 14 - Coeficientes de regressão para a resposta CHO (g de CHO. $g^{-1}$ de FAD) para o segundo DCCR.....	43

Tabela 15 - – ANOVA do modelo quadrático para predição de CHO (g de CHO g de FAD) do segundo DCCR do Tratamento Hidrotérmico.....	43
Tabela 16 - Triplicata dos ensaios de validação do tratamento hidrotérmico .....	44

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>13</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>15</b>
2.1 OBJETIVO GERAL .....	15
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	15
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>16</b>
3.1 RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS E FARELO DE ARROZ .....	16
3.2 CARBOIDRATOS .....	19
3.3 EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS.....	20
3.3.1 Tratamentos Hidrotérmicos .....	20
3.3.2 Sonda Ultrassônica .....	22
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>24</b>
4.1 MATÉRIA PRIMA .....	24
4.2 ESTRATÉGIAS DE PLANEJAMENTO PARA A EXTRAÇÃO DOS CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ .....	24
4.2.1. Extração por sonda ultrassônica .....	24
4.2.2 Tratamento hidrotérmico .....	25
4.3 MÉTODOS ANALÍTICOS .....	26
4.3.1 Determinação de carboidratos totais.....	26
4.3.2 Determinação de oligossacarídeos .....	27
4.3.3 Determinação de grupos funcionais em Espectroscopia de Infravermelho de Fourier (FTIR).....	27
4.4 ANÁLISE QUÍMICA E FÍSICO – QUÍMICA DO FARELO DE ARROZ .....	28
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	28
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>29</b>
5.1 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DO FARELO DE ARROZ DESENGORDURADO .....	29
5.2 EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS DO FAD POR ULTRASSOM DO TIPO SONDA .....	30
5.2.1 Planejamento Fatorial Fracionário (PFF).....	30

5.2.3 Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2 <sup>3</sup> .....	33
5.3 EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ DESERGORDURADO POR TRATAMENTO HIDROTÉRMICO.....	36
5.3.1 Primeiro Planejamento - (DCCR) 2 <sup>3</sup> .....	36
5.3.2 Segundo Planejamento - DCCR 2 <sup>2</sup> .....	42
5.4 COMPARAÇÃO ENTRE OS DOIS MÉTODOS DE EXTRAÇÃO POR SONDA ULTRASSÔNICA E TRATAMENTO HIDROTÉRMICO .....	45
5.5 IDENTIFICAÇÃO DE GRUPOS FUNCIONAIS POR ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	45
5.6 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE CARBOIDRATOS POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ULTRA- ALTA EFICIÊNCIA (UHPLC) .....	48
<b>6 CONCLUSÕES .....</b>	<b>51</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>52</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Os países com grande produção agrícola enfrentam uma tarefa desafiadora em relação aos resíduos agrícolas. O processamento do arroz, especialmente em países subtropicais, gera grandes quantidades de resíduos que podem ser explorados para a obtenção de novos produtos com valores nutricionais e econômicos consideráveis (KURDI; HANSAWASDI, 2015).

Um dos resíduos do processamento tecnológico do arroz é o farelo, que compreende cerca de 10% do total do grão de arroz (LEARDKAMOLKARN et al., 2011). Os resíduos agroindustriais, entre eles o farelo de arroz, são inerentemente ricos em materiais de paredes celulares de plantas como hemiceluloses, que são heteropolímeros complexos constituídos por vários tipos de monossacarídeos conectados por ligações glicosídicas (polissacarídeos) (KURDI; HANSAWASDI, 2015).

Subprodutos gerados pelas indústrias agrícolas predominante são utilizados na alimentação de animais, sendo pouco utilizados na indústria de alimentos, dentre estes resíduos se enquadra o farelo de arroz, que é utilizado para a fabricação de ração para suínos (KAWISK, 2015).

O farelo de arroz é proveniente do polimento do arroz descascado para produzir arroz branco e possui concentrações apreciáveis de proteína (14,94%), lipídios (19,96%), carboidratos (49,80%) e cinzas (9,76%) (SILVA et al., 2010). Compostos indigeríveis como celulose, hemicelulose, oligossacarídeos e pectina, bem como lignina e ceras são considerados como fibras alimentares, que desempenham funções importantes no organismo humano (RAFE; SADEGHIAN, HOSEINI-YAZDJ, 2017) e podem ser extraídos e aplicados na indústria química, bioquímica, alimentícia e farmacêutica.

Nos últimos anos tem-se estudado a obtenção de proteínas, lipídeos, oligossacarídeos e outros compostos por meio de diversos métodos de extração, entre eles os métodos físicos, destacando-se o ultrassom como uma tecnologia emergente na indústria de alimentos, sendo considerado eficiente e uma alternativa para melhorar processos e promover extração. Além disso, o ultrassom pode ser utilizado para alterar propriedades físico-químicas, como o

aumento de volume, solubilidade e sinéreses (BERNARDO; ASCHERI; CARVALHO, 2016).

Vários processos industriais com o uso do ultrassom podem ser concluídos em minutos com alta reprodutibilidade, com menor custo, processos simples de manipulação e ainda maior grau de pureza do produto final, eliminando tratamento de água residuais e consumindo menos energia e tempo, em relação a métodos convencionais (CHEMAT, F; ZILL-E-HUMA; KHAN, M. K , 2011).

Entretanto o ultrassom pode ser utilizado em métodos combinados, em especial a sonda ultrassônica que pode contribuir no isolamento de amidos e auxiliar em processos de digestão de proteases, assim como produzir amido com alto rendimento (WANG; WANG, 2004)

Outro método de extração é o tratamento hidrotérmico, também utilizado como pré-tratamento em hidrólise enzimática e em processos de extração de hemicelulose (SANTOS et al, 2014).

O princípio de funcionamento dos tratamentos termais trata de uma explosão do material, devido o vapor fornecido, gerando ruptura mecânica e ações químicas. Está relacionado ao aquecimento da biomassa e a pressão exercida no material (TOMÉ, 2014). Neste aspecto, pesquisadores tem utilizado o tratamento hidrotérmico para extrações, hidrólise ácida e como pré-tratamento de hidrólise enzimática. Ainda, industrialmente é empregado associado a catalisadores ácidos, que auxiliam na remoção de amidos que permanecem fixados nos resíduos de farelo da industrialização da mandioca (SAITO, 2005).

Diante deste contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar processos físicos de extração de carboidratos do farelo de arroz com o uso de sonda ultrassônica e tratamento hidrotérmico com a aplicação de planejamentos de experimentos, avaliar os rendimentos dos métodos estudados e caracterizar os carboidratos obtidos.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Realizar a extração de carboidratos do farelo de arroz desengordurado por dois métodos, a citar o tratamento ultrassônico em equipamento tipo sonda e o tratamento hidrotérmico, e identificar os carboidratos extraídos.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar a extração de carboidratos através de sonda ultrassônica, por meio da aplicação de um planejamento fatorial fracionário  $2^{4-1}$  (8 ensaios e 3 pontos centrais, total de 11 ensaios), sendo que a resposta avaliada foi a concentração de carboidratos extraídos e as variáveis independentes foram a razão farelo de arroz.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), potência (W), tempo (min) e temperatura (°C);
- Realizar a extração de carboidratos através de tratamento hidrotérmico em autoclave pela aplicação de um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR)  $2^3$  (6 pontos axiais e 3 pontos centrais, total de 17 ensaios), sendo que a resposta avaliada foi a concentração de carboidratos extraídos e as variáveis independentes foram a razão farelo de arroz.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), pH, tempo (min);
- Determinar as propriedades químicas e físico-químicas do farelo de arroz desengordurado e caracterizar por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier;
- Comparar os métodos de extração quanto ao melhor rendimento de extração dos carboidratos;

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS e FARELO DE ARROZ

O Brasil possui cerca de 71.486.826 hectares disponíveis para a produção agrícola, sendo um dos maiores produtores mundiais, o aumento esperado em 2017 era de 5,5% na colheita de insumos agrícolas (IBGE, 2017).

Portanto, são produzidas milhões de toneladas de resíduos devido o processamento agroindustrial, sendo estes ricos em compostos bioativos (MELO et al., 2011).

Dos resíduos que são gerados na agroindústria, destaca-se uma parte que já é utilizada na alimentação animal e humana, em fertilizantes orgânicos e combustíveis (IPEA, 2012). Mas ainda existe uma boa parte destes resíduos que são descartados sem tratamento, e estes podem causar problemas ambientais (MELO et al., 2011).

No ano de 2016 observou-se a produção de 184.697.696 toneladas de cereais, leguminosas e oleaginosas. Sendo que 10.608.861 toneladas eram de arroz, no ano de 2017 esperava-se obter 12.332.261 toneladas (IBGE, 2017).

Sendo assim observa-se que o Brasil é um grande produtor de arroz e destaca-se entre um dos maiores, sendo o Rio Grande do Sul o estado que sobressai na produção. Em um estudo realizado em Santa Maria–RS, Lorenzetti, Neuhaus e Chwab (2012) concluíram que dos 34 % de resíduos gerados pelo beneficiamento do arroz, 9 % é farelo de arroz.

Conforme se apresenta na Tabela 1, o farelo e a quirera de arroz são basicamente vendidos para ração animal. No estudo realizado por Lorenzetti, Neuhaus e Chwab (2012), 70 % da casca do arroz é utilizada para obtenção de energia calorífica, utilizando-se na queima para beneficiamento do arroz, sendo que 30% pode ser obtido gratuitamente no local de beneficiamento.



**Tabela 1 - Destino dado aos resíduos gerados no beneficiamento do arroz**

<b>RESÍDUOS GERADOS</b>	<b>DESTINO DADO AOS RESÍDUOS</b>
Quirera de arroz	Vendido in natura para fabricação de ração animal
Farelo de arroz	Vendido in natura para fabricação de ração animal
Casca de arroz	Queimado para obtenção de energia (70%) - Disponibilizados gratuitamente (30%)
Cinzas da queima da casca de arroz	Disponibilizados gratuitamente

**Fonte: Adaptação de (Lorenzetti; Neuhaus; Chwab, 2012).**

A produção de ração para a alimentação animal a partir dos subprodutos agroindustriais era o que amenizava a geração de resíduos, nos últimos anos pesquisadores tem-se interessado nestes, devido ser de baixo custo e de alto valor nutritivo e podem ser adicionados a produtos para melhorar seu valor nutricional e agregar valor ao produto. Dentre estes subprodutos o farelo de arroz tem alcançado grandes índices de importância tanto na melhoria da saúde do consumidor como também na composição de meios de cultivo (CHAUD; ARRUDA; FELIPE, 2009).

O Farelo de arroz é um subproduto da agroindústria, proveniente do polimento do arroz descascado para produzir arroz branco e os farelos *in natura* e extrusados apresentam alto valor nutritivo (SILVA, 2010). Pesquisadores tem se preocupado com durabilidade do farelo de arroz, devido sua deterioração, tendo em vista essas circunstâncias, as pesquisas estão avançando com intuito de aumentar e garantir a sua estabilização, assim assegurar o seu emprego em produtos alimentícios e diversos segmentos industriais (CHAUD; ARRUDA; FELIPE, 2009).

Poucas quantidades de farelo de arroz são vendidas para aplicação alimentar, sendo este considerado pelas indústrias de alimentos como fonte de fibra alimentar, proteínas e óleo, mas ainda assim pouco difundido. A utilização do farelo ainda vem sendo estudada a fim de aumentar a sua estabilidade e seus potenciais efeitos sobre a saúde humana (CHAMPAGNE, 2004).

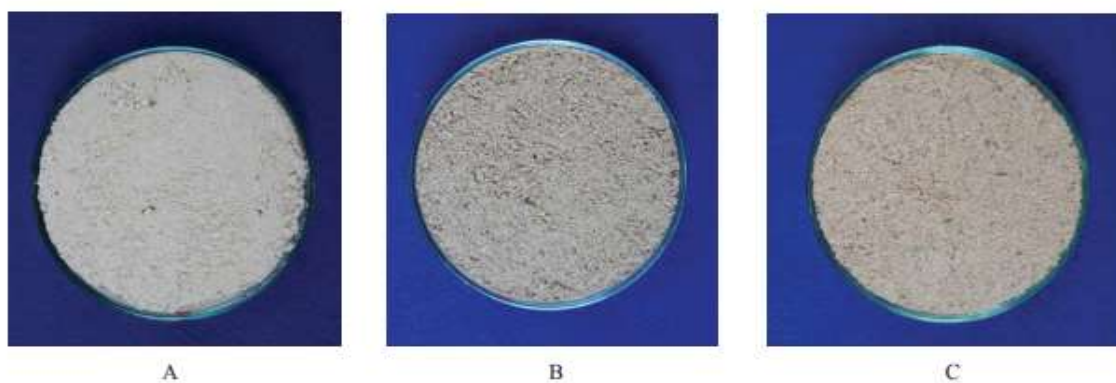
Como pode ser observado na Figura 1 o farelo de arroz se encontra entre a casca e o grão, este é composto pelo pericarpo, tegumento, parte amilácea interna e camada de aleurona (FILARDI et al., 2007).



**Figura 1 - Partes do Grão de Arroz**  
Fonte: Fumacense Alimentos, 2017.

Lacerda et al. (2010) relata que a extrusão do farelo aumenta o teor de ferro e a parboilização aumenta os teores de cálcio, zinco, cobre, manganês e diminui a contagem de *Aspergillus sp.* em farelos de arroz.

