

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU*
MESTRADO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

VICTORIA FERNANDA JIMENEZ SANDOVAL

AVALIAÇÃO DA PRESENÇA DE COMPOSTOS GERADORES DE AMARGOR E
ESTRATÉGIAS PARA SUA REDUÇÃO EM SUCO DE PONKAN

PONTA GROSSA

2025

VICTORIA FERNANDA JIMENEZ SANDOVAL

AVALIAÇÃO DA PRESENÇA DE COMPOSTOS GERADORES DE AMARGOR E
ESTRATÉGIAS PARA SUA REDUÇÃO EM SUCO DE PONKAN

Tese de Mestrado apresentada como requisito para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos, no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientadora: Prof. Dr. Alessandro Nogueira

PONTA GROSSA

2025

J61 Jimenez Sandoval, Victoria Fernanda
Avaliação da presença de compostos geradores de amargor e estratégias para sua redução em suco de ponkan / Victoria Fernanda Jimenez Sandoval. Ponta Grossa, 2025.
91 f.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Área de Concentração: Ciências e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Nogueira.

1. Tangerina. 2. Limonina. 3. Naringina. 4. Florisil. 5. Crioconcentração. I. Nogueira, Alessandro. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ciências e Tecnologia de Alimentos. III.T.

CDD: 664

TERMO DE APROVAÇÃO

VICTÓRIA FERNANDA JIMENEZ SANDOVAL

“Avaliação da presença de compostos geradores de amargor e estratégias para sua redução em suco de Ponkan”

Dissertação aprovada como requisito para obtenção do grau de Mestre(a) no Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora:

Orientador:

Documento assinado digitalmente
 **ALESSANDRO NOGUEIRA**
Data: 07/05/2025 14:21:49 -0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Alessandro Nogueira - UEPG-PR - Presidente



Prof. Dr. Eduardo Reynaldo Morales Soriano - UNALM-Peru - Membro Titular Externo

Documento assinado digitalmente
 **ALINE ALBERTI**
Data: 05/05/2025 16:05:00 -0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Aline Alberti – UEPG-PR - Membro Titular Interno

IVO MOTTIN
DEMIATE:56213840915

Assinado de forma digital por IVO
MOTTIN DEMIATE:56213840915
Dados: 2025.05.06 18:33:16 -03'00'

Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate – UEPG-PR - Membro Titular Interno

Ponta Grossa, 29 de abril de 2025.

Dedico este trabalho aos meus pais, Fernando Jimenez e Martha Sandoval por seu apoio incondicional, pelos conselhos sempre tão sábios e por cuidar de mim, mesmo à distância.

Esta conquista também é de vocês.

Às minhas irmãs, Martha, Nadia e Solange por serem minhas melhores amigas, companheiras da vida, pelas conversas acolhedoras e por sempre me incentivarem a seguir em frente.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por guiar meus passos, conceder-me sabedoria para superar os desafios desta caminhada e conduzir-me até a concretização desta conquista.

À minha família, que apesar da distância me apoiaram em todo momento durante este percurso acadêmico. Tudo o que realizei carrega o reflexo do amor e da força que recebi de vocês.

Ao professor Alessandro Nogueira, meu orientador, pela confiança depositada para a realização deste trabalho e pela contribuição com seus conhecimentos.

À professora Aline Alberti pelas sugestões, ideias, ensinamentos para a construção deste trabalho. Ao professor Ivo Demiate pelas contribuições durante a participação nas bancas desde o projeto até a defesa final.

Aos estimados colegas do GTM (Grupo de Trabalho sobre a Maçã), que com suas contribuições colaboraram para a elaboração desse estudo.

Ao meu namorado Vinicius pelo carinho, apoio e interesse demonstrado na minha pesquisa, que tornaram meu cotidiano mais leve e agradável.

À Eliane do Rocio Simão, pela gentileza e paciência ao me orientar nos diversos trâmites administrativos, e pelas dicas e conversas que tanto contribuíram para minha adaptação.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa e ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, pela infraestrutura no decorrer da pesquisa, e a todo o seu corpo docente.

Ao GCUB (Grupo de Cooperação Internacional de Universidades Brasileiras) e CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela bolsa de estudo concedida.

A todos que de alguma forma contribuíram para a execução deste trabalho.

Meu sincero agradecimento!

RESUMO

A demanda por sucos de diferentes espécies de citros, a nível mundial, vem apresentando crescimento devido aos aspectos sensoriais e as suas propriedades nutricionais e de compostos bioativos com vários benefícios a saúde. No entanto, o processamento de suco de citros envolve uma complexa cadeia de reações bioquímicas. A mais importante, caso não seja controlada, é a formação de amargor no suco que afeta a sua qualidade, vida de prateleira e aceitabilidade pelos consumidores gerando perdas significativas às empresas. Portanto, este trabalho teve como objetivo avaliar a formação de amargor no suco de tangerina Ponkan e propor estratégias tecnológicas para sua redução. Os compostos que impactam no amargor (limonina e naringina) foram avaliados nos diferentes tecidos (casca, albedo, sementes) da fruta e no suco da Ponkan, por cromatografia líquida de alta eficiência. Os resultados mostraram a presença da limonina em todas as amostras, concentrando-se nas sementes ($3413,93 \pm 13,05$ mg/kg), seguido da casca ($285,90 \pm 4,58$ mg/kg), albedo ($253,73 \pm 0,23$ mg/kg) e suco ($13,19 \pm 0,25$ mg/L). O teor de naringina nas sementes foi menor ao Limite de detecção (LOD), encontrando-se o maior teor no albedo ($559,73 \pm 6,60$ mg/kg), seguido pelo suco ($55,86 \pm 0,26$ mg/L) e casca ($322,13 \pm 6,30$ mg/kg) respectivamente. O suco de Ponkan foi tratado com diferentes estratégias de redução de amargor: [1] tratamentos físicos: centrifugação e pasteurização; [2] tratamento químico: *Florisil*®; [3] *blends* com suco crioconcentrado de mexerica e adição de xarope, ambos nas proporções de 2,5%, 5%, 7,5% e 10% (v/v). A maior redução de teor de limonina foi obtida com o tratamento com *Florisil*® (75%), no entanto, com o tratamento de *blends* com xarope se obteve a maior redução de naringina (37%) seguido pelo tratamento com centrifugação (28%). A pasteurização foi o tratamento que incrementou ambos os teores de limonina (6%) e naringina (7-14%) e com o tratamento de *blends* com suco crioconcentrado de mexerica se incrementou o teor de naringina (16%). Porém, os resultados sensoriais do teste de aceitabilidade, usando uma escala hedônica de 9 pontos indicaram que os *blends* com suco crioconcentrado de mexerica (nota: 6,44) mostraram uma maior porcentagem de aceitabilidade que os *blends* com xarope (nota: 6,11), estes não apresentaram diferença estatística entre os tratamentos ($p < 0,05$). Desta forma pode-se definir que a melhor estratégia para redução de gosto amargo no suco de tangerina Ponkan, estaria na utilização conjunta de tratamentos, como a centrifugação, o tratamento com *Florisil*® e as misturas com *blends* de crioconcentrado de mexerica.

Palavras-chaves: Tangerina. Limonina. Naringina. *Florisil*. Xarope. Crioconcentração.

ABSTRACT

The demand for juices from different citrus species has been growing worldwide due to their sensory aspects and their nutritional properties and bioactive compounds with various health benefits. However, processing citrus juice involves a complex chain of biochemical reactions. The most important of these, if left unchecked, is the formation of bitterness in the juice, which affects its quality, shelf life and acceptability by consumers, generating significant losses for companies. Therefore, this study aimed to evaluate the formation of bitterness in Ponkan mandarin juice and to propose technological strategies for its reduction. The compounds that have an impact on bitterness (limonin and naringin) were evaluated in the different tissues (peel, albedo, seeds) of the fruit and in the juice of the Ponkan, using high-performance liquid chromatography. The results showed the presence of limonin in all the samples, concentrated in the seeds (3413.93 ± 13.05 mg/kg), followed by the peel (285.90 ± 4.58 mg/kg), albedo (253.73 ± 0.23 mg/kg) and juice (13.19 ± 0.25 mg/L). The naringin content in the seeds was lower than the Limit of Detection (LOD), with the highest content found in the albedo (559.73 ± 6.60 mg/kg), followed by the juice (55.86 ± 0.26 mg/L) and peel (322.13 ± 6.30 mg/kg) respectively. The Ponkan juice was treated with different bitterness reduction strategies: [1] physical treatments: centrifugation and pasteurization; [2] chemical treatment: *Florisil*®; [3] blends with cryoconcentrated tangerine juice and added syrup, both in proportions of 2.5%, 5%, 7.5% and 10% (v/v). The greatest reduction in limonin content was obtained with the *Florisil*® treatment (75%), however, the treatment of blends with syrup achieved the greatest reduction in naringin (37%) followed by the centrifugation treatment (28%). Pasteurization was the treatment that increased both the limonin (6%) and naringin (7-14%) contents and the treatment of blends with cryoconcentrated tangerine juice increased the naringin content (16%). However, the sensory results of the acceptability test, using a 9-point hedonic scale, indicated that the blends with cryo-concentrated tangerine juice (score: 6.44) showed a higher percentage of acceptability than the blends with syrup (score: 6.11), which showed no statistical difference between the treatments ($p < 0.05$). This means that the best strategy for reducing bitter taste in Ponkan mandarin juice would be to combine treatments such as centrifugation, treatment with *Florisil*® and blends with tangerine cryoconcentrate.