Como pode ser observado na Figura 2 - (A), o farelo de arroz cru possui coloração marrom clara, sendo menos intensa que o farelo proveniente da parboilização (B) (LACERDA et al., 2010 apud LUH et al., 1991).



**Figura 2 - (A) Farelo de arroz cru, (B) extrusado e (C) obtido após parboilização**  
Fonte: Lacerda et al., 2010.

## 3.2 CARBOIDRATOS

Dentre os carboidratos tem-se os oligossacarídeos que possuem 2 a 10 unidades de monossacarídeos, estas são ligadas por ligações glicosídicas podendo ser caracterizadas por ligações  $\alpha$  1-1 (trealose),  $\alpha$  1-4 (maltose),  $\beta$  1-2 (sacarose),  $\beta$  1-4 (celobiose) (DILWORTH et al., 2017).

Os oligossacarídeos tem sido fonte de pesquisa em diversos países do mundo, pelos seus efeitos benéficos na saúde humana, como no sistema imunológico, atividade anticancerígena e atividade imunomoduladora. Estes por sua vez podem ser encontrados em plantas, algas, bactérias e fungos superiores (ZHAO et al., 2017).

Diversos alimentos apresentam em sua composição edulcorantes, que são compostos por oligossacarídeos. Em alguns continentes como na Europa os oligossacarídeos são comercializados com intuito de aumentar a resistência a invasores negativos intestinais e tem-se aumentado as buscas por estes, devido suas diversas funções benéficas (SEIBEL et al., 2010)

A alta eficiência dos equipamentos como cromatógrafos, espectros, ressonância magnética e a técnica de eletroforese tem contribuído para análise e identificação de oligossacarídeos e sua quantificação (ZHAO et al., 2017).

De acordo com Zhao et al. (2017):

“Os oligossacarídeos funcionais estão associados a uma variedade de processos biológicos, como a resistência contra o infecção de bactérias e vírus, antioxidante, antimutagenicidade, câncer inibição de metástase, cascata de coagulação sanguínea e muitos outros atividades farmacológicas [...]. Mais esforços precisam ser aplicados para a produção de oligossacarídeos mais complexos, especialmente aqueles que são ramificados. [...]. A identificação, produção e comercialização de novos oligossacarídeos funcionais com propriedades bioativas aprimoradas oferecem novas pesquisas e negócios oportunidades. São bons candidatos para várias aplicações na indústria alimentar e farmacológica”.

Em um estudo realizado por Balthazar et al. (2017), oligossacarídeos foram utilizados como substitutos de gordura em sorvete de leite de ovelha o resultado foi um produto com brancura e leveza, sendo ainda um produto dietético. Os oligossacarídeos também contribuíram na diminuição da formação de cristais de gelo, de modo que os autores concluíram que a substituição da gordura por

oligossacarídeos prebióticos mostrou-se como uma alternativa viável na produção do sorvete avaliado.

Os oligossacarídeos são conhecidos como prebióticos devido sua promoção para o crescimento de bactérias benéficas no intestino. Possuem vantajosas propriedades físico-químicas e fisiológicas contribuindo para a melhora na saúde do consumidor, sendo utilizados como ingredientes na elaboração de alimentos funcionais (ZHAO et al., 2017) .

### 3.3 EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS

Existem diversos métodos que podem ser utilizados para realizar a extração de oligossacarídeos (GIESE et al., 2011), e ainda diversas técnicas estão sendo desenvolvidas e implementadas, a citar a extração assistida por ultrassom, extração assistida por micro-ondas e a hidrólise enzimática, mecanismos que tem o intuito de otimizar o processo de extração, seja na diminuição do tempo de maceração, no aumento do rendimento do processo e melhoria na qualidade do extrato obtido (WANG; WELLER, 2006).

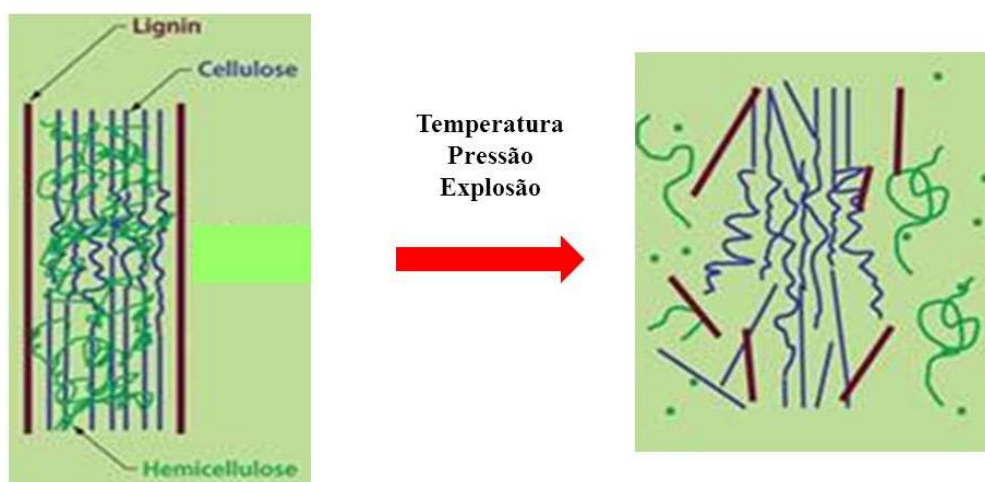
#### 3.2.1 Tratamentos Hidrotérmicos

De acordo com Gírio et al. (2010) “Os tratamentos hidrotérmicos são métodos estabelecidos para extrair materiais hemicelulósicos em que polissacarídeos sofrem hidrólise a temperatura e pressão elevada, geralmente utilizando-se de autoclave, na presença de íons hidrônio gerados pela autoionização de água, que atuam como catalisadores”.

Na extração de compostos orgânicos, o tratamento hidrotérmico a alta pressão produz uma eficiente separação de carboidratos, hemiceluloses e celulosas existentes nas lignocelulosas das plantas (SAITO, 2005 apud MOCHIDZUKI et al., 2003). Nos tratamentos hidrotermais utilizando autoclave é indicado o uso de baixas concentrações de ácido devido à resistência destes

materiais (carboidratos, hemicelulose) a essas condições, quando relacionados a alta temperatura e pressão (SAITO, 2005 apud PRIMO-YUFERA et al., 1995).

O tratamento hidrotérmico usando água a alta temperatura tem sido aplicado para pré tratamentos que efetivam a conversão de celulose a glicose. A hidrólise pode ser feita utilizando-se ácido ou vapor, sendo que quando utilizado o vapor este é acompanhado de alta pressão, podendo ser com ou sem decomposição rápida (explosão), como pode ser observado na Figura 3. Também pode se considerar o uso de uma solução para a realização da hidrólise de amidos, no caso da celulose é associado um tratamento enzimático, originando fibra alimentar (SAITO, 2005).



**Figura 3 - Atuação do tratamento hidrotérmico em processo de extração**  
**Fonte: Pereira ,2016.**

Segundo Saito (2005) “A explosão é o processo no qual a biomassa é tratada com alta pressão sob condição específica e subsequente extinção da pressão atmosférica por expansão adiabática do material contida no reator”.

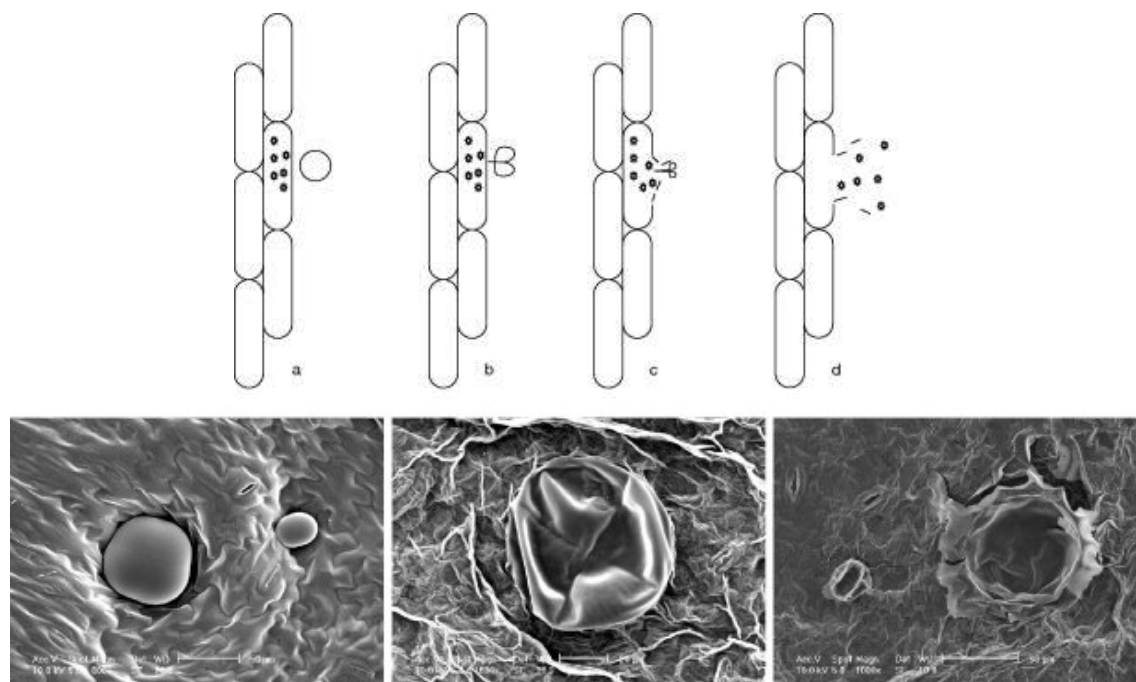
Os tratamentos hidrotérmicos quando realizados como pré tratamento em processo de hidrólise aumentam o rendimento em até 90%, em geral, quando não se realiza um tratamento hidrotérmico os rendimentos são menores em 20%. Ainda este tratamento é considerado limpo, devido não necessitar de reagentes catalíticos ou produtos químicos, não sendo necessário tratamento de resíduos (SOUZA, 2016).

### 3.2.2 Sonda Ultrassônica

Pesquisas envolvendo ultrassom geram grandes impactos nas indústrias de alimentos, como por exemplo ofertar novas tecnologias para extração e modificação de amidos. Estudos indicam que o uso da ultrassom promove maior pureza na amostra extraída, estando sempre associados com as variáveis do processo como temperatura, tempo, concentração da amostra e a amplitude (BERNARDO; ASCHERI; CARVALHO, 2016).

O Ultrassom pode ser compreendido em sonda ultrassônica que em seu princípio de funcionamento produz cavitação intensa, sendo esta mais intensa que a cavitação indireta (banho ultrassônico), extraíndo assim maior quantidade do composto a partir da biomassa estudada (SUSLICK et al., 1999). O ultrassom possui energia mecânica que apresenta as seguintes propriedades: reflexão, adsorção e dispersão sendo que este precisa de um meio físico para se difundir (DALAGNOL, 2017 apud MASON et al., 2005). Segundo Sinisterra (1992) “O ultrassom é produzido a partir de um transdutor, que converte a energia elétrica em energia mecânica sonora em frequências ultrassônicas”.

Conforme se apresenta na Figura 4, a cavitação intensa forma bolhas que podem ser geradas próximas a superfície da biomassa ou material da planta analisada, como pode ser observada em (a) quando estas são comprimidas, entram em colapso com bolhas; (b) micro bolhas são formadas próximas a matriz da planta e devido à alta pressão que é gerada no processo, destroem a parede celular da matriz da planta (b e c) e então o seu conteúdo é liberado (d) (CHEMAT; ZILL-e-HUMA; KHAN, 2011).



**Figura 4 - Colapso da bolha de cavitação e liberação do material vegetal: exemplo de extração de óleo essencial do manjerição. a) Formação de bolhas; b) Compressão da matriz da planta; c) Micro bolhas perfurando a matriz da planta; d) Liberação do composto a ser extraído.**

**Fonte: CHEMAT; ZILL-e-HUMA; KHAN, 2011.**

Mc Clements (1995) explica os dois tipos de ultrassom, o de alta e baixa intensidade. O ultrassom de baixa intensidade é uma técnica não destrutiva. Já o ultrassom de alta intensidade é aplicado em alterações físicas, químicas e propriedades dos alimentos, gerando emulsões, ruptura de células, aumento da velocidade de reações químicas.

Nos últimos anos a tecnologia da ultrassom tem substituído diversos métodos tradicionais e atraído interesses na área de pesquisa, devido a possibilidade de maximização no rendimento e minimização tempo. Atualmente tem sido muito utilizada para a obtenção de maiores concentrações de oligossacarídeos (BERNARDO; ASCHERI; CARVALHO, 2016) e em processos de extração de carboidratos de biomassas.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 MATÉRIA PRIMA

O farelo de arroz desengordurado (FAD) foi cedido pela Indústria Rio Grandense de Óleos Vegetais (IRGOVEL – Pelotas/RS), na forma de *pellets*, sendo submetido a moagem em moinho de facas (Solab, SL31, Piracicaba - SP, Brasil). Posteriormente foi determinada a granulometria média de 70 mesh em agitador de peneiras (Betel, Caieiras, São Paulo, Brasil) utilizando-se peneiras de 16 a 230 mesh, procedendo-se o congelamento a -12 °C até a realização dos testes.

### 4.2 ESTRATÉGIAS DE PLANEJAMENTO PARA A EXTRAÇÃO DOS CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ

Para avaliar os métodos físicos de extração de carboidratos, foram testadas duas metodologias de extração, por sonda ultrassônica e tratamento hidrotérmico.

#### 4.2.1. Extração por sonda ultrassônica

Para seleção das variáveis significativas no processo de extração por sonda ultrassônica foi elaborado um Planejamento Fatorial Fracionário (PFF)  $2^{4-1}$  (Tabela 2), em que as variáveis independentes estudadas foram: razão FAD.água<sup>-1</sup> (g·L<sup>-1</sup>); temperatura (°C); potência (W) e tempo (min), e a variável resposta Carboidratos (g de CHO.g<sup>-1</sup> de FAD), os ensaios foram realizados aleatoriamente. Posteriormente, com as variáveis significativas do processo, foi realizado um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR).



**Tabela 2 - PFF 2<sup>4-1</sup>, com níveis reais e codificados das variáveis estudadas no processo de extração com sonda ultrassônica.**

Variáveis/ Níveis	Razão FAD.água <sup>-1</sup> (g.L <sup>-1</sup> )	Potência (W)	Tempo (min)	Temperatura (°C)
-1	100	100	10	50
0	150	200	20	70
1	200	300	30	90

Fonte: Autoria própria

Para a realização dos ensaios o FAD foi suspenso em água ultrapura para a obtenção da razão FAD.água<sup>-1</sup> segundo o planejamento (Tabela 2). O processo de extração se deu por sonda ultrassônica (VCX 500 e VCX 750, marca: SONICS, modelo: Vibra cell, Estados Unidos) na frequência de 20 kHz, foi conduzido em Becker encamisado acoplado a um banho para o controle de temperatura (MACHADO, 2015).

Ao término da extração o extrato foi centrifugado (Rotina 420 R, Hettich, Alemanha) a 5000 g durante 5 min a temperatura 25°C para a separação das fases.

#### 4.2.2 Tratamento hidrotérmico

A extração por tratamento hidrotérmico foi otimizada por meio da aplicação de um Delineamento Composto Central Rotacional (Tabela 3), em que as variáveis independentes estudadas foram: razão FAD.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), tempo (min) e temperatura (°C), onde os ensaios foram realizados aleatoriamente.

**Tabela 3 - Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2<sup>3</sup> com níveis reais e codificados das variáveis estudadas no processo de extração por tratamento hidrotérmico.**

Variáveis/ Níveis	Razão FAD.água <sup>-1</sup> (g. L <sup>-1</sup> )	pH	Tempo (min)
- 1,68	66	3,0	10
-1	100	3,8	20
0	150	5,0	35
+1	200	6,2	50
+1,68	234	7,0	60

Fonte: Autoria própria.

O FAD foi suspenso em água ultrapura para a obtenção da razão FAD.água<sup>-1</sup>, o pH foi ajustado com as soluções de HCl ou NaOH 2 mol.L<sup>-1</sup>, na faixa de 3 a 7 assim como apresentado na Tabela 3. Posteriormente as amostras foram autoclavadas a 121,2°C a pressão de 1 atm, conforme método adaptado de (KURDI; HANSAWASDI, 2015).

Na sequência os extratos obtidos foram centrifugados (Rotina 420 R, Hettich, Alemanha) a 5000g durante 5 min, à temperatura ambiente para a separação das fases.

### 4.3 MÉTODOS ANALÍTICOS

#### 4.3.1 Determinação de carboidratos totais

Nos ensaios dos planejamentos, os carboidratos totais dos extratos foram determinados pela metodologia de Antrona, conforme descrito por Osborne e Voogt (1986); utilizou-se solução padrão de sacarose 0,1 g.L<sup>-1</sup> e mediu-se as absorbâncias em espectrofotômetro (UV-Vis Lambda XLS HP9 2FX, Perkin Elmer, Estados Unidos) a 600 nm.

Posteriormente o rendimento foi calculado por meio da equação 1:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\% \text{ de CHO extraídos}}{\% \text{ de CHO do FAD}} \cdot 100\% \quad (1)$$

#### 4.3.2 Determinação de oligossacarídeos

Após a definição das melhores condições de extração, os carboidratos extraídos foram hidrolisados de acordo com a metodologia da ASTM E1758-1 (2007) e realizada a análise em Cromatógrafo Líquido de Ultra-Alta Eficiência (UHPLC) (DIONEX, Ultimate 3000, Sao Paulo) equipado com detector de Índice de Refração (IR) (Shodex) e *software* (Chromeleon™ 7.0 *Chromatography Data System*), fluxo de 0,6 mL.min<sup>-1</sup>, temperatura do forno de 40°C, para identificar os oligossacarídeos.

#### 4.3.3 Determinação de grupos funcionais em Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Os grupos funcionais e a elucidação estrutural foram avaliados utilizando o espectrofotômetro FTIR com acessório de Refletância Atenuada Total Universal para análise de sólidos e líquidos (UATR) (FT-IR Spectrum 100S, PerkinElmer), usando o intervalo de número de onda de 4000-600 cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4 pontos por cm<sup>-1</sup>. Para tal, a metodologia utilizada foi adaptada de Nor et al. (2017). Os extratos obtidos foram precipitados em etanol 80%, centrifugados e liofilizados, (Liofilizador modelo 7753522, Labconco Corporation, Kansas City, MO, EUA); a seguir, foram inseridas sobre o leitor do equipamento para caracterização por meio do espectro. Os espectros e dados obtidos por infravermelho foram analisados pelo *software OriginPro 8.0*.

#### 4.4 ANÁLISE FÍSICO – QUÍMICA DO FARELO DE ARROZ

O FAD foi caracterizado quanto a umidade, pelo método gravimétrico de perda de massa por dessecação em estufa a 105 °C, utilizando a metodologia descrita pela AOAC (2000); determinação do teor de proteínas a partir da metodologia nº 960.52 da AOAC (1995); Análise do resíduo mineral fixo (RMF), pelo método descrito pela AOAC (2000) de incineração em mufla a 550°C com prévia carbonização na temperatura de (200°C).

#### 4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados dos planejamentos foram analisados por meio da análise de efeitos ao nível de significância de 10% ( $p \leq 0,10$ ) para o planejamento fracionário (seleção de variáveis) e de 5% ( $p \leq 0,05$ ) para os DCCR's. O teste de ANOVA ( $p \leq 0,05$ ) foi aplicado para verificar a validade dos modelos, com o auxílio do *software* STATISTICA® 7.0.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DO FARELO DE ARROZ DESENGORDURADO

A composição centesimal do FAD determinada neste trabalho está apresentada na Tabela 4. A título de comparação, foram dispostos na mesma tabela resultados de outros autores.

**Tabela 4 - Composição centesimal do farelo de arroz.**

<b>Autores</b>	<b>Lípidos (%)</b>	<b>Proteínas (%)</b>	<b>Cinzas (%)</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Carboidratos (%)</b>
Autoria própria	1,10 ± 0,05	15,34 ± 0,30	12,31 ± 0,03	9,89 ± 0,11	61,30
FARIA (2008)	14,82 ± 0,20	14,49 ± 0,08	9,85 ± 0,03	9,18 ± 0,03	51,70
PIOTROWICZ; SALAS-MELLADO (2017)	5,50 ± 0,20	16,70 ± 0,5	13,70 ± 0,10	14,60 ± 0,30	64,10
SILVA; CALIARI; SOARES JÚNIOR (2010)	16,96 ± 0,29	14,94 ± 0,05	9,76 ± 0,06	8,54 ± 0,10	49,80
MARAGNO; KUHN (2013)	17,21 ± 0,13	13,61 ± 0,40	9,03 ± 0,04	3,87 ± 0,12	56,30

**Nota: Média ± desvio padrão**

Observa-se na Tabela 4, que a composição lipídica obtida (1,1%) foi inferior aos resultados observados pelos outros autores citados. Esse valor é justificado devido ao fato de que neste trabalho foi utilizado o FAD. O farelo de arroz apresenta concentrações apreciáveis de carboidratos, o que também foi observado neste trabalho, com percentuais intermediários aos relatados por outros autores.

A composição química do farelo de arroz está associada à variedade de arroz existente e aos aspectos agronômicos (FREEMAN, 2006). Ainda, pode ser agregada umidade ao grão antes do beneficiamento e a interferência da temperatura incidida durante o desenvolvimento do grão (MARAGNO; KUHN, 2012), que explica a variação entre as composições descritas por cada autor.

## 5.2 EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS DO FAD POR ULTRASSOM DO TIPO SONDA

Para otimização do processo de extração de carboidratos do FAD aplicou-se uma estratégia sequencial de planejamento experimental, avaliando-se o efeito de quatro variáveis independentes. Primeiramente foi realizado um Planejamento Fatorial Fracionário (PFF)  $2^{4-1}$ , seguido de um DCCR  $2^3$ .

### 5.2.1 Planejamento Fatorial Fracionário (PFF)

A matriz dos ensaios realizados com os valores reais e codificados das variáveis estudadas e as respostas de carboidratos (g de CHO.  $g^{-1}$  de FAD), está apresentado na Tabela 5.

**Tabela 5 - Planejamento Fatorial Fracionário  $2^{4-1}$  com os valores reais e codificados das variáveis estudadas e a resposta de carboidratos.**

Ensaio	$x_1^a$	$x_2^b$	$x_3^c$	$x_4^d$	$y^e$
1	-1 (100)	-1 (100)	-1 (10)	-1 (50)	$0,27 \pm 0,007$
2	+1 (200)	-1 (100)	-1 (10)	+1 (90)	$0,18 \pm 0,005$
3	-1 (100)	+1 (300)	-1 (10)	+1 (90)	$0,43 \pm 0,006$
4	+1 (200)	+1 (300)	-1 (10)	-1 (50)	$0,32 \pm 0,000$
5	-1 (100)	-1 (100)	+1 (30)	+1 (90)	$0,45 \pm 0,024$
6	+1 (200)	-1 (100)	+1 (30)	-1 (50)	$0,19 \pm 0,004$
7	-1 (100)	+1 (300)	+1 (30)	-1 (50)	$0,48 \pm 0,012$
8	+1 (200)	+1 (300)	+1 (30)	+1 (90)	$0,38 \pm 0,005$
9	0 (150)	0 (200)	0 (20)	0 (70)	$0,34 \pm 0,009$
10	0 (150)	0 (200)	0 (20)	0 (70)	$0,43 \pm 0,024$
11	0 (150)	0 (200)	0 (20)	0 (70)	$0,35 \pm 0,014$

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD.  $\text{água}^{-1}$  ( $\text{g.L}^{-1}$ ); <sup>b</sup>Potência (W); <sup>c</sup>Tempo (min); <sup>d</sup>Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ); <sup>e</sup>Carboidratos (g de CHO.  $\text{g}^{-1}$  de FAD)  $\pm$  desvio padrão.

Fonte: Autoria própria.

A concentração de carboidratos extraídos variou entre 0,18 a 0,48 g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD, nos ensaios 2 (razão FAD. água<sup>-1</sup> de 200 g L<sup>-1</sup>, potência da sonda ultrassônica de 100 W, tempo de 10 min e temperatura de 90°C) e 7 (razão FAD. água<sup>-1</sup> de 100 g L<sup>-1</sup>, potência de 300 W, tempo de 30 min e temperatura de 50°C), respectivamente.

Comparando-se o maior percentual de carboidratos extraídos (48%), com os valores obtidos na análise de composição centesimal para o teor de carboidratos do FAD (61,3%), pode-se dizer que houve um rendimento considerável no processo de extração (78,30%), rendimento próximo ao obtido por Yongjiang et al. (2009) que realizaram a extração de polissacarídeos de cocos assistidas por ultrassom, nesse estudo as variáveis avaliadas foram tempo de extração, concentração de NaOH e amostra, o maior rendimento obtido em condições alcalinas (0,75 mol.L<sup>-1</sup>) e tempo de 3 min de extração foi de 82,3%.

Já em estudo realizado por Chen et al. (2012) na extração de polissacarídeos de *Micélio B. Edulis* nas condições de 1:55 (*Micélio B. Edulis*: água) e tempo de extração de 8,4 min, obtiveram rendimento de 15,48%. Sendo inferior ao obtido neste estudo nas condições razão FAD. água<sup>-1</sup> (100 g L<sup>-1</sup>), potência (300 W), tempo (30 min) e temperatura (50°C), isso se deve a sonda ultrassônica gerar cavitação e alta pressão na parede do material, gerando eclosão e conseqüente liberação do material.

Analisando os resultados apresentados na Tabela 5 foi possível obter os efeitos das variáveis estudadas (Tabela 6). Pode-se observar que as variáveis razão FAD. água<sup>-1</sup>, potência e tempo apresentaram efeitos significativos ( $p \leq 0,10$ ) sobre a resposta de carboidratos extraídos.