Keywords: Tangerine. Limonin. Naringin. Florisil. Syrup, Cryoconcentrate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 — Estrutura de corte transversal da tangerina Ponkan.....	15
Figura 3.2 — Estrutura química da limonina.....	19
Figura 3.3 — Reação de lactonização para formação de limonina.....	20
Figura 3.4 — Reação de Hidrólise enzimática da naringina por naringinase.....	23
Figura 3.5 — Reações enzimáticas que reverterem o desenvolvimento de sabor amargo para limonina.....	25
Figura 3.6—Reações enzimáticas da Naringina.....	26
Figura 4.1— Esquema do trabalho.....	31
Figura 4.2 — Espectro de cor CIE-Lab.....	38
Figura 5.1 — Corte (a) transversal e (b) longitudinal da tangerina ponkan.....	43
Figura 5.2 — Produtos e subprodutos da ponkan.....	45
Figura 5.3 — Gráfico colorimétrico do suco no círculo de CIE-Lab.....	56
Figura 5.4 — Adsorção da limonina na superfície do silicato de magnésio.....	62
Figura 5.5 — Obtenção de suco crioconcentrado de mexerica.....	64
Figura 5.6 — Avaliação de aceitabilidade dos <i>Blends</i> de SP-SCCM.....	68
Figura 5.7 — Avaliação de aceitabilidade dos <i>blends</i> de SP-XA.....	69
Figura 5.8 — Porcentagens para os níveis agregados de intensidade de cada atributo em cada <i>blend</i> SP- SCCM.....	72
Figura 5.9 — Porcentagens para os níveis agregados de intensidade de cada atributo em cada mistura.....	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 — Compilado de estudos na determinação de limonina presente em frutas.....	22
Tabela 3.2 — Compilado de estudos na determinação de naringina presente em frutas.....	24
Tabela 4.1 — Parâmetros de calibração dos padrões no método HPLC.....	40
Tabela 5.1 — Caracterização física da Ponkan e outros citros.....	42
Tabela 5.2 — Teores de limonina e naringina em diferentes tecidos da Ponkan e outros citros.....	47
Tabela 5.3 — Caracterização físico-química dos sucos de diferentes citros.....	50
Tabela 5.4 — Efeito da centrifugação no suco de ponkan.....	58
Tabela 5.5 — Efeito da pasteurização no suco de ponkan.....	59
Tabela 5.6 — Efeito do <i>Florisil</i> no suco de ponkan.....	61
Tabela 5.7 — Características dos componentes do blend.....	63
Tabela 5.8 — Efeito dos <i>blends</i> suco de ponkan com suco crioconcentrado de mexerica e suco de ponkan com xarope de açúcar invertido.....	66
Tabela 5.9 — Medias hedônicas para os atributos de aparência, aroma e sabor dos <i>blends</i> SP- SCCM.....	69
Tabela 5.10 — Medias hedônicas para os atributos de aparência, aroma e sabor dos <i>blends</i> SP- XA.....	70
Tabela 5.11 — Percentual de avaliadores e penalidades para cada atributo nos <i>blends</i> SP- SCCM.....	74
Tabela 5.12 — Percentual de avaliadores e penalidades para cada atributo nos <i>blends</i> SP- XA.....	75

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
2 OBJETIVOS.....	13
2.1 GERAL	13
2.2 ESPECÍFICOS	13
3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA.....	14
3.1 TANGERINAS.....	14
3.1.1 Tangerina Ponkan.....	16
3.2 SUCO DE TANGERINA.....	17
3.3 COMPOSTOS ASSOCIADOS AO GOSTO AMARGO	18
3.3.1 Limonina	18
3.3.2 Naringina	22
3.4 ESTUDOS PARA ELIMINAR SABOR AMARGO EM SUCOS DE CITROS.....	24
3.4.1 Uso de Enzimas.....	25
3.4.2 Remoção por Adsorção com Resinas e por Formação Complexos com Ciclodextrinas.....	26
3.4.3 Tratamento <i>Peeling</i>	28
3.4.4 Tratamento com <i>Florisil</i>	28
3.4.5 Adição de Açúcar.....	29
4 MATERIAS E METODOS.....	30
4.1 MATÉRIA PRIMA E REAGENTES.....	30
4.2 MÉTODOS.....	30
4.2.1 Caracterização da Tangerina Ponkan e Outros Citros	32
4.2.2 Processamento de Suco de Ponkan e Outros Citros.....	32
4.2.3 Tratamentos para Reduzir o Amargor no Suco de Ponkan.....	33
4.2.3.1 Avaliação de <i>blends</i> com suco crioconcentrado de mexerica e xarope.....	33
4.2.3.2 Avaliação de tratamentos físicos.....	34
4.2.3.3 Avaliação de tratamento químico.....	34
4.2.4 Análises.....	35
4.2.4.1 Análises físico-químicas.....	35
4.2.4.1.1 Teor de ácido ascórbico.....	35
4.2.4.1.2 Compostos fenólicos totais.....	35
4.2.4.1.3 Atividade antioxidante <i>in-vitro</i>	36
4.2.4.1.4 Carotenoides.....	37
4.2.4.1.5 Cor.....	37
4.2.4.1.6 Análises dos açúcares.....	38
4.2.4.2 Análises da limonina e naringina.....	39
4.2.5 Análise Estatística.....	40

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	42
5.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DA PONKAN E OUTRAS FRUTAS CÍTRICAS.....	42
5.2 CONTEÚDO DE LIMONINA E NARINGINA EM DIFERENTES PARTES DA TANGERINA PONKAN E OUTROS CITROS.....	46
5.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO SUCO DE PONKAN E OUTROS CITROS.....	48
5.4 EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS NA REDUÇÃO DE AMARGOR DO SUCO DE PONKAN E PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS.....	58
5.4.1 Tratamento Físicos.....	58
5.4.1.1 Centrifugação.....	58
5.4.1.2 Pasteurização.....	59
5.4.2 Tratamento Químico (<i>Florisil</i>).....	60
5.4.3 Tratamento com <i>Blends</i>	63
5.4.3.1 <i>Blends</i> de suco ponkan com suco crioconcentrado de mexerica e suco ponkan com xarope de açúcar invertido.....	64
5.5 AVALIAÇÃO SENSORIAL.....	67
6 CONCLUSÃO.....	78
REFERÊNCIAS	79

1 INTRODUÇÃO

Os citros englobam frutos muito conhecidos e apreciados a nível mundial. Estas frutas são importantes em nossa dieta, tanto na forma *in natura* quanto na forma de sucos, devido aos elevados teores de vitaminas, minerais e compostos bioativos que elas aportam. Além disso, os citros são caracterizados pelo marcante aroma, sabor e óleos essenciais os quais podem ser extraídos e utilizados na indústria.

No gênero *Citrus*, as tangerinas, como a Ponkan (*Citrus reticulata*) e Montenegrina (*Citrus deliciosa*), correspondem à 94% da produção de citros do estado do Paraná, sendo a maior parte localizada no Vale do Ribeira (Cerro Azul). De acordo com o Departamento de Economia Rural (DERAL) do estado de Paraná, o valor bruto de produção da tangerina ponkan (*Citrus reticulata*), em Cerro Azul atingiu em 2021 aproximadamente R\$ 56 milhões.

No mercado nacional, o suco de citros com maior representação é o de laranja. Em contraste, os sucos de outras espécies, como os de tangerinas, apresentam participação mínima no setor. A maior parte da produção da Ponkan é destinada principalmente ao consumo *in-natura*, mas a sua industrialização agregaria valor à fruta, pois o suco integral de tangerina recém processado tem muitas vantagens a nível nutricional pelas vitaminas, minerais que aportam à saúde. Assim, o suco integral de tangerina ponkan possui um grande potencial no mercado brasileiro, uma vez que a produção da ponkan está aumentando em função da elevada aceitação sensorial pelos consumidores. Desta forma, investir na industrialização e na pesquisa para agregar mais valor à fruta e conseguir novos produtos torna-se imprescindível.

Por outro lado, um dos problemas relacionados com os sucos de citros é a formação de amargor, resultando na deterioração da qualidade, redução da aceitabilidade e do valor econômico dos sucos de citros. Isso acontece porque na composição dos citros existem vários metabólitos que geram gosto amargo nos sucos, como por exemplo, narangina, tangeretina, nobiletina, sinensetina, quercetina, limonina, nomilina e neohesperidina. No entanto, a limonina e a narangina correspondem a mais de 80% do amargor em sucos de citros. A concentração dos compostos que causam amargor em frutas cítricas pode variar com o tipo de fruta, partes da fruta, cultivares e condições de plantio. O processo de formação de amargor nos sucos começa com o rompimento dos tecidos das frutas durante o processo de extração de suco, mas também se desenvolve como resultado de danos físicos e de congelamento. Nesse ponto o ácido limonoico monolactona A

(precursor insípido) presente nas frutas mediante uma reação de lactonização em condições ácidas ($\text{pH} \leq 6,5$) e catalisado pela enzima limonoide D-lactona hidrolase, onde o anel D da molécula é fechado produzindo o composto amargo conhecido como limonina. Já para o caso de formação de amargor de Naringina a reação ocorre por glicosilação dos compostos partindo da naringenina-7-O-glicosídeo e catalisada pela enzima 1,2- ramnosiltransferase gerando a Naringina amarga (naringenina-7-O-neohesperidosídeos).

Com essa perspectiva, a redução do amargor em suco integral de tangerina ponkan contribuirá favoravelmente no aumento da vida útil do produto, impactando nas vendas e na valorização da ponkan. Portanto, esta pesquisa visa avaliar a formação do amargor no suco de tangerina Ponkan e propor estratégias tecnológicas viáveis para sua redução, com o intuito de melhorar a qualidade sensorial do suco e contribuir para o fortalecimento do setor de processamento de tangerinas.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Avaliar a formação de amargor em suco de ponkan e propor estratégias tecnológicas para a sua redução.