**Tabela 6 - Efeito dos fatores estudados no PFF 2<sup>4-1</sup> sobre os percentuais de carboidratos totais (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD).**

Fatores	Carboidratos (g de CHO. g de FAD)			
	Efeito	Erro Padrão	t (6)	p – valor
Média	0,35	0,01	24,31	0,0000*
x <sub>1</sub> <sup>a</sup>	-0,14	0,03	-4,09	0,0064*
x <sub>2</sub> <sup>b</sup>	0,13	0,03	3,84	0,0085*
x <sub>3</sub> <sup>c</sup>	0,07	0,03	2,28	0,0625*
x <sub>4</sub> <sup>d</sup>	0,04	0,03	1,25	0,2563

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD. água<sup>-1</sup> (g L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>Potência (W); <sup>c</sup>Tempo (min); <sup>d</sup>Temperatura (°C); \*  $p \leq 0,10$ ;

Fonte: Autoria própria

A variável razão FAD.água<sup>-1</sup> apresentou efeito significativo e negativo, ou seja, ao variar este parâmetro do nível inferior (100 g.L<sup>-1</sup>) para o superior (200 g.L<sup>-1</sup>), ocorreu um decréscimo no teor de carboidratos extraídos. Para que ocorresse um aumento na concentração de carboidratos extraídos, a faixa de estudo da variável razão FAD.água<sup>-1</sup> foi redefinida para 30 a 100 g. L<sup>-1</sup> no próximo planejamento.

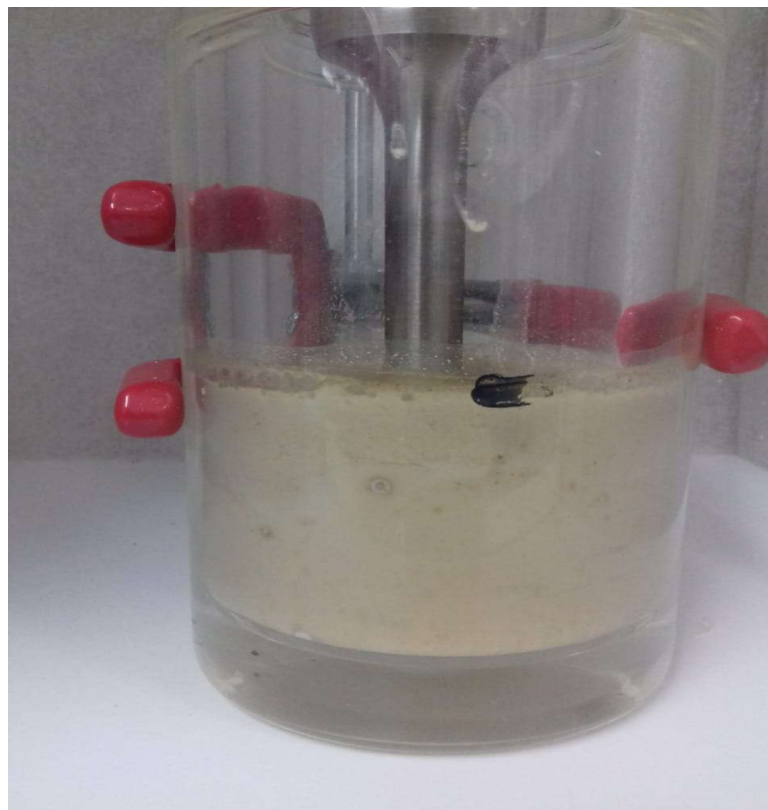
A variável potência e tempo apresentaram efeito significativo e positivo, indicando que ocorreu aumento no teor de carboidratos extraídos na faixa estudada das duas variáveis (100 a 300W, 10 a 30min, respectivamente).

Segundo YAN et al. (2018) o cisalhamento mecânico em altas potências ajuda a promover a dispersão dos compostos, melhorando a ligação de hidrogênio com moléculas de água e aumenta-se o rendimento da extração, obtendo um rendimento ótimo em potências de 300 W, sendo a potência máxima estudada pelos autores, confirmando que o aumento da potência proporciona maiores rendimentos. Entretanto, Yang et al. (2008) obteve uma taxa máxima de recuperação de polissacarídeos do pericarpo do fruto *longan* (olho de dragão), a uma potência de 120 W por 20 min de extração. Levando em consideração o efeito significativo da variável, no próximo planejamento houve um ajuste nos níveis da potência para a faixa compreendida entre 200 a 400W.

A variável tempo, mesmo tendo efeito significativo e positivo na faixa estudada (10 – 30 min), foi redefinida para a faixa de 10 a 20 min, por questões econômicas. Yan et al. (2018) trabalharam com o tempo de 10 min na extração de polissacarídeos de *Corbicula flumínea* e relata que o tempo não foi apenas responsável pelo rendimento, mas também pelo custo do processo. Além disso, Yang (2008) obteve maiores rendimentos com 20 min no processo de extração de carboidratos em banho ultrassônico.

Em maiores tempos de extração, o equipamento tende a aquecer, aumentando a temperatura da amostra. Como um dos objetivos é a otimização do processo de extração de carboidratos, menores tempos tornam-se mais viáveis e ainda quando se relaciona tempo e potência elevada aumenta-se a viscosidade da amostra, pode-se observar na Figura 5 o meio amostral com alta viscosidade.





**Figura 5 - Ensaio de tratamento Ultrassônico amostra de FAD.água<sup>-1</sup>**  
**Fonte: Autoria própria.**

A variável temperatura não apresentou efeito significativo na resposta avaliada, de modo que foi fixada em 15 °C nas próximas etapas do estudo, sendo controlada com um banho termostático de refrigeração com circulação, na intenção de não permitir o aquecimento elevado da biomassa, devido à alta temperatura ser um fator a ser considerado na degradação de polissacarídeos (ZHU et al., 2010).

### 5.2.3 Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2<sup>3</sup>

Em função das considerações expostas para o PFF 2<sup>4-1</sup>, foi elaborado o DCCR 2<sup>3</sup> (3 pontos centrais, total de 17 ensaios) para a maximização da extração de carboidratos do FAD, considerando as variáveis: razão FAD.água<sup>-1</sup> (30 a 100 g. L<sup>-1</sup>), potência (200 a 400W), tempo de sonicação (10 a 20 min), apresentados

na Tabela 7, (matriz de ensaios) bem como as respostas obtidas para a concentração de CHO.

**Tabela 7- Planejamento Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2<sup>3</sup> com os níveis reais (parenteses), codificados e resposta de CHO.**

Ensaio	x <sub>1</sub> <sup>a</sup>	x <sub>2</sub> <sup>b</sup>	x <sub>3</sub> <sup>c</sup>	y <sup>c</sup>
1	-1 (44,17)	-1 (320,24)	-1 (12,02)	0,23 ± 0,02
2	1 (85,83)	-1 (320,24)	-1 (12,02)	0,29 ± 0,01
3	-1 (44,17)	1 (379,76)	-1 (12,02)	0,47 ± 0,06
4	1 (85,83)	1 (379,76)	-1 (12,02)	0,47 ± 0,02
5	-1 (44,17)	-1 (320,24)	1 (17,97)	0,11 ± 0,01
6	1 (85,83)	-1 (320,24)	1 (17,97)	0,26 ± 0,01
7	-1 (44,17)	1 (379,76)	1 (17,97)	0,50 ± 0,02
8	1 (85,83)	1 (379,76)	1 (17,97)	0,29 ± 0,01
9	-1,68(30))	0 (350)	0 (15)	0,57± 0,02
10	1,68 (100)	0 (350)	0 (15)	0,30 ± 0,01
11	0 (65)	-1,68(300)	0 (15)	0,45 ± 0,02
12	0 (65)	1,68 (400)	0 (15)	0,52 ± 0,01
13	0 (65)	0 (350)	-1,68 (10)	0,50 ± 0,01
14	0 (65)	0 (350)	1,68 (20)	0,60 ± 0,01
15	0 (65)	0 (350)	0 (15)	0,41 ± 0,00
16	0 (65)	0 (350)	0 (15)	0,37 ± 0,01
17	0 (65)	0 (350)	0 (15)	0,40 ± 0,01

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD.água<sup>-1</sup> (g. L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>Potência (W); <sup>c</sup>Tempo (min); <sup>c</sup>Carboidratos (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) ± desvio padrão.

Fonte: Autoria própria.

Pode-se observar que as concentrações de carboidratos variaram de 0,11 a 0,60 g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD nos ensaios 5 e 14, respectivamente. Comparando-se os resultados do PFF com o DCCR, verificou-se um acréscimo nas respostas obtidas (0,48 para 0,60 g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD), sendo que no PFF a maior concentração foi no nível inferior das variáveis razão FAD.água<sup>-1</sup> (100 g.L<sup>-1</sup>) e temperatura (50 °C) e no nível superior das variáveis potência (300 W) e tempo (30 min) já no DCCR foi obtido maior rendimento no ponto central com concentração menor de FAD (65 g.L<sup>-1</sup>) e tempo de 20 min (ensaio 14). Em estudo realizado por Wang; Wang (2004), os autores relataram que o ótimo para a extração carboidratos do arroz com o uso de sonda ultrassônica está entre 15 e 30 min, o que explica o aumento na extração quando aplicado o tempo de 20 min.

Na Tabela 8, é possível verificar que as variáveis estudadas neste planejamento não apresentaram efeitos significativos ao nível de significância de 5% ( $p \leq 0,05$ ).

**Tabela 8 - Efeitos e Coeficientes de Regressão das variáveis estudadas em relação a resposta de carboidratos extraídos (g de CHO.g<sup>-1</sup> de FAD)**

Fatores	Efeitos das variáveis estudadas para a resposta de CHO (g de CHO.g <sup>-1</sup> de FAD)				Coeficientes de Regressão das variáveis estudadas para a resposta CHO (g de CHO.g <sup>-1</sup> de FAD)			
	Efeito	Erro Padrão	t (6)	p - valor	Coef. De Regressão	Erro Padrão	t(7)	p-valor
Média	0,40	0,08	5,34	0,0003*	0,40	0,08	5,34	0,0003*
x <sub>1</sub> <sup>a</sup> (L)	-0,07	0,07	-1,05	0,3164	-0,04	0,04	-1,05	0,3164
x <sub>1</sub> <sup>a</sup> (Q)	-0,04	0,08	-0,56	0,5883	-0,02	0,04	-0,56	0,5883
x <sub>2</sub> <sup>b</sup> (L)	0,13	0,07	1,86	0,0922	0,07	0,04	1,86	0,0922
x <sub>2</sub> <sup>b</sup> (Q)	-0,01	0,08	-0,10	0,9193	0,00	0,04	-0,10	0,9193
x <sub>3</sub> <sup>c</sup> (L)	-0,03	0,07	-0,39	0,7061	-0,01	0,04	-0,39	0,7061
X <sub>3</sub> <sup>c</sup> (Q)	0,04	0,08	0,52	0,6145	0,02	0,04	0,52	0,6145

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD.água (g L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>Potência; <sup>c</sup>Tempo (min); L- termos lineares; Q- termos quadráticos. \*Significativo a ( $p \leq 0,05$ ).

Fonte: Autoria própria.

Para a Análise de Variância (ANOVA) foram considerados os termos lineares e quadráticos das variáveis estudadas; os resultados estão apresentados na Tabela 9.

**Tabela 9 - ANOVA do modelo quadrático para predição de CHO (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) do DCCR**

Fonte de Variação	ANOVA- TRATAMENTO ULTRASSÔNICO 2					
	Carboidratos (g de CHO. g <sup>-1</sup> de FAD)					
	SQ <sup>a</sup>	GL <sup>b</sup>	MQ <sup>c</sup>	F Calc	F tabelado	p-valor
Regressão	0,09	6	0,02	0,93	3,21	0,515
Resíduos	0,17	10	0,02			
Total	0,27	16	0,02			

Nota: <sup>a</sup>Soma dos quadrados; <sup>b</sup>Graus de Liberdade; <sup>c</sup>Mínimos quadrados  
R<sup>2</sup>= 35,77%

Fonte: Autoria própria.

Mesmo com o aumento do rendimento de CHO extraídos, na análise de variância (ANOVA) (Tabela 9), o  $F_{\text{calculado}}$  não foi significativo ( $p=0,515$ ) e o percentual de variação explicada pelo modelo foi baixo ( $R^2 \approx 35,77\%$ ), não possibilitando gerar um modelo e uma superfície de resposta para o processo.

Entretanto, pode-se indicar a condição do Ensaio 14, razão FAD.água<sup>-1</sup> (65 g.L<sup>-1</sup>), potência (350 W) e tempo (20 min), que apresentou 0,60 g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD. Este ensaio, apresentou melhor resultado em concentrações de carboidratos extraídos e um rendimento de 97,88%, nas condições estudadas, trabalhando com tempo razoavelmente curto e potência menor que o nível máximo estudado.

### 5.3 EXTRAÇÃO DE CARBOIDRATOS DO FARELO DE ARROZ DESERGORDURADO POR TRATAMENTO HIDROTÉRMICO

Foi realizado primeiramente um DCCR 2<sup>3</sup> para avaliar a influência de três variáveis na extração de carboidratos no tratamento hidrotérmico, posteriormente para a otimização da extração realizou-se um DCCR 2<sup>2</sup>.

#### 5.3.1 Primeiro Planejamento - (DCCR) 2<sup>3</sup>

Na Tabela 10 são apresentados os ensaios com os valores reais (entre parênteses) e codificados, e as respostas de carboidratos.

**Tabela 10 - Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2<sup>3</sup> com níveis reais e codificados das variáveis e resposta de carboidratos.**

Ensaio	x <sub>1</sub> <sup>a</sup>	x <sub>2</sub> <sup>b</sup>	x <sub>3</sub> <sup>c</sup>	y <sub>1</sub> <sup>d</sup>
1	-1 (100)	-1 (3,8)	-1 (20,12)	0,25 ± 0,020
2	+1 (200)	-1 (3,8)	-1 (20,12)	0,17 ± 0,003
3	-1 (100)	+1 (6,2)	-1 (20,12)	0,18 ± 0,001
4	+1 (200)	+1 (6,2)	-1 (20,12)	0,16 ± 0,006
5	-1 (100)	-1 (3,8)	+1 (49,88)	0,21 ± 0,008
6	+1 (200)	-1 (3,8)	+1 (49,88)	0,20 ± 0,002
7	-1 (100)	+1 (6,2)	+1 (49,88)	0,20 ± 0,006
8	+1 (200)	+1 (6,2)	+1 (49,88)	0,17 ± 0,006
9	-1,68 (66)	0 (5)	0 (35)	0,28 ± 0,108
10	+1,68 (234)	0 (5)	0 (35)	0,17 ± 0,005
11	0 (150)	-1,68 (3)	0 (35)	0,26 ± 0,007
12	0 (150)	+1,68 (7)	0 (35)	0,21 ± 0,002
13	0 (150)	0 (5)	-1,68 (10)	0,12 ± 0,002
14	0 (150)	0 (5)	+1,68 (60)	0,19 ± 0,003
15	0 (150)	0 (5)	0 (35)	0,18 ± 0,001
16	0 (150)	0 (5)	0 (35)	0,19 ± 0,003
17	0 (150)	0 (5)	0 (35)	0,20 ± 0,004

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>pH; <sup>c</sup>Tempo (min); <sup>d</sup> Carboidratos (%) (g de CHO.g<sup>-1</sup> de FAD) ± desvio padrão.

Fonte: Autoria própria

Pode-se observar na Tabela 10 que a concentração de carboidratos extraídos variou de 0,12 a 0,28 g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD, nos ensaios 13 (razão FAD. água<sup>-1</sup> em 150 g. L<sup>-1</sup>, pH 5, tempo de 10 min) e 9 (66 g.L<sup>-1</sup>, pH 5, tempo de 35 min), respectivamente. Os autores Kurdi e Hansawasdi (2015) descreveram que oligossacarídeos do farelo de arroz podem ser liberados facilmente em pH entre 4,0 e 7,0, podendo diminuir esta concentração quando em pH menor.

Realizando o tratamento dos resultados do DCCR, foi possível obter os coeficientes de regressão, apresentados na Tabela 11.

**Tabela 11 - Coeficientes de regressão para a resposta CHO (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) para o primeiro DCCR**

Fatores	Coef. De Regressão	Erro Padrão	t(7)	p-valor
Média	0,19	0,02	16,34	0,0000*
x <sub>1</sub> <sup>a</sup> (L)	-0,02	0,01	-4,17	0,0018*
x <sub>1</sub> <sup>a</sup> (Q)	0,00	0,01	1,43	0,1817
x <sub>2</sub> <sup>b</sup> (L)	-0,01	0,01	-2,87	0,0165*
x <sub>2</sub> <sup>b</sup> (Q)	0,01	0,01	1,99	0,0737
x <sub>3</sub> <sup>c</sup> (L)	0,00	0,01	1,76	0,1088
x <sub>3</sub> <sup>c</sup> (Q)	-0,01	0,01	-2,72	0,0214*

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>pH; <sup>c</sup>Tempo (min); L- termos lineares; Q- termos quadráticos; p-valor (p≤0,05).

Fonte: A autoria própria

A variável razão FAD.água<sup>-1</sup> e pH apresentaram efeitos significativos e negativos sobre a resposta estudada; o tempo apresentou efeito positivo dentro da faixa estudada, mas não foi significativo (p≤0,05) (Tabela 10), de modo que menores pH e concentrações de biomassa, dentro das faixas estudadas, levaram ao acréscimo da resposta.

Considerando-se os parâmetros significativos (p≤0,05) obteve-se a Equação 3, que representa o modelo quadrático da concentração de carboidratos em função das variáveis do segundo DCCR.

$$[CHO] \text{ (g de CHO. g}^{-1} \text{ de FAD)} = 0,21 - 0,02.x_1 - 0,01.x_2 - 0,02.x_3^2 \quad (3)$$

Para a (ANOVA) foi considerado os termos lineares da razão FAD. água<sup>-1</sup> e pH e o termo quadrático da variável tempo, os resultados estão apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - ANOVA do modelo quadrático para predição de CHO (g de CHO.g<sup>-1</sup> de FAD) do primeiro DCCR do Tratamento Hidrotérmico

ANOVA- TRATAMENTO HIDROTÉRMICO I						
Fonte de Variação	Caboidratos (g de CHO. g <sup>-1</sup> de FAD)					
	SQ <sub>a</sub>	GL <sub>b</sub>	MQ <sub>c</sub>	F Calc	F tabelado	p-valor
Regressão	0,017	3	0,006	9,682	3,411	0,001263
Resíduos	0,007	13	0,0006			
Total	0,024	16	0,002			

<sup>a</sup>Soma dos Quadrados; <sup>b</sup>graus de liberdade; <sup>c</sup>quadrados médios; p-valor (p≤0,05).  
R<sup>2</sup> ≈ 69,08%

Fonte: Autoria própria

Como F<sub>calculado</sub> para a regressão foi significativo (p=0,002) e o percentual de variação explicada pelo modelo foi adequado (R<sup>2</sup> ≈ 69,08%), foi possível gerar as superfícies de resposta e curvas de contorno, apresentadas nas Figuras 6, 7 e 8.

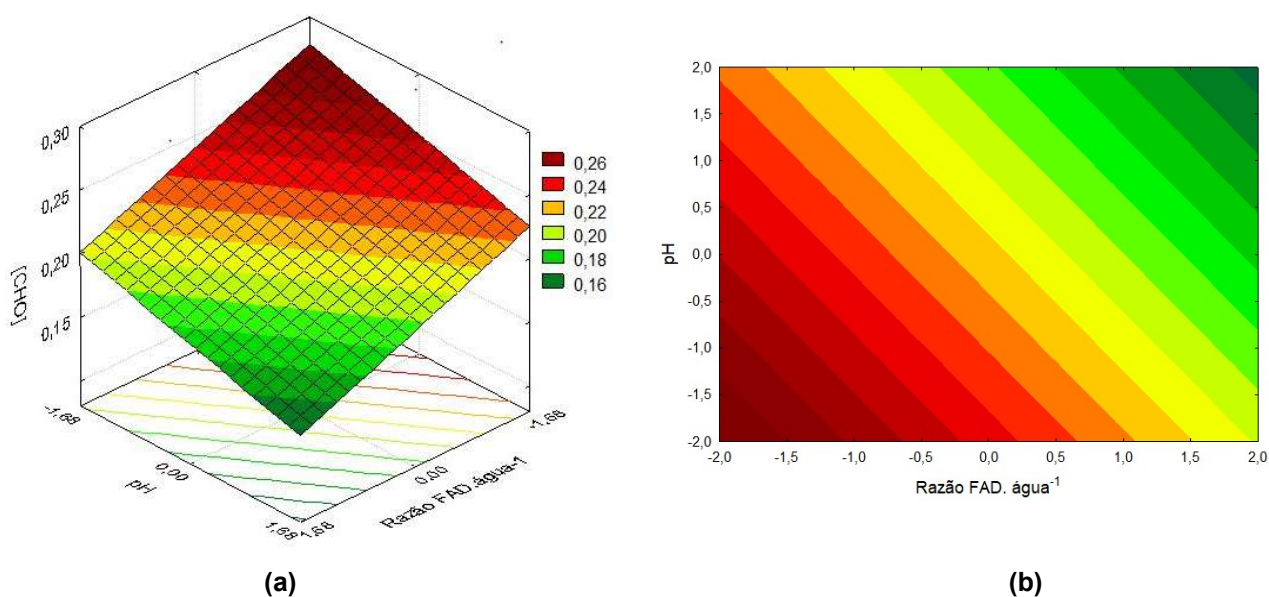
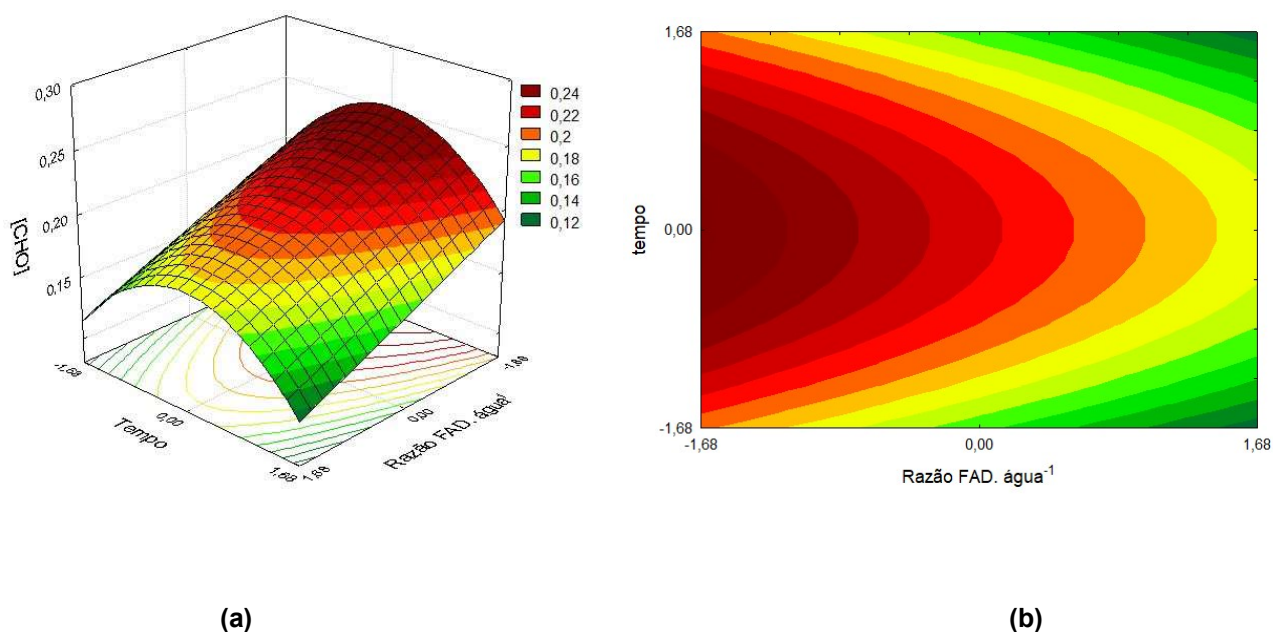


Figura 6 - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) razão FAD.água<sup>-1</sup> e pH.  
Nota: Razão FAD. água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>); pH; [CHO] (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD)  
Fonte: Autoria própria.

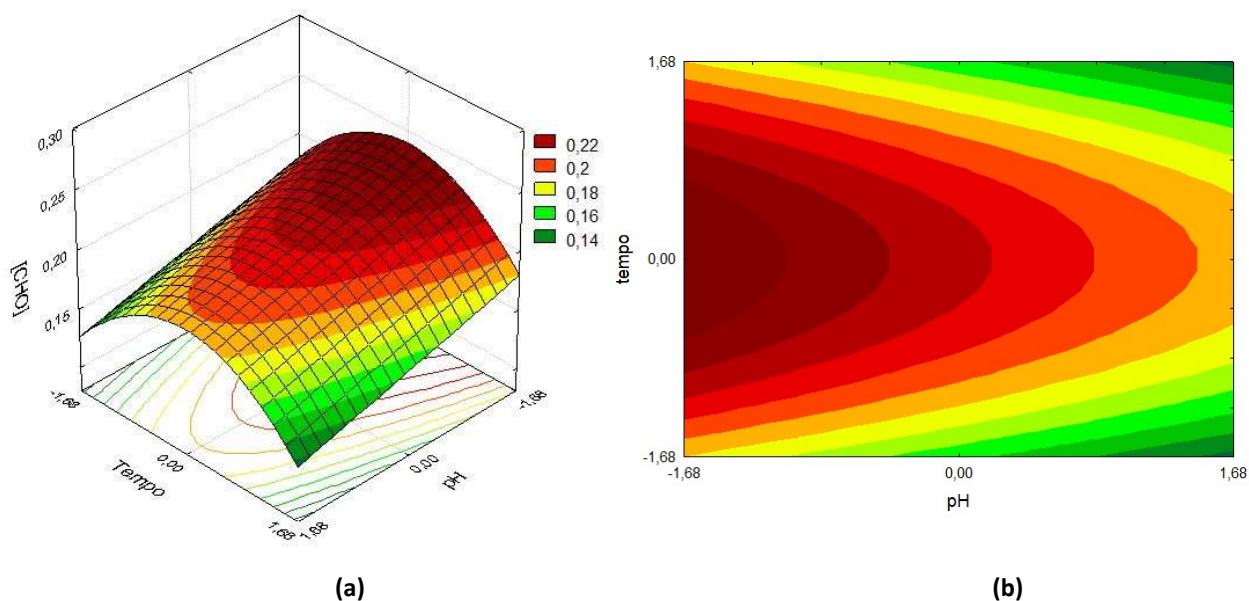
A superfície (a), Figura 1, indica que quando diminui a razão FAD. água<sup>-1</sup> e pH, ou seja, quando estas variáveis passam do nível superior para o inferior, aumenta a concentração de carboidratos extraídos.