2.2 ESPECÍFICOS

- Analisar os precursores de amargor em diferentes tecidos da ponkan;
- Determinar a concentração dos principais compostos que conferem sabor amargo ao suco de ponkan;
- Comparar os resultados da caracterização físico-química e dos teores de compostos amargos nos sucos e tecidos da tangerina ponkan em relação a outra variedade de tangerina (mexerica) e a duas de laranjas (pera – baía).
- Avaliar a influência da centrifugação e pasteurização no amargor em sucos de ponkan;
- Avaliar o uso de silicato de magnésio ativado (*florisil*) na redução de amargor em sucos de ponkan;
- Avaliar a utilização de *blends* com suco crioconcentrado de mexerica e xarope a fim de mascarar o amargor em sucos de ponkan;
- Propor protocolo de fabricação de suco de ponkan com redução do amargor.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 TANGERINAS

As tangerinas estão em segundo lugar em termos de importância na citricultura mundial, atrás das laranjas. O Brasil possui área cultivada superior a 60 mil hectares e produção de aproximadamente 1,27 milhão toneladas por ano (Santos, 2013; FAO, 2020), que o torna o terceiro maior produtor, com aproximadamente 3% da produção mundial. A China e a Espanha apresentam 53% e 8% da produção mundial, respectivamente (FAO, 2020).

No Brasil, os plantios de tangerinas estão concentrados principalmente nas regiões Sul e Sudeste; o estado de São Paulo ocupa a primeira posição no *ranking* nacional, seguido pelo Paraná, Minas Gerais e Rio Grande do Sul, que em conjunto são responsáveis por 87% da produção brasileira (IBGE, 2021).

A nível mundial existem cinco grupos de citros que representam um significativo valor econômico. Para cada grupo cítrico existe uma espécie, e no caso das tangerinas são encontradas várias espécies. As tangerinas compreendem inúmeras espécies assim como híbridos que possuem características particulares para que certos cultivares alcancem rendimentos comercialmente aceitáveis (Fermino, 1997, citado por Belo, 2017).

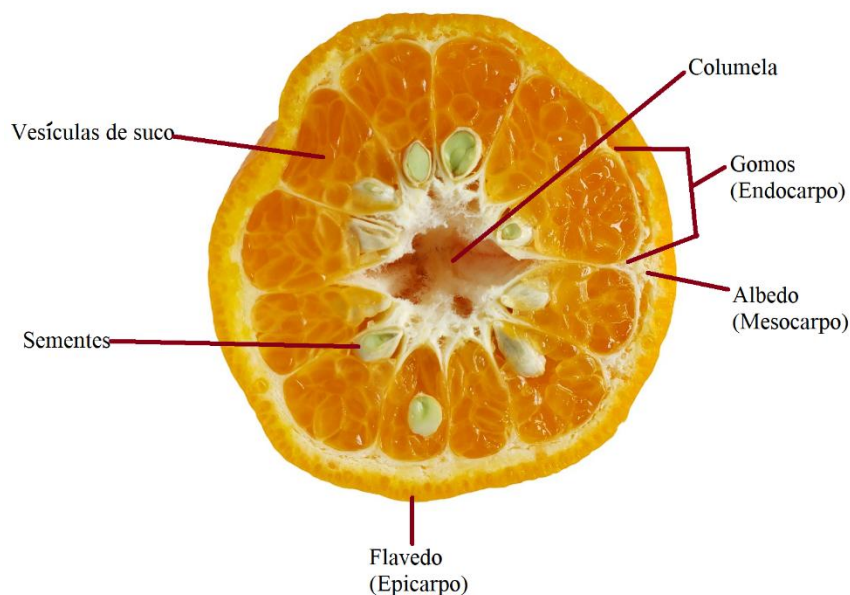
As tangerineiras pertencem à família *Rutaceae*, subfamília *Aurantioideae*, tribo *Citrae*, subtribo *Citrinae* e gênero *Citrus* (Koller, Schafer, 2009). O nome *mandarim* (mandarina) é usado como sinônimo de tangerina, especialmente nos Estados Unidos da América, as quais são variedades que descascam com facilidade (Lado *et al.* 2016).

Entre as cultivares mais exploradas, destacam-se variedades do grupo das satsumas (*Citrus unshiu*), das mexericas (*C. deliciosa* Tenore), das reticulatas (*C. reticulata* Blanco), tais como a Ponkan, Dancy e Cravo, além de alguns híbridos interespecíficos, como o tangor Murcott (*C. reticulata* x *C. sinensis*) e o tangelo Lee [*C. reticulata* x (*C. paradisi* Macf. x *C. reticulata*)] (PIO *et al.*, 2005). As principais cultivares e híbridos de tangerinas cultivadas no Brasil, por ordem de área plantada, são a tangerina 'Ponkan' (*Citrus reticulata* Blanco) (58%), o tangor 'Murcott' [*Citrus sinensis* (L.) Osbeck x *Citrus reticulata* Blanco] (23%), a tangerina 'Cravo' (*Citrus reticulata* Blanco) (11%) e a tangerina 'Montenegrina' (*Citrus deliciosa* Tenore) (8%) (Amaro; Caser, 2003; Bastianel *et al.*, 2014a).

A tangerina se diferencia de outros cítricos porque sua casca se solta facilmente dos gomos e por ter um emaranhado de fibras cobrindo a polpa, em vez da membrana branca que caracteriza os outros cítricos. O valor nutritivo varia de acordo com a espécie, mas é sempre fonte de vitaminas A, B e C, e, em menor grau, de sais minerais como cálcio, potássio, sódio, fósforo e ferro (Leite Júnior, 1992 citado por Galarça, 2009).

As partes do fruto cítrico podem ser observadas na Figura 3.1, sendo: flavedo (epicarpo), albedo (mesocarpo), gomos (endocarpo), vesículas de suco, sementes e a columela. A casca consiste em uma camada externa (flavedo) rica em glândulas que contêm óleos essenciais e uma camada interna de cor branca (albedo), que protege a porção comestível ou polpa interna (endocarpo) da fruta. Embora, o suco contido nas vesículas do endocarpo possua uma fração oleosa, o óleo da casca prepondera no suco processado. Durante a extração, esse óleo passa para o suco. O endocarpo é a fonte de suco que está contido nas vesículas dos gomos da fruta (Queiroz; Menezes, 2010).

Figura 3.1. Estrutura de corte transversal da tangerina Ponkan.



Fonte: A autora (2023)

Li *et al.* (2013) observaram que o flavedo da ponkan pode conter o nível mais baixo de naringina, enquanto a membrana do gomo (endocarpo) acumulava grande quantidade de limonina e nomilina, o que indicava um possível padrão de polarização de tecido para biossíntese ou acúmulo desses compostos. Ademais, a análise do coeficiente de correlação parcial revelou um acúmulo

sinérgico de naringina e das duas agliconas limonoides nos tecidos da fruta durante o seu desenvolvimento, indicando um metabolismo integrado de flavonoides e limonoides.

3.1.1 Tangerina Ponkan

A tangerina Ponkan (*Citrus reticulata* Blanco) é uma das tangerinas mais populares e apreciadas pelos brasileiros para consumo *in natura* (Vale *et al.*, 2006), devido a vários aspectos, tais como a coloração acentuada, o sabor doce, o fácil descascamento e o tamanho da fruta que é mais expressivo que o das demais variedades, sendo de maio a junho a principal época de maturação dos frutos (Figueiredo, 1991, citado por Galarça, 2009).

Dentro da classificação hortícola as tangerineiras de valor comercial podem ser agrupadas em Ponkans, sendo um grupo de grande importância na Ásia e no Brasil, que tem por cultivar a tangerina Ponkan, a qual produz frutos grandes (7.5 – 8.5 cm de diâmetro), de casca grossa pouco aderida aos gomos, com muitas glândulas de óleos essenciais e com várias sementes por frutos (em média 8 a 10 sementes) (Koller; Schafer, 2009).

Os citros possuem normas de classificação de citros de mesa pela CEAGESP (2011), onde se indicam os requisitos mínimos de qualidade para tangerina da variedade Ponkan, sendo estes: porcentagem de suco de 35%, sólidos solúveis (°Brix) de 9,0 e *ratio*:sólidos solúveis/acidez de 9,5. Nogueira (2016) realizou análises em tangerinas da variedade Ponkan provenientes do estado de Maranhão, encontrando os seguintes valores médios nos parâmetros físico-químicos tais como: umidade: 87,22g, carboidratos:11,35g, proteínas:1,03g, lipídios: 0,099g, cinzas:0,36g e calorias:49,8kcal expressados por 100g de fruta.

Segundo análises realizadas por Belo (2017) as tangerinas de variedade Ponkan provenientes do estado de Goiás, apresentaram valores de pH na faixa de 3,67 a 4,28. Além disso a autora indica que o suco corresponde a 43% da massa do fruto, com teores médios de sólidos solúveis de 9,10%, acidez de 0,38% de ácido cítrico e razão sólidos solúveis/acidez (*ratio*) de 25,79.

3.2 SUCO DE TANGERINA

O principal produto extraído do processamento da tangerina é o suco, que, apesar da produção limitada, é usado principalmente para melhorar a cor e o sabor do suco de laranja, operação permitida pela legislação americana, um dos principais destinos dos sucos brasileiros tanto provenientes de tangerinas como de laranja. (Darros-Barbosa, 2009).

Além de atender o mercado mundial de sucos cítricos, a indústria cítrica brasileira processa uma pequena porção comercializada na forma de suco concentrado congelado de tangerina, com boa aceitação no mercado e para usos em bases para néctares, refrescos e bebidas de frutas. No entanto, a maior parte das tangerinas é direcionada ao mercado de fruta *in natura*, sendo apenas uma pequena parcela destinada para o processamento industrial (Darros-Barbosa, 2009).

Os sucos de frutos cítricos são considerados muito importante na dieta devido ao aporte de nutrientes, tais como vitamina A, C, fibras dietéticas, minerais e fitoquímicos, a saúde (Beltran-González *et al.*, 2008). Estudos realizados por Duzzioni (2009) mostraram características nutricionais para a tangerina Ponkan superior a variedade Cravo e Murcote (todas elas colhidas em São Paulo); sendo que esta variedade possui o maior teor de flavonoides totais (606.6 ± 30.67 mg/100 mL) e carotenoides totais ($7,67 \pm 1,29$ μ g β caroteno/mL) e a variedade cravo apresentou maior valor para flavanonas ($435,4 \pm 16,8$ mg/L) dentre as variedades estudadas.

O método de extração do suco cítricos desempenha um papel importante ao determinar o amargor do suco extraído das frutas (Lotha *et al.*, 1994). Premi *et al.* (1994) relataram que uma prensagem suave das frutas resulta em menor amargor no suco. Embora os extratores de suco modernos para citros resultem em uma extração mais rápida do suco das frutas, durante o processo de extração, o esmagamento das sementes junto com as vesículas de suco pode contribuir para o amargor do suco. A remoção manual das sementes das frutas cítricas antes da extração do suco pode resultar na diminuição do amargor do suco. Sandhu e Singh (2001) observaram que o uso de um extrator de suco do tipo rosca foi eficaz para diminuir o amargor do suco do híbrido da tangerina *kinnow*. Thakur e Lal Kaushal (2000) demonstraram que a quantidade de componentes causadores de amargor (naringina e limonina) era mínima no suco extraído de frutas sem sementes. McIntosh *et al.* (1982) citado por Purewal e Sandhu (2021) relataram que o amargor no suco extraído de frutas (amargas e não amargas) ocorre de duas maneiras diferentes: 1) amargor devido à presença de flavonóides e seus derivados nas frutas (pomelo, laranja amarga e toranja); 2) amargor devido

à conversão da forma insípida dos compostos em uma forma amarga. O amargor derivado da limonina no suco extraído de frutas cítricas geralmente se desenvolve como resultado de danos físicos e de congelamento (Purewal; Sandhu, 2021).

3.3 COMPOSTOS ASSOCIADOS AO GOSTO AMARGO

O sabor corresponde à percepção da combinação entre doçura, acidez e amargor ou adstringência. Os principais compostos químicos responsáveis pelo sabor das frutas e hortaliças são os açúcares, ácidos orgânicos e compostos fenólicos (Ramalho, 2005). O sabor é um atributo complexo definido por sensações associadas ao olfato, gustação e táteis no ato da deglutição (Teixeira, 2009). Além disso, é por meio do sabor que os alimentos podem ser classificados em ácidos, amargos, doces ou salgados.

Na composição química dos frutos existe a presença de vários metabólitos quimicamente amargos entre eles: naringina, tangeretina, nobiletina, sinensetina, quercetina, limonina, nomilina e neohesperidina. No entanto, apenas alguns metabólitos selecionados (limonina e naringina) desempenham um papel importante em causar amargor (Singh *et al.*, 2003).

O desenvolvimento do gosto amargo no suco de frutas cítricas é devido à presença de dois grupos de substâncias: as flavanonas como a naringina, e limonoides com a limonina. (Hasegawa; Berhow; Manners, 2000). Os principais responsáveis pelo gosto amargo no suco de tangerina são os limonoides, sobretudo a limonina.

3.3.1 Limonina

Os limonoides são derivados triterpênicos presentes em *Citrus*, e estes são encontrados em diferentes partes da planta na forma de agliconas (monolactonas e dilactonas) e/ou glicosídeos. Limonoides estão presentes em três formas: limonoides monolactonas, como o ácido limonoico monolactona A; limonoides dilactonas, como a limonina, e glicosídeos limonoides, como a limonina 17- β -D-glicopiranosídeo (Manners, 2000). No entanto, Sharma *et al.* (2017) indica que os limonoides são classificados em dois grupos principais: limonoides agliconas e glicosídeos limonoides (LGs). As agliconas limonoides incluem principalmente a limonina e a nomilina, que conferem amargor aos sucos cítricos e reduzem a qualidade do suco, sendo esse um aspecto negativo para o setor de sucos cítricos. As limonoides agliconas presentes nas sementes são

insolúveis em água. Ao contrário, os glicosídeos limonoides abundantes no suco e nos tecidos cítricos são solúveis em água e sem sabor (Manners, 2007).

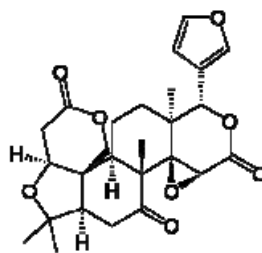
Segundo estudos, mais de 30 limonoides diferentes foram identificados em frutas cítricas e seus cultivares híbridos, sendo que os principais limonoides incluem a limonina, nomilina, glicosídeo de limonina, icangina e ácido nomilínico (Sharma *et al.*, 2017, Purewal; Sandhu, 2021).

Os limonoides contribuem para o desenvolvimento do gosto amargo no suco de frutas cítricas, com impacto negativo sobre a qualidade do suco, quando estão presentes em concentrações superiores ao limiar de percepção (*threshold*). O *threshold* da limonina, ou seja, a concentração mínima do composto que pode ser percebida pelo consumidor, foi determinada no suco de laranja Pêra-Rio provenientes do estado de São Paulo, sendo de 6,43 µg/mL (Barbosa, 2014). O *threshold* da limonina para Thai tangerina foi determinada por Noomhorm e Kasemsuksakul (1992) sendo está de 5 mg/L.

A limonina é o principal limonoide responsável pelo gosto amargo dos sucos de citros. Consiste em um derivado triterpênico oxigenado que contém em sua molécula dois anéis lactona (anéis A e D), um grupo epóxido, um anel furano, um éter cíclico e um grupo cetona (Figura 3.2) (Manners, 2007). Quimicamente, a limonina (C₂₆H₃₀O₈ P.M. 470,52 g/mol) pertence às furanolactonas e é bem conhecido como ácido limonoico di-delta-lactona e limonoato D-ring-lactona. Ademais, a limonina é pouco solúvel em água, porém solúvel em etanol absoluto e ácido acético glacial (Purewal; Sandhu, 2021).

A limonina normalmente não está presente na fruta *in natura*, mas sim o seu precursor insípido, o ácido limonoico monolactona A (Manners, 2007). Este derivado insípido da limonina é produzido por hidrólise enzimática do anel D da limonina (Damodaran; Parkin, 2019)

Figura 3.2. Estrutura química da limonina

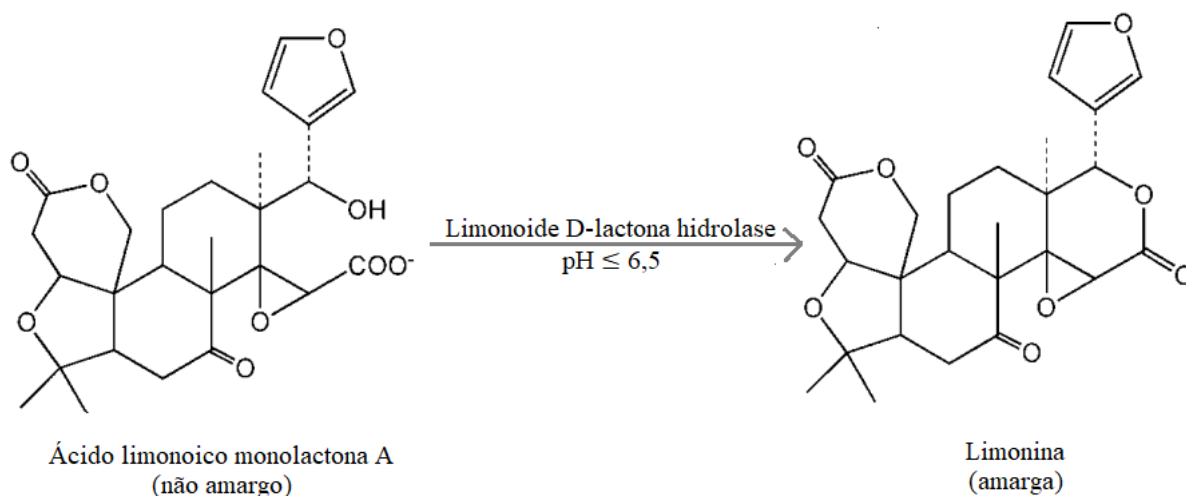


Fonte: Manners (2007).

O gosto amargo aparece algumas horas após a extração, quando o suco é estocado a temperatura ambiente ou armazenado sob refrigeração, ou ainda após o tratamento térmico (Hasegawa; Miyake, 1996)

O desenvolvimento do gosto amargo ocorre quando os tecidos da fruta são rompidos no processo de extração do suco, e o precursor ácido limonoico monolactona A, que é insípido, é convertido à limonina, que é amarga. A reação de lactonização do ácido limonoico monolactona A (fechamento do anel D) para formar a limonina ocorre em $\text{pH} \leq 6,5$ e é catalisada pela ação da enzima limonoide D-lactona hidrolase (Figura 3.3) (Hasegawa; Miyake, 1996). Este fenômeno é conhecido como amargor tardio, o qual gera graves consequências econômicas na indústria de sucos cítricos (Damodaran; Parkin, 2019).

Figura 3.3. Reação de lactonização para formação de limonina.



Fonte: Adaptado de Manners (2007).

Por outro lado, fatores que têm influência no conteúdo de limonoides nos frutos cítricos são principalmente a maturação, a variedade e o porta-enxerto. A técnica da enxertia é utilizada nas mudas cítricas com o objetivo de antecipar a produção de frutos e solucionar problemas de diferentes origens (Leite Júnior *et al.*, 2022). O porta enxerto influencia significativamente toda a árvore enxertada, particularmente no vigor, produtividade, qualidade dos frutos e resistência ao estresse abiótico e biótico (Khurshid *et al.*, 2024).