**Figura 7 - Superfície de resposta (a) e diagrama de contorno (b) tempo e razão FAD. água<sup>-1</sup>.  
Nota: Razão FAD. água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>); Tempo (min); [CHO] (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD)  
Fonte: Autoria própria.**

A superfície (a), Figura 7, é a relação entre o tempo e a razão FAD. água<sup>-1</sup>, onde pode-se observar que quando a variável tempo se encontra no ponto central mostra uma região otimizada, assim como quando a razão FAD. água<sup>-1</sup> passa do nível superior para o inferior, aumentando as concentrações de carboidratos extraídos.





**Figura 8 - Superfície de resposta (a) e diagrama de contorno (b) tempo e pH.**  
**Nota: pH; Tempo (min); [CHO] (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD)**  
**Fonte: Autoria própria.**

A superfície (a), Figura 8, apresenta a relação entre o tempo e pH, observa-se que quando o pH diminui e a tempo está em seu ponto central (35 °C) aumenta a concentração de carboidratos na extração.

Com base nos resultados deste DCCR e avaliando as superfícies, foi proposto um novo planejamento em busca de otimizar o processo. Desta maneira, como se obteve uma região otimizada para o tempo, este foi fixado em 35 min, e a variável FAD.água<sup>-1</sup> teve os níveis alterados; como a análise de efeitos mostrou que menores concentrações de biomassa apresentam maiores rendimentos, estas variáveis foram redefinidas para a faixa de 40 a 100 g.L<sup>-1</sup>.

Em relação ao pH, optou-se por não alterar os níveis, tendo em vista que faixas menores de pH poderiam ocasionar degradação do material extraído e até mesmo extrair outros compostos, como no caso de algumas proteínas que são precipitadas a pH ácido (LUPATINI, 2016).

5.3.2 Segundo Planejamento - DCCR 2<sup>2</sup>

Na Tabela 13 está apresentada a matriz de ensaios com níveis reais e codificados das variáveis e respostas de carboidratos extraídos.

**Tabela 13 - Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2<sup>2</sup> para o tratamento hidrotérmico.**

Ensaio	x <sub>1</sub> <sup>a</sup>	x <sub>2</sub> <sup>b</sup>	y <sub>1</sub> <sup>c</sup>
1	-1 (48,73)	-1 (3,58)	0,25 ± 0,013
2	1 (91,27)	-1 (3,58)	0,25 ± 0,012
3	-1 (48,73)	1 (6,41)	0,13 ± 0,004
4	1 (91,27)	1 (6,41)	0,20 ± 0,010
5	-1,41 (40)	0 (5)	0,21 ± 0,050
6	1,41 (100)	0 (5)	0,17 ± 0,003
7	0 (70)	-1,41 (3)	0,27 ± 0,014
8	0 (70)	1,41 (7)	0,20 ± 0,023
9	0 (70)	0 (5)	0,14 ± 0,003
10	0 (70)	0 (5)	0,16 ± 0,018
11	0 (70)	0 (5)	0,17 ± 0,015

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD. água<sup>-1</sup> (g L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>pH; <sup>c</sup>Resposta em carboidratos (g de CHO .g<sup>-1</sup> de FAD) ± desvio padrão.

Fonte: Autoria própria.

Observa-se que os rendimentos variaram de 0,13 a 0,27 (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) ensaios 3 (com razão FAD. água<sup>-1</sup> de 48,73 g.L<sup>-1</sup> e pH 6,41) e 7 (com razão FAD. água<sup>-1</sup> de 70 g.L<sup>-1</sup> e pH 3), respectivamente. Comparando com o primeiro planejamento observa-se que não houve acréscimo em relação a concentração de carboidratos extraídos.

Os termos (lineares e quadráticos) das variáveis razão FAD. água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>) e pH, não foram significativos (p≤0,05) (Tabela 14) para extração de carboidratos nas condições estudadas no planejamento Tabela 13.

**Tabela 14 - Coeficientes de regressão para a resposta CHO (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) para o segundo DCCR**

Tratamento Hidrotérmico II				
Fatores	Coef. De Regressão	Erro Padrão	t(6)	p-valor
Média	0,15	0,02	7,57	0,0002
x <sub>1</sub> <sup>a</sup> (L)	0,00	0,01	0,16	0,8737
x <sub>1</sub> <sup>a</sup> (Q)	0,01	0,01	1,28	0,2455
x <sub>2</sub> <sup>b</sup> (L)	-0,02	0,01	-1,61	0,1582
x <sub>2</sub> <sup>b</sup> (Q)	0,02	0,01	1,40	0,2088

Nota: <sup>a</sup>Razão FAD água (g L<sup>-1</sup>); <sup>b</sup>pH; L- termos lineares; Q- termos quadráticos; p-valor (p≤0,05).

Fonte: Aatoria própria

Para a Análise de Variância (ANOVA) foram considerados os termos lineares e quadráticos da razão FAD. água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>), pH, os resultados são apresentados na Tabela 15.

**Tabela 15 - ANOVA do modelo quadrático para predição de CHO (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) do segundo DCCR do Tratamento Hidrotérmico.**

Fonte de Variação	Caboidratos (g de CHO. g <sup>-1</sup> de FAD)					p-valor
	SQa	GLb	MQc	F Calc	F tabelado	
Regressão	0,007	4,000	0,002	1,360	4,534	0,350089
Resíduos	0,007913	6	0,00132			
Total	0,015088	10	0,002			

<sup>a</sup>Soma dos Quadrados; <sup>b</sup>graus de liberdade; <sup>c</sup>Quadrados Médios; p-valor (p≤0,05).

R<sup>2</sup> ≈ 47,55 %

Fonte: Aatoria própria.

Mesmo aumentando o rendimento de CHOs extraídos, realizando a análise de variância (ANOVA), o F<sub>calculado</sub> não foi significativo (p=0515) e o percentual de variação explicada pelo modelo foi (R<sup>2</sup> ≈ 35,77%), não possibilitando gerar um modelo e uma superfície de resposta para o processo.

### 5.3.2.1 Validação das condições otimizadas de extração por tratamento hidrotérmico

A validação das melhores condições de processo, definidas a partir dos planejamentos realizados para a extração de carboidratos do farelo de arroz foi realizada em triplicata (Tabela 16). A razão FAD.água<sup>-1</sup> (g.L<sup>-1</sup>) foi fixada em 100 g.L<sup>-1</sup> e o pH em 6, por ser o pH mais próximo da suspensão. Segundo Kurdi; Hansawasdi (2015) que realizou a extração de oligossacarídeos de misturas de farelo de arroz e mandioca, oligossacarídeos podem ser liberados em todos os pHs, porém o autor apresenta que a eficiência é baixa em pH 4.

Kurdi e Hansawasdi (2015) trabalharam com tempo de 30 min de extração, apresentando resultados de di e trissacarídeos presentes no extrato. Tendo em vista os resultados obtidos pelo autor citado acima e avaliando a superfície de resposta é possível observar que no tempo de 35 min a resposta de CHO aumenta significativamente, portanto, o tempo foi fixado em 35 min para o processo de validação.

**Tabela 16 - Triplicata dos ensaios de validação do tratamento hidrotérmico**

Ensaio	CHO Totais [g de CHO. g <sup>-1</sup> de FAD]
1	0,46 ± 0,01
2	0,48 ± 0,03
3	0,46 ± 0,02

Fonte: Autoria própria

Os resultados podem ser comparados com os de Sunphorka et al. (2012) sendo que os autores realizaram extração de açúcares e proteínas do farelo de arroz desengordurado, obtendo uma concentração de açúcares em torno de 0,40 g.g<sup>-1</sup> de farelo, nas condições de temperatura de 200 °C, tempo de 79 min e pressão de 7 MPa). As condições utilizadas nesse trabalho foram mais amenas, temperatura de 121,1°C, tempo de 35 min e 1 atm, com resultados superiores 0,46 (g de CHO. g<sup>-1</sup> de FAD) aos obtidos por Sunphorka et al. (2012), com rendimento máximo de 75,04% de carboidratos extraídos.

#### 5.4 COMPARAÇÃO ENTRE OS DOIS MÉTODOS DE EXTRAÇÃO POR SONDA ULTRASSÔNICA E TRATAMENTO HIDROTÉRMICO

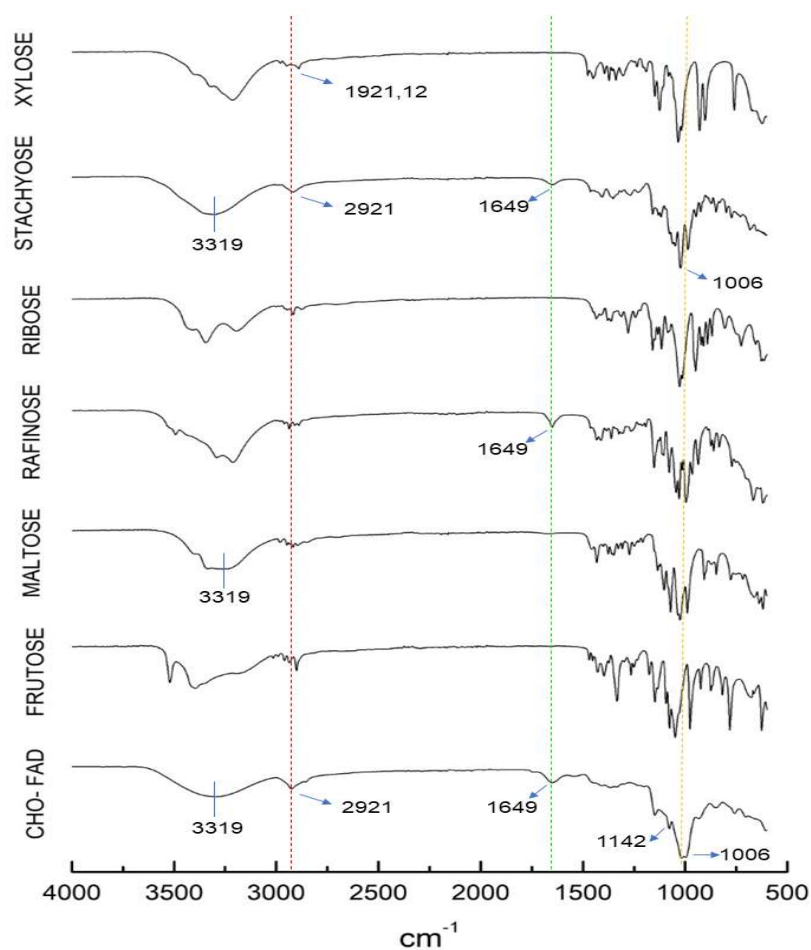
No rendimento dos tratamentos realizados para a extração dos carboidratos, verificou-se que foi possível a obtenção de maiores concentrações com o tratamento ultrassônico, apresentando um rendimento global de 97,87% em relação ao teor de carboidratos totais (61,3%) presentes no FAD. A extração conduzida por tratamento hidrotérmico apresentou rendimento inferior, sendo de 78,30% de carboidratos extraídos.

Outros autores encontraram rendimentos próximos ao obtido quando realizaram tratamentos com sonda ultrassônica, como Wang e Wang (2004) que realizaram extração de amido da farinha de arroz, obtendo um rendimento entre 79,8 a 86,7%. Já Yongjiang et al. (2009) realizaram extração de polissacarídeos de *Poria cocos* com o uso de NaOH e auxílio de ultrassom obtendo rendimentos de 82,3%.

#### 5.5 IDENTIFICAÇÃO DE GRUPOS FUNCIONAIS POR ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Quando se avalia uma amostra por FTIR pode-se obter os estiramentos e deformações da molécula em estudo, que no caso, são ligações ao longo da cadeia de polissacarídeos que pode ser analisada de forma qualitativa (FREITAS, 2010). Neste trabalho, foi avaliado os carboidratos extraídos do FAD e equiparados com outros carboidratos conhecidos, como xilose, estaquiose, ribose, rafinose, maltose e frutose.

Na Figura 4 são apresentados os espectros padrões de FTIR de monossacarídeos, dissacarídeos e oligossacarídeos, para avaliação em relação a amostra de carboidratos do FAD, extraídos por tratamento hidrotérmico.



**Figura 9 - Espectros do FTIR de oligossacarídeos, di - monossacarídeos e carboidratos do FAD.**  
**Fonte: Autoria própria.**

Nota-se uma banda à  $3319\text{ cm}^{-1}$  que pode ser atribuída a um estiramento vibracional do grupo O-H de água e álcoois, observa-se uma simetria neste comprimento de onda com os padrões de maltose e estaquiose, correspondente ao mesmo grupo funcional. Santos e Morais (2015) analisaram a casca de laranja seca por FTIR e encontraram uma extensa absorção no comprimento de onda  $3436\text{ cm}^{-1}$  correspondente a vibrações de alongamentos de grupos O-H à interação inter e intramolecular da ligação de H dos compostos poliméricos, associações macromoleculares, tais como álcoois, fenóis e ácidos carboxílicos, como também em pectina, celulose e lignina, mostrando a presença de grupos hidróxidos livres.