Segundo o estudo realizado por Barbosa (2014) em São Paulo, encontrou-se que a limonina presente no suco de laranja Pêra-Rio provêm dos porta-enxertos da tangerina Cleópatra e do Limão Cravo. Sendo indicado que a quantidade de limonina formada no suco é influenciada pelo tipo de porta enxerto e pela variedade de laranja, mas sobretudo devido ao período de maturação. A limonina vai diminuindo a longo do amadurecimento devido a que as agliconas são convertidas em seus glicosídeos.

O tipo de porta enxerto influencia várias características dos citros, como precocidade de produção, resistência à seca e ao frio, tolerância a pragas e doenças, peso do fruto, teor de açúcares e ácidos do fruto, assim como o teor de limonina (Silva; Souza, 2002). A tangerina Ponkan cultivada em Cerro Azul (Paraná) provêm de um porta-enxerto de limão. Pio *et al.* (2006) desenvolveram estudos de tangerinas Ponkan enxertadas em limão cravo, encontrando que o rendimento de suco diminui a cada colheita (maio-junho, agosto) porém os valores de SST aumentam no decorrer das colheitas e os valores de acidez total (AT) diminuem, tendo como consequência os valores da relação de SST/AT são maiores a cada colheita, chegando a 38.7 em meados de agosto o que a torna inviável para consumo.

O teor de limonina é reduzido ao longo do amadurecimento dos citros num processo que ocorre naturalmente, devido à conversão das monolactonas em glicosídeos derivados durante a maturação da fruta. Os glicosídeos limonoides contêm uma molécula de glucose ligada à aglicona correspondente que impede o fechamento do anel, impossibilitando a formação da estrutura “chave” para o gosto amargo (Hasegawa; Miyake, 1996). Quanto maior o período de maturação da fruta, mais agliconas serão convertidas em seus glicosídeos, diminuindo assim o gosto amargo no suco. Além disso, na maturação do fruto o ácido limonoico migra para a semente diminuindo sua concentração no suco (Filho, 2010).

Sharma *et al.* (2017) indica que o conteúdo de limonina variam dependendo da variedade, estágio de crescimento e da parte da fruta. Na literatura, encontram-se alguns estudos feitos na determinação de concentração de limonina em diferentes tipos de frutas cítricas. Na Tabela 3.1 se apresenta um compilado de estudos, onde é possível observar a diferença na concentração de limonina, dependendo do tipo de fruta, variedade e da parte da fruta que foram analisadas.

Tabela 3.1. Compilado de estudos na determinação de limonina presente em frutas

Fruta	Nome botânico	Parte da Fruta	Concentração de limonina	Referência
Frutas cítricas várias		Suco	Limão: 12 mg/L Laranja: 9,7 mg/L Tangerina: 34,7 mg/L	Drewnowski; Gomez-Carneros, (2000)
Tangerina Kinnow	<i>Citrus reticulata</i> Blanco	Casca	8 mg/100g	Mahajan <i>et al.</i> (2018)
		Semente	0,25 mg/100g	
		Suco	1,5 mg/100g	
Thai tangerina	<i>Citrus reticulata</i> Blanco	Suco	4,25 mg/L (época ideal de colheita)	Noomhorm; Kasemsuksakul (1992)
Toranja	<i>Citrus x paradisi</i>	Flavedo	6,1 – 42 mg/Kg	Purewal; Sandhu, (2021), Puri <i>et al.</i> (1996)
		Albedo	11,6– 65 mg/Kg	
		<i>Pith</i> (talo)	103– 525 mg/Kg	
		Semente	1188– 1885 mg/ Kg	
		Suco	11,4 mg/L	Drewnowski; Gomez-Carneros, (2000)

Segundo Premi *et al.* (1996), as sementes de frutas cítricas possuem a quantidade máxima de limonina, seguida pela casca e pelo suco.

3.3.2 Naringina

A naringina (C₂₇H₃₂O₁₄ P.M.: 580,5 g/mol) é uma flavanona -7-O-glicosídeo derivado da naringenina (flavanona aglicona) presente naturalmente nas frutas cítricas e é responsável pelo gosto amargo das frutas e a principal causa do amargor do suco (Purewal; Sandhu, 2021).

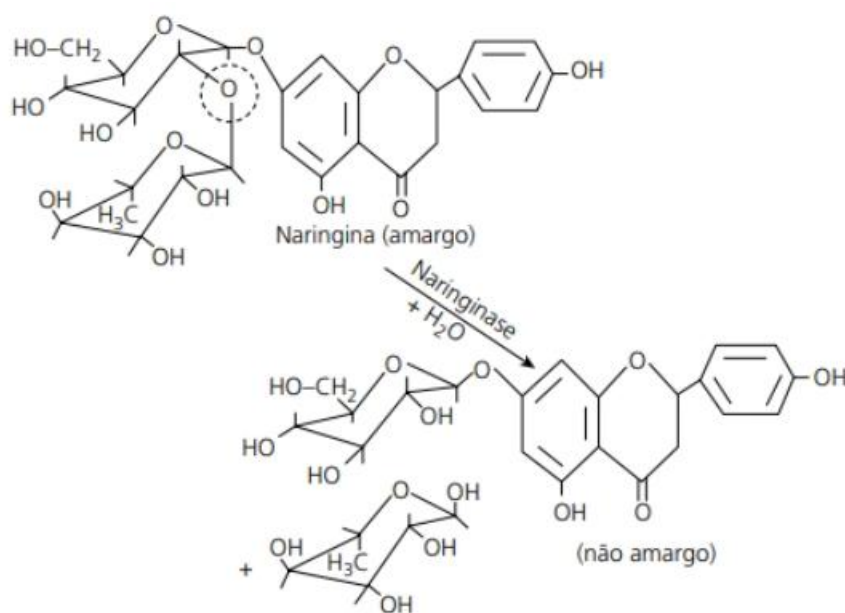
Nos cítricos, as agliconas de flavanona são glicosiladas para produzir flavanona-7-O-glicosídeos, como a naringenina-7-O-glicosídeo, que é posteriormente glicosilada pela 1,6-ramnosiltransferase (1, 6 -RhaT) para produzir naringenina-7-O-rutinosídeo insípida, ou pela 1,2-ramnosiltransferase (1,2- RhaT) para produzir naringina amarga (naringenina-7-O-neohesperidosídeos) (Li *et al.*, 2013).

A naringina, a hesperidina e a neohesperidina são flavanonas glicosídicas conhecidas por se acumularem especificamente em espécies cítricas. A naringina e a neohesperidina são neohesperidosídeos que apresentam gosto amargo devido ao açúcar neohesperidose, enquanto o açúcar rutinose faz com que a hesperidina tenha um sabor neutro (Sachan e Kumar, 2022).

Foi encontrado que o conteúdo de naringina na maioria das frutas cítricas diminui durante o amadurecimento devido a sua hidrólise pela naringinase. Para suco de tangerina proveniente de Tailândia foram encontrados os seguintes valores de naringina no estágio imaturo: 181 mg/L, no estágio semi-maturo: 154 mg/L e no estágio totalmente maduro: 140 mg/L. Não obstante, para cascas de mandarin (*Citrus myrtifolia*) o teor de naringina foi 15,31 µg/g no estágio imaturo, 3,03 µg/g no estágio semi-maturo e 4,31 µg/g no estágio totalmente maduro. A medida que a fruta começa a madurecer, o conteúdo diminui continuamente devido ao efeito de diluição e ao aumento do tamanho da fruta (Sachan e Kumar, 2022)

Sucos que contêm altos níveis de naringina são extremamente amargos e de pouco valor econômico. O amargor da naringina está associado à configuração da molécula que se desenvolve a partir da ligação 1-2 entre rammose e glucose. Sendo que a enzima naringinase consegue hidrolisar a ligação 1-2 para gerar produtos não amargos (Figura 3.4). O processo de hidrólise enzimática é muito utilizado na redução do amargor de produtos cítricos (Damodaran; Parkin, 2019)

Figura 3.4. Reação de Hidrólise enzimática da naringina por naringinase.



Fonte: Damodaran; Parkin (2019)

Diversas quantidades de compostos amargos podem ser encontradas nas diferentes partes de uma única fruta (Soares *et al.*, 2013). Li *et al.* (2013) identificaram que três principais compostos amargos (nomilina, limonina e naringina) nos tecidos do fruto da tangerina Satsuma 'Guoqing No.1' (*Citrus unshiu* Marc.) foram determinados durante o desenvolvimento do fruto em três estações de cultivo consecutivas.

Na literatura, encontram-se alguns estudos feitos na determinação de concentração de naringina em diferentes tipos de frutas cítricas. Na Tabela 3.2 pode ser observado um compilado de estudos, onde é possível diferenciar a concentração de naringina, dependendo do tipo de fruta, variedade, da parte da fruta e estágio de maturação em que foram analisadas.

Tabela 3.2. Compilado de estudos na determinação de naringina presente em frutas

Fruta	Nome botânico	Parte da Fruta	Concentração de Naringina	Referência
Fruta cítrica (híbrido Interespecífico) de Chipre	<i>Citrus reticulata</i> x <i>Citrus sinensis</i> , cv. 'Mandora'	Suco	22 ± 1 µg/g (m.s)	Goulas; Manganaris (2012)
		Casca	667 ± 21 µg/g (m.s)	
Thai tangerina	<i>Citrus reticulata</i> Blanco	Suco	164 mg/L (época ideal de colheita)	Noomhorm; Kasemsuksakul (1992)
Chinotto	<i>Citrus myrtifolia</i> Raf. ou <i>Citrus aurantium</i> L. var. <i>myrtifolia</i> Ker-Gawl	Cascas	Estágios Imaturo: 15,31 µg/g semi-maturo: 3,03 µg/g totalmente maduro: 4,31 µg/g	Barreca <i>et al.</i> (2010)

Nota: m.s. matéria seca

3.4 ESTUDOS PARA ELIMINAR GOSTO AMARGO EM SUCOS DE CITROS

Os principais métodos científicos utilizados para a redução do amargor nos sucos de frutas cítricas são: tratamento com lixívia (*peeling*), adição de açúcares, β-ciclodextrina, tratamento com água quente, camadas de acetato de celulose, métodos enzimáticos usando consórcios microbianos (Purewal; Sandhu, 2021).

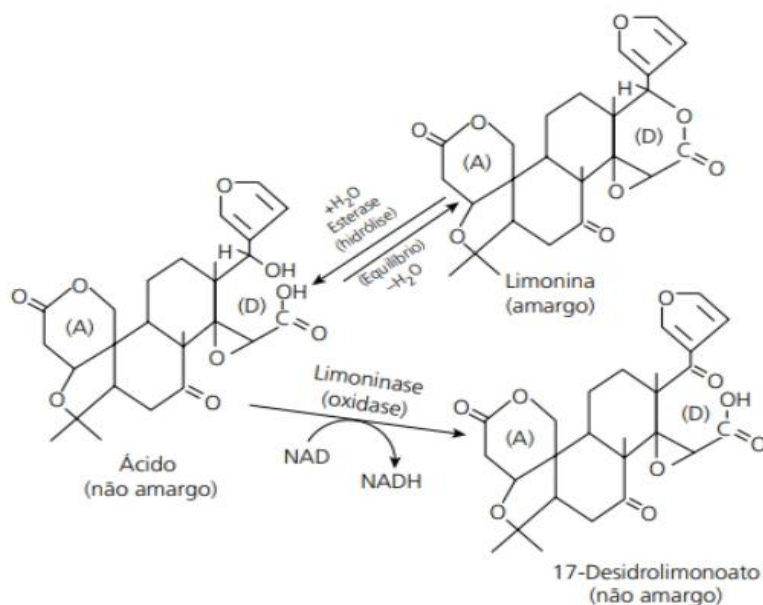
Alguns compostos podem alterar a percepção do gosto amargo no suco de frutas cítricas. A sacarose é considerada um fraco supressor da limonina. Outros adoçantes como a neohesperidina dihidrocalcona, a hesperidina dihidrocalcona e o aspartil fenilalanina metil éster (aspartame)

também agem como supressores. O ácido cítrico possui efeito mais pronunciado na supressão do gosto amargo da limonina. A neodiosmina, uma flavona glicosídeo não amarga, também é um forte supressor da limonina. Nomilina e limonina atuam em sinergia para diminuir os seus *thresholds*. Nomilina em baixa concentração têm mostrado diminuir o *threshold* da limonina (Dea *et al.*, 2013).

3.4.1 Uso de Enzimas

Capacidade de consórcios microbianos para a produção de enzimas redutoras de amargor têm sido explorados e discutidos de forma sistemática (Purewal; Sandhu, 2021). Foram desenvolvidos métodos para reduzir o amargor em suco de laranja utilizando-se enzimas imobilizadas de *Arthrobacter* sp. e *Acinetobacter* sp. que atuam sobre a limonina. Encontrando-se que as enzimas simplesmente abrem o anel D lactona fornecendo apenas soluções temporárias para o problema, já que o anel se fecha novamente sob condições ácidas (Hasegawa *et al.*, 1982 citado por Damodaran e Parkin, 2019). No entanto, o uso de limonoato desidrogenase para a conversão da abertura do anel D para o composto não amargo 17-desidrolimonoato lactona anel A, fornece um meio irreversível para a redução de amargor do suco de laranja (Figura 3.5) (Damodaran; Parkin, 2019).

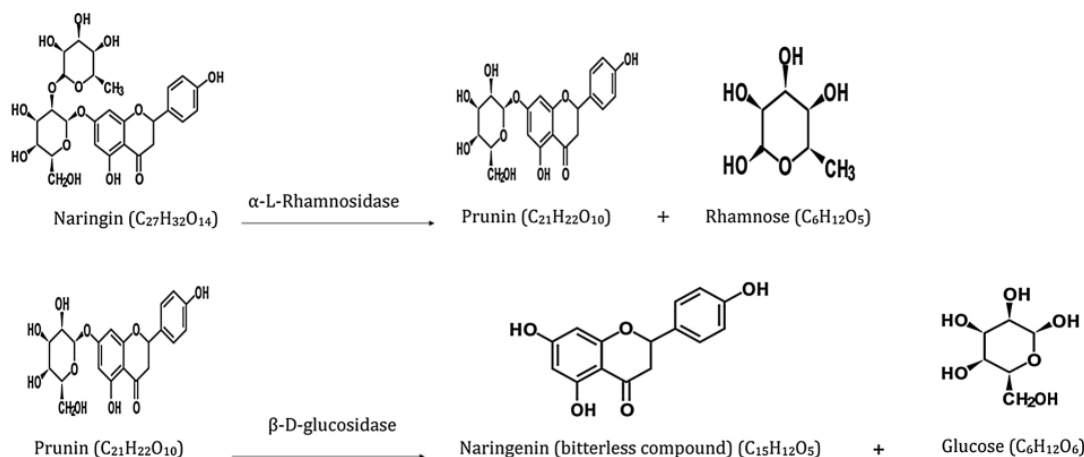
Figura 3.5. Reações enzimáticas que reverterem o desenvolvimento de sabor amargo para limonina.



Fonte: Damodaran; Parkin (2019)

Puri *et al.* (1996) relataram a ação da α -L-Rhamnosidase e da β -D-glucosidase na conversão da naringina em um composto sem amargor, a naringenina. O mecanismo de ação de ambas as enzimas está representado na Figura 3.6.

Figura 3.6. Reações enzimáticas da Naringina.



Fonte: Puri *et al.* (1996)

3.4.2 Remoção por Adsorção com Resinas e por Formação Complexos com Ciclodextrinas

Quimicamente as resinas são subprodutos metabólicos insolúveis em água e solúveis em solventes orgânicos metabólicos solúveis em água e solventes orgânicos com natureza inerte. As resinas são misturas de ácidos graxos heterogêneos, ceras, resinas e ácido resinoso ($C_{20}H_{30}O_2$). Comercialmente, as resinas são extraídas de árvores que pertencem principalmente à família Pinaceae e Dipterocarpaceae. As resinas são sintetizadas em glândulas superficiais/dutos internos específicos de plantas não e de plantas lenhosas. Elas são subprodutos metabólicos das plantas que podem ser extraídos por infecção/incisão (Dilworth *et al.*, 2017).

Mishra e Kar (2003) relataram o efeito da amberlite IR 400 e IR 120 na redução do amargor do suco de toranja. Nesse estudo foi observada uma diferença significativa no potencial de redução do amargor do IR 400 e do IR 120, pois o IR 400 resultou na remoção da naringina em 69,23%, enquanto o IR 120 reduziu o teor de naringina em 9%. Entretanto, Kola *et al.* (2010) usaram Dowex Optipore L285 e Amberlite XAD-16HP para a remoção do amargor baseado em limonina do suco de laranja. Eles observaram que a aplicação de Dowex Optipore L285 resulta na redução da acidez titulável da laranja enquanto a aplicação do Amberlite XAD-16HP não

apresentou nenhum risco de alteração na qualidade nutricional. Por outro lado, Karatas (2017) usaram Amberlite XAD-7HP para a redução do amargor no suco de laranja, sendo que seus resultados mostraram que a aplicação do Amberlite XAD-7HP foi bem-sucedida, pois o método aplicado resulta na redução de 90 a 96% de limonina do suco de laranja.

Os métodos de redução do amargor em sucos cítricos também incluem o uso de polímeros adsorventes, que, atualmente, são os métodos preferidos para processamento comercial (Kimball; Norman, 1990 citado por Damodaran e Parkin, 2019).

Por outro lado, referente ao uso de β - ciclodextrinas, é importante definir que as ciclodextrinas são oligossacáridos cíclicos. Existindo três tipos α -ciclodextrinas, β -ciclodextrinas e γ -ciclodextrinas, normalmente referidas como ciclodextrinas de 1ª geração. As ciclodextrinas consistem em unidades de glucopiranosas unidas por ligações α - (1-4). As α -ciclodextrinas são compostas por 6 destas unidades, as β -ciclodextrinas por 7 e as γ -ciclodextrinas incluem 8 unidades de glucopiranosas. Estas moléculas são produzidas como resultado de uma reação de transglicosilação intramolecular da degradação do amido pela enzima ciclodextrina glucanotransferase (CGTase). As β -ciclodextrinas são as mais acessíveis, de custo mais vantajoso e, geralmente, de maior utilidade (Del Valle, 2004).

O principal interesse nas ciclodextrinas reside precisamente na sua capacidade de formar complexos de inclusão com vários compostos e com uma ampla gama de moléculas sólidas, líquidas ou gasosas, por complexação molecular. A arquitetura das ciclodextrinas confere-lhes uma ampla gama de propriedades químicas, marcadamente diferentes daquelas exibidas por outros carboidratos não cíclicos com o mesmo peso molecular (Del Valle, 2004).

Os polímeros de ciclodextrinas são úteis na remoção de limonina e naringina, compostos amargos por complexos de inclusão (Silva, 2010).

Estudos científicos relataram o uso da β -ciclodextrina para a remoção do amargor dos sucos de frutas. Deshaware *et al.* (2018) relataram o uso de β -ciclodextrina para remoção do amargor do suco de cabaça amarga. Eles usaram β -ciclodextrina na concentração de 0,25-2%, dos quais 1,5% provaram ser eficaz para remover o amargor da cabaça amarga.

Mongkolkul *et al.* (2006) demonstraram que a β -ciclodextrina na concentração de 5% a 30°C por um período de 60 minutos resulta na redução do teor de limonina do suco de tangerina em 80,71%. Bala *et al.* (2017) relataram que o tratamento do suco de limão com β -ciclodextrina (2%, 10 min) diminuiu a quantidade de limonina de 23 a 20 $\mu\text{g/mL}$.