Observa-se, na região de comprimento de onda  $2921\text{ cm}^{-1}$  uma banda característica de um estiramento de vibrações simétricas e assimétricas de

grupos C-H, metilas e metilenos. Ao mesmo, verifica-se uma simetria com os demais açúcares analisados. Periotto (2012) atribui esse comportamento a vibrações de carbonos primários e secundários, que geralmente possuem um comprimento de onda entre 2960 a 2850  $\text{cm}^{-1}$ . No entanto, Nor et al. (2017) apresentaram vibrações de C-H com absorção em 1400,9 e 1466,2  $\text{cm}^{-1}$  quando avaliado polissacarídeos extraídos de coco seco, porém característicos de uma deformação vibracional. Todavia, quando ocorre alongamento na cadeia de hidrocarbonetos com átomos de carbono estruturais em cadeias abertas e fechadas observa-se C-H a um comprimento de onda de 2927  $\text{cm}^{-1}$  (SANTOS e MORAIS, 2015).

No comprimento de onda de 1649  $\text{cm}^{-1}$  pode ser atribuído ao estiramento vibracional de C=O correspondente a ligação forte de carbonilas, o mesmo estiramento e comprimento de onda, pode ser observado nas amostras de estaquiouse e rafinose. Tavares et al. (2011) analisou mucilagem de inhame liofilizado por FTIR e observou as mesmas características de C=O, no comprimento de onda 1680 a 1630  $\text{cm}^{-1}$ . Entretanto, Nor et al. (2017) em sua pesquisa obteve deformações vibracionais de C=O em uma absorção de 1747,3  $\text{cm}^{-1}$ , caracterizando como possível presença de ésteres.

No comprimento de onda de 1.006  $\text{cm}^{-1}$ , verificou-se largo estiramento característico de vibrações C-O, geralmente estas bandas possuem vibrações em absorções de 900 a 1300  $\text{cm}^{-1}$ , características de álcoois (TAVARES et al., 2011). Vibrações com deformação angular na absorção de 1029  $\text{cm}^{-1}$  foram observadas por Freitas (2010), sendo característica de estiramento de ligações de C-O, podendo ser atribuído a presença de álcoois.

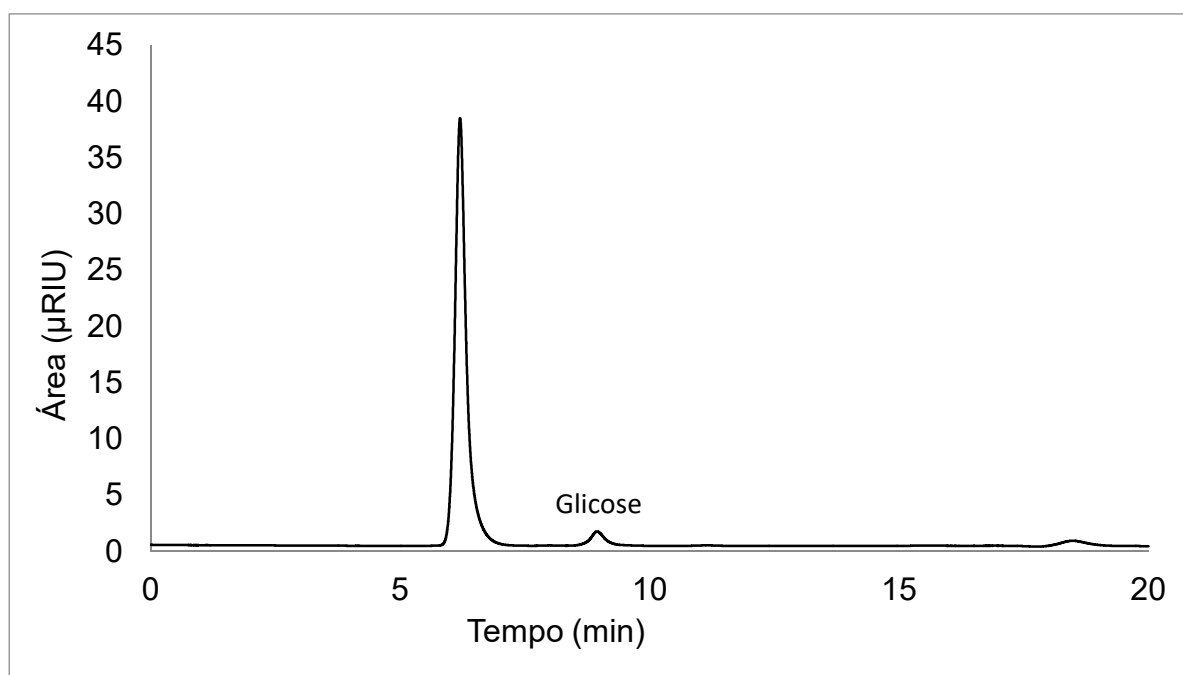
Na amostra avaliada percebe-se simetrias em relação aos CHOs do FAD, pode-se dizer que é um indício da presença destes mono, di e oligossacarídeos, não podendo afirmar a presença deles.

Nos comprimentos de onda de 1640  $\text{cm}^{-1}$  característico de amida I e 1530  $\text{cm}^{-1}$  amida II, que indicam a presença de proteínas Nor et al. (2017). Neste trabalho não foram observados esses picos, no entanto, pode ocorrer deslocamentos e o pico de 1649  $\text{cm}^{-1}$ , ainda pode ser resultante de amidas, podendo ser característica de impurezas do processo.

## 5.6 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE CARBOIDRATOS POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ULTRA- ALTA EFICIÊNCIA (UHPLC)

Para análise cromatográfica a amostra foi inicialmente hidrolisada. É possível verificar que o principal monossacarídeo existente era a glicose (Figura 10). Bai et al. (2015) determinou oligossacarídeos e monossacarídeos em vinho de arroz por cromatografia e identificou que os teores de glicose eram superiores aos demais carboidratos, com o método utilizado foi possível determinar monossacarídeos e oligossacarídeos na faixa de 0,27 a 0,87 mg.L<sup>-1</sup>.

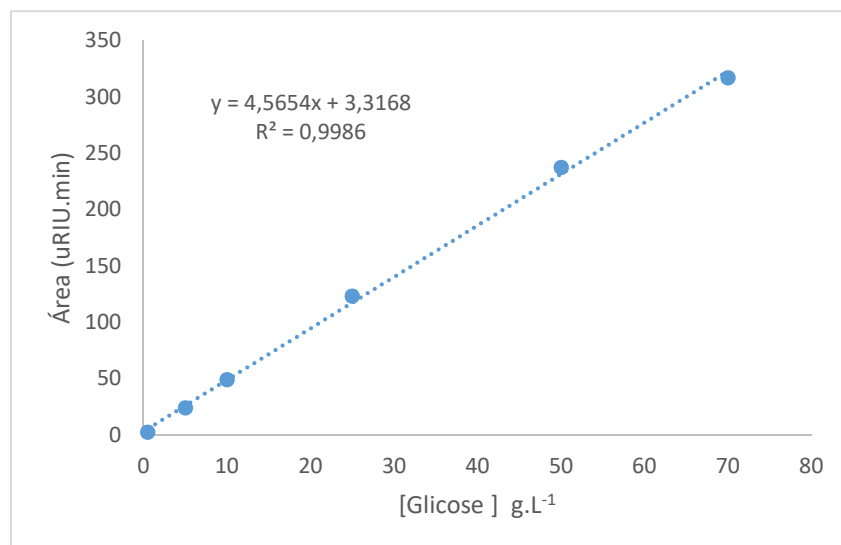
Através do cromatograma (Figura 10), pode-se verificar que o tempo de retenção da glicose foi de aproximadamente 8,9 minutos, e quanto maior a área do pico, maior a concentração de glicose, ou seja, maior a intensidade do sinal.



**Figura 10 - Cromatograma obtido a partir dos carboidratos hidrolisados extraídos do FAD. Fonte: Autoria própria.**

A concentração de glicose presente na amostra, foi calculada pela equação da reta da curva padrão de glicose (Figura 11), na qual y representa a área do pico e x representa as concentrações de glicose. As áreas dos picos foram integradas no cromatógrafo e posteriormente determinado o teor de glicose na amostra.

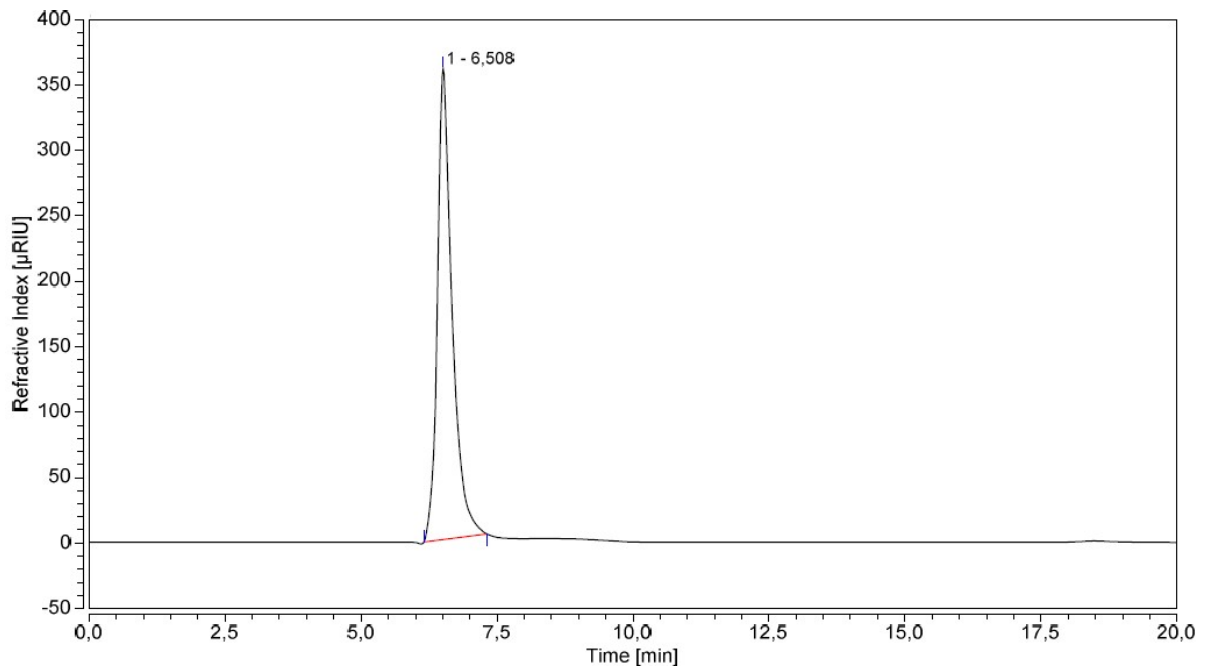




**Figura 11 - Curva padrão de glicose**  
**Fonte: Autoria própria.**

Com o método utilizado foi possível quantificar apenas a glicose, com teor de  $0,5 \pm 0,06$  (g de glicose. g<sup>-1</sup> de CHO). Kurdi e Hansawasdi (2014) identificaram carboidratos de mistura de farelo de arroz e mandioca, no método que os autores utilizaram identificaram outros carboidratos, como galactose, arabinose e manose, no qual não foi identificado na amostra.

Na figura 12, é apresentado o cromatograma padrão da estaquiase, cujo tempo de retenção é de 6,51 min, que coincide com o tempo de retenção do maior pico observado no cromatograma dos carboidratos hidrolisados do FAD (Figura 10). Porém, este pico é maior que o de glicose, apresentando uma área de 214,42 uRIU. Min, comportamento que não era esperado uma vez que o componente majoritário do farelo de arroz é o amido (72 a 82%) (WALTER; MARCHEZANLL; AVILALL, 2008). No entanto, pode-se dizer, qualitativamente, que o oligossacarídeo estaquiase está presente no hidrolisado dos carboidratos do FAD.



**Figura 12 - Cromatograma padrão de estaquiose**  
**Fonte: Autoria própria.**

Foi obtido o cromatograma de estaquiose (Figura 12), no entanto, não foi possível quantificar. Outro ponto a ser analisado são os efeitos do fluxo da fase móvel, que este pode ser um determinante para verificar a presença de outros carboidratos. A concentração da amostra analisada também pode ser um outro fator que limita os picos serem apresentados no cromatograma (WEI; DING, 2000).

## 6 CONCLUSÕES

No estudo sobre comparação entre métodos físicos de extração por sonda ultrassônica e tratamento hidrotérmico de carboidratos do FAD, o tratamento ultrassônico se demonstrou mais eficiente no rendimento (97,87%) de carboidratos extraídos. Com a aplicação do planejamento experimental foi possível observar que a potência exerce influência no rendimento da extração de CHO. É importante considerar que o método é rápido para a extração (20 min), não necessita de solventes orgânicos e que os resíduos de extração não necessitam de tratamentos.

No entanto, o tratamento hidrotérmico também apresentou bom rendimento (75,04%), porém, é um tratamento mais demorado. Contudo, no planejamento 2<sup>3</sup> foi possível obter um modelo para o processo de extração e com isso é possível acompanhar a resposta em função dos parâmetros avaliados em outras condições.

Em relação aos rendimentos concentração de carboidratos obtidos nos processos de extração, o método ultrassônico (60%) mostrou-se mais eficiente em comparação ao tratamento hidrotérmico (46%).

Na caracterização dos carboidratos por FTIR, em análise aos grupos funcionais do FAD e da estaquiose, conclui-se que pode haver presença de estaquiose no farelo de arroz. Porém avaliando os carboidratos hidrolisados, em UHPLC não foi possível determinar a concentração presente no farelo, apenas concentrações significativas de glicose 0,5 (g de glicose. g<sup>-1</sup>de CHO).