A complexação das ciclodextrinas com agentes adoçantes, como o aspartame estabiliza e melhora o sabor. Também elimina o sabor residual desagradável de outros adoçantes. As próprias ciclodextrinas são promissores novos adoçantes. O melhoramento do sabor por ciclodextrinas também já foi reclamado para utilização em bebidas alcoólicas, como o whisky e a cerveja.

3.4.3 Tratamento *Peeling*

Para a redução de amargor em sucos de frutas é usando o tratamento com soda cáustica ou hidróxido de sódio a uma temperatura de 82- 83 °C por 40-60s, seguido de enxágue em ácido cítrico de concentração conhecida e lavagem com água corrente para remover o excesso de hidróxido de sódio (Kore; Chakraborty, 2015). A redução de gosto amargo usando o tratamento com soda cáustica pode ser aplicado em uma variedade de frutas em diferentes estágios. Durante o tratamento com soda cáustica, a parte branca-creme externa da fruta descascada reage com o grupo hidroxila e carboxílico e resulta na remoção do derivado hidrofílico durante a lavagem com água.

Sogi e Singh (2001) observaram que, durante o tratamento com soda cáustica, a concentração de hidróxido de sódio usada atua como um fator determinante para a remoção de amargor. O hidróxido de sódio, até uma concentração específica, resulta na redução de amargor, mas, além de limites específicos, resulta em efeitos negativos. Anand *et al.* (2012) estudaram o efeito de várias técnicas com o objetivo de reduzir o amargor do suco de kinnow. Eles descobriram que o tratamento com soda cáustica é o melhor método para a desinfecção do suco, entre os diferentes métodos (tratamento com soda cáustica, *florisil* e suas combinações). Sandhu *et al.*, (1990) citado por Sandhu e Singh, (2001) indicam a remoção do segmento de cor branca dos frutos de kinnow durante o tratamento com lixívia resulta no *debittering* máxima do suco.

3.4.4 Tratamento com *Florisil*

O *Florisil* é um composto de cor branca e inodoro, quimicamente conhecido como silicato de magnésio ativado. O silicato de magnésio é amplamente utilizado nas indústrias farmacêutica, alimentícia e cosmética, além de seus usos em outros campos industriais (incluindo borracha, tintas, papel e plástico). O silicato de magnésio em produtos alimentícios é usado como um agente deslizante e antiaglomerante; este composto também funciona como um transportador (*carrier*) de

fragrâncias ou sabores. Também é usado na clarificação de cerveja e vinho. Na confeitaria, o silicato de magnésio sintético é usado como agente antiadesivo e antiaglomerante. (Rashid *et al.* 2011). O mecanismo de ação está baseado na adsorção seletiva dos compostos responsáveis pelo amargor, como a limonina e a naringina. A superfície do *florisil* interage com os grupos funcionais desses compostos por meio de ligações de hidrogênio (Das e Sahu, 2022)

O *Florisil* é usado como um importante agente de *debittering* para melhorar a vida útil dos sucos de frutas. Barmore *et al.* (1986) relataram o uso do *florisil* com a finalidade de reduzir o amargor no suco de toranja e suco de uva. Nesse estudo, foram usadas diferentes concentrações de *florisil* (5-20 %). O aumento da concentração de *florisil* afeta significativamente a quantidade de compostos que causam amargor no suco de toranja. O uso de *florisil* na concentração (20%) resulta na redução do teor de limonina de 8,8 para 1,7 mg/L e da naringina de 326mg/L-159 mg/L. A porcentagem de acidez total no suco de toranja foi reduzido de 0,81 a 0,33%. Kashyap e Anand (2017) relataram o efeito do *florisil* no ácido ascórbico e no açúcar redutor do suco de kinnow. Observaram que o uso do *florisil* resulta em diminuição no teor de ácido ascórbico de 18 a 14 mg/100g e na redução de açúcar (3,53- 2,90%).

3.4.5 Adição de Açúcar

Na indústria de citros, os xaropes de açúcar estão sendo usados para mascarar o amargor do suco; além de melhorar a aceitabilidade do consumidor de suco (Purewal; Sandhu, 2021). Kore e Chakraborty (2015) estudaram o efeito do tratamento com xarope no *debittering* do suco de pomelo. Em seu estudo, o suco de pomelo foi misturado com xarope de açúcar para atingir o valor final de sólidos solúveis totais de 15, 30 e 45°Brix, sendo encontrado que a adição de xarope resultou na modulação das propriedades bioquímicas do suco de pomelo, devido à mudança nos parâmetros de acidez com redução; aumento de açúcar redutor e redução ácido ascórbico.

Assim também, Bala *et al.* (2017) observaram a redução dos compostos causadores de amargor presentes no suco de limão *kagzi*, tais como limonina e naringina, ao tratar o suco com xarope de açúcar a 82 °Brix e levá-lo até valores de 45 e 65 °Brix.

4 MATERIAS E METODOS

4.1 MATÉRIA PRIMA E REAGENTES

Foram utilizadas tangerinas de cultivar Ponkan (*Citrus reticulata* Blanco) e mexericas (*Citrus deliciosa* Tenore) no estágio maduro durante a safra 2024, colhidas de pomares localizados entre 400 a 650 metros de altitude na cidade de Cerro Azul, Paraná, Brasil (24° 49' 26" S 49° 15' 39" O). As frutas coletadas provieram de quatro produtores locais que fazem parte do projeto de indicação geográfica no município de Cerro Azul.

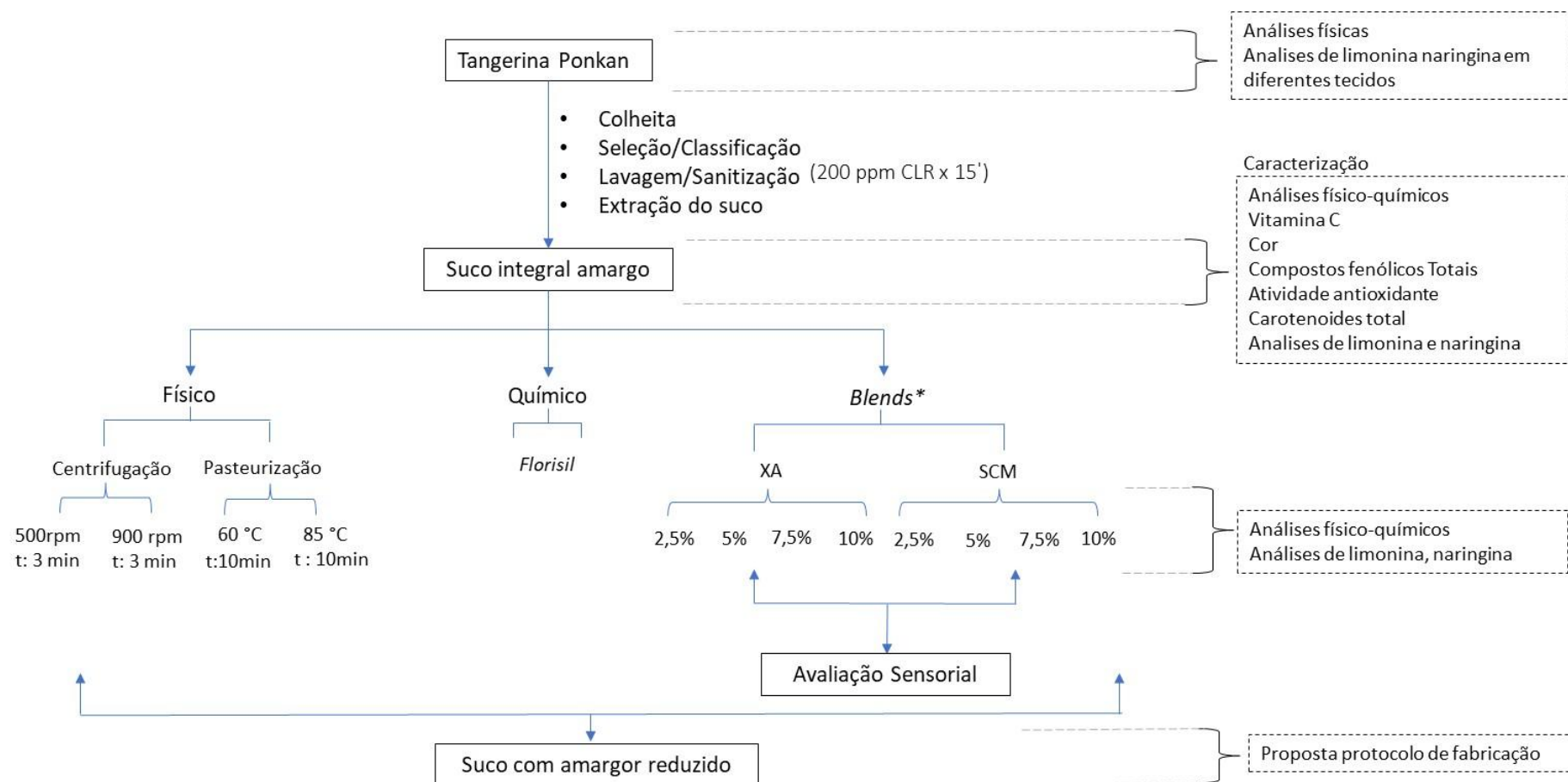
Assim também, para poder comparar os resultados das tangerinas foram usadas laranjas de cultivar pera (*Citrus sinensis* L. Osbeck) e baía (*Citrus sinensis*) no estágio maduro pertencentes a safra 2024 adquiridas no mercado local na cidade de Ponta Grossa, Paraná, Brasil (25° 05' 36,6" S 50° 06' 52,5" O). Em todos os casos, o estado de maturação foi determinado de acordo com as características visuais da fruta como cor, tamanho, e análises físico-químicas.