Por fim, para trabalho posteriores, sugere-se a avaliação destes carboidratos como potenciais prebióticos e a validação de métodos de identificação e quantificação de oligossacarídeos por UHPLC, testando diferentes fluxos de fase móvel, tempo de retenção e concentrações de CHO de maneira que se possa detectar os oligossacarídeos presentes no FAD com mais exatidão.

## REFERÊNCIAS

AOAC. Association of Official Analytical Chemists **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists (A.O.A.C)**, 17th ed. 2000

AOAC. Association of official analytical chemists. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists** (method 991.20). Arlington:A.O.A.C., 1995, chapter 33. p. 10-12.

ASTM – American Society for Testing Materials. **ASTM E1758-01 - Standard Test Method for Determination of Carbohydrates in Biomass by High Performance Liquid Chromatography**. In: Annual Book of ASTM, 2007.

BALTHAZAR, C.f. et al. Assessing the effects of different prebiotic dietary oligosaccharides in sheep milk ice cream. **Food Research International**, v. 91, p.38-46, jan. 2017. Elsevier BV.

BAI, et al., Determination of oligosaccharides and monosaccharides in Hakka rice wine by precolumn derivation high-performance liquid chromatography. 2015. **Food and Drug Administration**, Taiwan. Elsevier.

BERNARDO, C. O; ASCHERI, J.L.R; CARVALHO, C.W.P. **Efeito do ultrassom na extração e modificação de amidos**. **Ciência Rural**, v. 46, n. 4, p.739-746, abr. 2016. FapUNIFESP

CHAMPAGNE, E.T. **Arroz: Química e tecnologia**. (2004). Departamento de Agricultura dos EUA, Serviço de Pesquisa Agrícola, Centro de Pesquisa Regional do Sul, Nova Orleans, Louisiana. ISBN: 978-1-891127-34-2

CHAUD, L.C.S; ARRUDA, P.V; FELIPE, M.G.A. **Potential of rice bran for use in bioprocesses**. *Nucleus*, [s.l.], v. 6, n. 2, p.33-46, Oct. 26. 2009. Educational Foundation of Ituverava.

CHEMAT, F; ZILL-E-HUMA; KHAN, M. K. Applications of ultrasound in food technology: Processing, preservation and extraction. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 18, n. 4, p.813-835, jul. 2011. Elsevier BV.

CHEN, et al., Optimization of ultrasonic-assisted extraction of water-soluble polysaccharides from *Boletus edulis* mycelia using response surface methodology. **Carbohydrate Polymers**, 87 (2012) 614– 619

DALAGNOL, L.M.G. **Avaliação do uso do ultrassom na extração do mosto da uva cabernet sauvignon e na atividade enzimática.** Dissertação. UFRGS, Porto Alegre, 2017.

DILWORTH, L.I.; RILEY, C.k.; STENNETT, D.k. **Plant Constituents. Pharmacognosy**, S.I, p. 61-80, 2017. Elsevier.

FARIA, S.A. **Caracterização de Farelo de Arroz irrigado e de sequeiro submetido a diferentes técnicas de estabilização.** Dissertação. Faculdade de Ciências Farmacêuticas. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos. São Paulo, 2008.

FILARDI, R. S. et al. Utilização do Farelo de arroz em rações para poedeira comerciais formuladas com base em aminoácidos totais e digestíveis. **Ciência Animal Brasileira**, v.8, n. 3, p. 397 – 405, 2007

FREEMAN, D.W. Use of by-product and nontraditional feeds for horses. 2006. Disponível em: <http://osuextra.okstate.edu/pdfs/F-3923web.pdf>. Acesso em 20 de outubro de 2018.

FREITAS, D. M. **Extração de polissacarídeos do caroço de açaí.** (2010). 81 f. Dissertação - São Carlos. UFSCar, Programa de pós – graduação em biotecnologia. 2010

Fumacense Alimentos, **Arroz Branco**. Disponível em < <http://www.fumacensealimentos.com.br/index.php?id=arroz> > acesso em 01 de out de 2017

GIESE, E. C., et al. Produção, propriedades e aplicações de oligossacarídeos. Semina: **Ciências Agrárias**, Londrina, v. 32, n. 2, p. 683-700, abr/jun. 2011

GÍRIO, F.M. et al. Hemicelluloses for fuel ethanol: A review. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 13, p.4775-4800, jul. 2010. Elsevier BV.

IBGE. Instituto Brasileiro de Estatística e Geografia. (2017). **Estatística da Produção Agrícola**. Disponível em: <https://sidra.ibge.gov.br/home/lspa/brasil>. acesso em 01 de out. de 2017.

IPEA. Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada. (2012). **Diagnóstico dos Resíduos Sólidos Urbanos**. Relatório de Pesquisa, 82.

KAWISK, L.V. **Avaliação de estratégias de estabilização oxidativa de farelo de arroz integral.** (2015). 93 f. Programa de pós graduação em tecnologia em alimentos, UFSM, Centro de ciências rurais, 2015

KURDI, P; HANSAWASDI, C. Assessment of the prebiotic potential of oligosaccharide mixtures from rice bran and cassava pulp. **Food Science And Technology**, v. 63, n. 2, p.1288-1293, out. 2015. Elsevier BV

Lacerda, D.B.C.L, et al. Qualidade de farelos de arroz cru, extrusado e parboilizado. **Pesq. Agropec.**, Goiânia, v.40, n 4, p. 521-530, out/dez.2010

LEARDKAMOLKARN, V. et al. Chemopreventive properties of the bran extracted from a newly developed thai rice: The Riceberry. **Food Chemistry**, , v. 125, n. 3, p.978-985, abr. 2011. Elsevier BV.

LORENZETT, D. B; NEUHAUS, M; SCHWAB, N.T. Gestão de resíduos e a indústria de beneficiamento de arroz. **Revista Gestão Industrial**. V. 8, n.01, p. 219-232, 2012

LUPATINI, A. L. **Extração de proteínas e carboidratos da biomassa de *spirulina platensis* e caracterização da fração proteica**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. Medianeira, 2016.

MACHADO, et al., Prebiotic oligosaccharides from artichoke industrial waste: evaluation of different extraction methods. *Industrial Crops and Products* 76 (2015) 141–148

MARAGNO, V.P; KUHN, R.C. Estabilidade do Farelo de Arroz Sob Diferentes Tratamentos: Micro-ondas, Peletização e Desengorduramento. UNOPAR Científica, **Ciências Biológicas e da Saúde**. 2013. pág. 47-53.

MCCLEMENTS, D.J. Advances in the application of ultrasound in food analysis and processing. **Trends In Food Science & Technology**, , v. 6, n. 9, p.293-299, set. 1995. Elsevier BV.

MELO et al., Composição fenólica e atividade antioxidante de resíduos agroindustriais. **Ciência Rural**, v. 41, n 6, p. 1088 – 1093, 2011.

NOR, N.M. et al. Defatted coconut residue crude polysaccharides as potential prebiotics: study of their effects on proliferation and acidifying activity of probiotics in vitro. **Journal Of Food Science And Technology**, , v. 54, n. 1, p.164-173, 2017. Springer Nature.

OSBORNE, D. R; VOOG, P. **Analisis de nutrientes de los alimentos**. Zaragoza: Acribia, 1986.

PERIOTTO, D. **Tabela de Valores de Absorção no Espectro de Infravermelho para compostos**. UFSCar, 2012. Disponível em < [https://pt.slideshare.net/periotto/tabela-de-valores-de-absoro-no-espectro-de-infravermelho-para-compostos-orgnicos?qid=049df84c-dce6-4992-ac2e-8909634c8607&v=&b=&from\\_search=1](https://pt.slideshare.net/periotto/tabela-de-valores-de-absoro-no-espectro-de-infravermelho-para-compostos-orgnicos?qid=049df84c-dce6-4992-ac2e-8909634c8607&v=&b=&from_search=1) > acesso em 18 de outubro de 2018.

PIOTROWICZ, I.B.B; SALAS-MELLADO, M.M. Protein concentrates from defatted rice bran: preparation and characterization. **Food Science and Technology**, Campinas, pág: 165-172. 2017

RAFE, A; MOUSAVI, S. S.; SHAHIDI, S-A. Dynamic rheological behavior of rice bran protein (RBP): Effects of concentration and temperature. **Journal Of Cereal Science**, , v. 60, n. 3, p.514-519, nov. 2014. Elsevier BV..

RAFE, A; SADEGHIAN, A; HOSEINI-YAZDJ, S.Z. Physicochemical, functional, and nutritional characteristics of stabilized rice bran form tarom cultivar. **Food Science & Nutrition**. 2017;5:407–414

SANTOS, C.M; MORAIS; L. C. Parâmetros termodinâmicos da casca de laranja desidratada. **Química Nova**, Vol. 38, No. 4, 488-492, 2015

SANTOS, et al. Otimização do pré-tratamento hidrotérmico da palha de cana-de-açúcar visando à produção de etanol celulósico. **Química Nova**, Vol. 37, N°. 1, 56-62, 2014

SAITO, I.M **Produção de hidrolisados e fibras a partir de resíduo da industrialização da mandioca submetido a pré- Tratamento hidrotérmico**. (2005). 97 p. Tese Faculdade de ciências agrônômicas, Botucatu, SP. 2005

SEIBEL, J; BUCHHOLZ, K. Tools in Oligosaccharide Synthesis. **Advances In Carbohydrate Chemistry And Biochemistry**, [s.l.], p.101-138, 2010. Elsevier.

SILVA; C.C.F et al.; **Caracterização química de farelo de arroz *in natura* e extrusado**. Mestrado. 2010. Disponível em < <http://www.sbpnet.org.br/livro/63ra/conpeex/mestrado/trabalhos-mestrado/mestrado-celia-caroline.pdf> > acesso em 15 agosto de 2017.

SINISTERRA, J.V. Application of ultrasound to biotechnology: an overview. **Ultrasonics**,v. 30, n. 3, p.180-185, jan. 1992. Elsevier BV.

SOUZA, R.B.A. **Estudo do pré-tratamento hidrotérmico e hidrólise enzimática da palha de cana-de-açúcar**. Dissertação. UFSCar. São Carlos, 2016.

SUNPHORKA, S. ; CHAVASIRI, W.; OSHIMA, Y.; NGAMPRASERTSITH, S. (2012) "Protein and Sugar Extraction from Rice Bran and De-Oiled Rice Bran using Subcritical Water in a Semi-Continuous Reactor: Optimization by Response Surface Methodology," *International Journal of Food Engineering*: Vol. 8: Iss. 3, Article 26. DOI: 10.1515/1556-3758.2262

SUSLICK K, et al. Acoustic cavitation and its chemical consequences. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 357, edição 1751 (1999) pp. 335-353

TOMÉ, J.A.T.R; **Desenvolvimento do pré-tratamento por explosão com vapor da palha de cana-de-açúcar para produção de etanol de segunda geração via hidrólise enzimática**. Dissertação. UNICAMP. Faculdade de Engenharia Química. Campinas. 2014

TAVARES, et al. Caracterização físico-química da mucilagem de inhame liofilizada. **Ciência Agrotec.**, Lavras, v. 35, n. 5, p. 973 -979, set./out., 2011

WALTER, M; MARCHEZANII, E. AVILAI, L, A. Arroz: composição e características nutricionais. alter et al. **Ciência Rural**, v.38, n.4, jul, 2008. *Ciência Rural*, Santa Maria, v.38, n.4, p.1184-1192, jul, 2008

WANG, L; WANG, Y. Rice starch isolation by neutral protease and high-intensity ultrasound. **Journal of Cereal Science**. (2004) 291–296. Elsevier.

WANG, L.; WELLER, C. L. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. **Trends In Food Science & Technology**, , v. 17, n. 6, p.300-312, jun. 2006. Elsevier BV.

WEI, Y; DING, M, Analysis of carbohydrates in drinks by high-performance liquid chromatography with a dynamically modified amino column and evaporative light scattering detection. **Journal of Chromatography A**, 904 (2000) 113–117. Elsevier

ZHAO, et al. Ultrasound assisted extraction of carbohydrates from microalgae as feedstock for yeast fermentation. **Bioresource Technology**, [s.l.], v. 128, p.337-344, jan. 2013. Elsevier.

ZHAO, et al. Functional properties, structural studies and chemo-enzymatic synthesis of oligosaccharides. *Trends in Food Science & Technology* 66 (2017) 135 e 145



ZHU, et al. Kinetics of Degradation of Lycium Barbarum polysaccharide by Ultrasonication. **Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics**, Vol. 48, 509–513 (2010) VC 2010 Wiley Periodicals, Inc.

YAN et al., Ultrasound synergized with three-phase partitioning for extraction and separation of Corbicula fluminea polysaccharides and possible relevant Mechanisms. **Ultrasonics Sonochemistry**. Volume 40, Part A, January 2018, Pages 128-134. Elsevier.

YANG, ET AL., Effects of ultrasonic extraction on the physical and chemical properties of polysaccharides from longan fruit pericarp. **Polymer degradation and stability**. Vol. 93, 2008, pág. 268-272

YONGJIANG,W; ZHONG, C; JIANWEI, M; MINGER, F; XUEQIAN, W. Optimization of ultrasonic-assisted extraction process of Poria cocos polysaccharides by response surface methodology. **Carbohydrate Polymers** 77 (2009) 713–717. Elsevier.