Reagentes: hidróxido de sódio, ácido cítrico (18427) (Biotec, PR, Brasil), hipoclorito de sódio (Vitta Pury); Trolox (ácido 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametoxicromano-2-carboxílico), TPTZ (2,4,6-tripiridyl-s-triazine), cloreto férrico hexa hidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$), Folin-Ciocalteu, ácido oxálico, 2,6-diclorofenolindofenol, ácido ferulico, ácido gálico, 4-(dimetilamino) benzaldeído, ácido perclórico 70%, dietilenoglicol 90% foram da Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, EUA); etanol (ANIDROL, São Paulo, Brasil). O *florisil*® (03286) e os padrões de compostos amargos limonina phyproof® (PHL89379), naringin (71162), Acetonitrila grau *HPLC* foram obtidos da Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, EUA). Ácido acético glacial e metanol foram provenientes da J. T. Baker (Phillipsburg, NJ, EUA). A água utilizada para as soluções aquosas foi ultra-pura (Milli-Q, Millipore, Brasil).

4.2 MÉTODOS

Na Figura 4.1. pode ser observado o esquema contendo as operações unitárias e as análises que foram realizadas no presente estudo.

Figura 4.1. Esquema do trabalho



XA: xarope de açúcar invertido; SCM: suco crioconcentrado de mexerica

(*) As porcentagens referem-se à proporção de XA ou SCM adicionada ao suco de ponkan

4.2.1 Caracterização da Tangerina Ponkan e Outros Citros

Amostras de tangerinas Ponkan, mexericas e laranjas (n=20) foram submetidas a análises físicas, que incluíram pesagem total da fruta, medições dos diâmetros transversal e longitudinal, peso de cada tecido (casca, albedo, polpa, sementes). Foi usada uma balança (Shimadzu, BL3200H, Brasil) para a pesagem das frutas e tecidos, e um paquímetro (Insize, 1205-1502, EUA) para determinar as medidas dos diâmetros.

Com base na metodologia de Sun *et al.* (2013) com algumas modificações, os tecidos (casca, albedo e sementes) obtidos por descascamento manual da ponkan, mexericas e laranjas foram secos a 60°C durante 48h, moídos em um liquidificador (Mondial, L-550-W, Brasil), tamisados a 60 *mesh* e o material resultante (pó) armazenado a -18°C até o momento das análises dos compostos amargos. A determinação dos compostos amargos (limonina e naringina) foram feitos tal como se indica no item 5.2.4.2.

4.2.2 Processamento de Suco de Ponkan e Outros Citros

As tangerinas ponkans maduras, foram selecionadas a fim de se retirar as frutas com defeitos. Em seguida, foram submetidas a um enxágue com água potável para retirar poeiras e outras sujidades. Em seguida, foi realizada a sanitização das tangerinas utilizando-se hipoclorito de sódio (NaClO) na concentração de 200 mg/L de cloro livre por 15 minutos. Após a sanitização as tangerinas foram lavadas por imersão com água potável para a remoção dos resíduos de cloro.

As tangerinas foram cortadas pelas metades e para obtenção do suco foi usado um espremedor de citros (Colombo, Mod. Industrial, 400W, Brasil). O suco foi envasado e armazenado a -18°C até o momento das análises. Seguiu-se os mesmos passos para o processamento das mexericas e laranjas.

O suco da ponkan, mexerica e laranjas recém extraídos foram caracterizados por meio de análises físico-químicas de pH, acidez total (AT), sólidos solúveis totais (SST), *ratio* (calculado como: SST/AT). Todas as análises foram realizadas em triplicata e o resultado foi obtido pela média das três determinações para cada amostra.

O potencial hidrogeniônico (pH) foi determinado com o auxílio de um pHmetro (pH 21 meter, Hanna, Cotia, Brasil) com leitura direta a 25°C, após calibração em pH 4,0 e 7,0.

A acidez titulável total, foi determinada seguindo-se a metodologia (016/IV) descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008). Onde, primeiro, 50 mL de cada amostra foi neutralizada através de titulação com solução alcalina padronizada de 0,1 M de hidróxido de sódio e indicador fenolftaleína. Com o volume gasto dessa solução (mL), sua molaridade, fator de correção, peso molecular do ácido cítrico e o volume (mL) da amostra, foi determinada a acidez total da amostra pela equação 1 e o resultado foi dado em g de ácido cítrico/100 mL de amostra.

$$Acidez\ total = \frac{n.M.f.PM}{10.V} \quad (1)$$

Onde: n é o volume gasto de hidróxido de sódio 0,1M (mL); M é a molaridade da solução de hidróxido de sódio 0,1M; f é o fator de correção dessa solução; PM é o peso molecular do ácido cítrico e V é o volume de amostra (mL).

Os sólidos solúveis totais (SST) foram medidos através de leitura direta com refratômetro marca Megabrix modelo AR 1000 S segundo metodologia (315/IV) do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008).

4.2.3 Tratamentos para Reduzir o Amargor no Suco de Ponkan

Foram realizados três tipos de tratamento no suco integral de ponkan para avaliar o efeito na redução de gosto amargo após a extração, sendo eles o tratamento com *blends*, tratamento físicos e químico que serão descritos a seguir.

4.2.3.1 Avaliação de *blends* com suco crioconcentrado de mexerica e xarope

Foram testados dois tipos blends, o primeiro foi o suco de ponkan com suco crioconcentrado de mexerica e o segundo foi suco de ponkan com xarope de açúcar invertido. Para ambos *blends* a proporção de crioconcentrado e de xarope foi variada nos percentuais de 2,5%, 5%, 7,5% até 10%.

Para obtenção do suco crioconcentrado se utilizaram mexericas (*Citrus deliciosa* Tenore), as quais foram selecionadas a fim de retirar as frutas com defeitos. Em seguida, foram submetidas a uma sanitização e enxaguadas em água potável.

As mexericas foram cortadas pelas metades e para obtenção do suco foi usado um espremedor de citros (Colombo, Mod. Industrial, 400W, Brasil). O suco foi envasado em baldes plásticos e armazenado a -22°C durante 48h para sua posterior crioconcentração. Após esse tempo o suco congelado foi desmoldado e cortado em partes menores para colocá-lo dentro de um pano de tecido e assim ser centrifugado a $139,75 \times g$ durante 5 min, com uso de uma centrífuga de roupas (Consul, C2A05ABANA, Brasil) de uso exclusivo para pesquisa de alimentos. Este procedimento se repetiu uma vez mais, pois se precisava de um teor de sólidos solúveis no crioconcentrado acima de 30°Brix .

O xarope de açúcar invertido usado na presente pesquisa proveniente da marca TecSabor (Ourinhos, São Paulo, Brasil) continha como ingredientes: açúcar cristal, ácido cítrico e água. Este foi diluído com água (pelo elevado teor SST de $80,5^{\circ}\text{Brix}$) até atingir o mesmo teor de sólidos solúveis que o crioconcentrado de mexerica.

4.2.3.2 Avaliação de tratamentos físicos

Dois métodos foram avaliados: centrifugação e pasteurização. Os objetivos desses tratamentos foram reter os tecidos insolúveis e interromper o processo enzimático respectivamente.

Para a centrifugação foram avaliados dois tratamentos: $34,94 \times g$ durante 3 min e $113,20 \times g$ durante 3 min. Foi usado uma centrífuga (MPW MED. INSTRUMENTS, MPW-351, 600W, Polônia), e o suco sobrenadante foi armazenado e congelado a -18°C para sua posterior análise.

Para a pasteurização foram avaliados dois tipos de tratamentos: 60°C durante 10 min e 85°C durante 10 min. Foi usado um fogão, termômetro e cronômetro para realizar os tratamentos por grupos (*batch*), depois as amostras foram esfriadas rapidamente em uma tigela com água e gelo, seguidamente armazenadas e congeladas a -18°C para sua posterior análise.

4.2.3.3 Avaliação de tratamento químico

Foi testado o uso do *florisil* (Supelco, São Paulo, Brasil) como tratamento químico, para a diminuição do amargor. O *florisil* foi adicionado na concentração de 30 g/L tal como foi trabalhado por Kashyap e Anand (2017), com agitação constante por um minuto. O *florisil* foi

removido por sedimentação e o suco de Ponkan já tratado foi filtrado com papel filtro, seguidamente armazenadas e congeladas a -18°C para sua posterior análise

4.2.4 Análises

4.2.4.1 Análises físico-químicas

Além das mesmas análises detalhadas no item 4.2.2 foram realizadas as seguintes análises:

4.2.4.1.1 Teor de ácido ascórbico

O conteúdo de ácido ascórbico foi determinado através de titulometria, que se baseia na redução do 2,6-diclorofenolindofenol (DCFI) pelo ácido ascórbico, segundo AOAC (1990), com substituição do solvente extrator ácido metafosfórico por ácido oxálico, de acordo com Benassi e Antunes (1988). Desta forma amostras de 25mL foram homogeneizadas com 50 mL de solução de extração (ácido oxálico 2%) por 2 minutos. Uma alíquota de 10mL foi tomada e diluída com a mesma solução extratora para 50 mL em balão volumétrico. Uma alíquota de 10 mL dessa solução foi titulada com 2,6-diclorofenolindofenol a 0.01%, sendo o ponto final da titulação detectado pela viragem da solução de incolor para rosa, quando a primeira gota de solução de DCFI é introduzida no sistema, com todo o ácido ascórbico já consumido.

Os resultados foram expressos em mg de ácido Ascórbico por 100mL de amostra.

4.2.4.1.2 Compostos fenólicos totais

Os compostos fenólicos totais foram determinados de acordo com a metodologia proposta por Singleton e Rossi (1965), onde em tubos de ensaio se adicionou 50 μL de suco diluído, 4,2 mL água destilada e 250 μL Folin Ciocalteu 0,2N. Se agitou e esperou-se reagir por 3 min depois adicionou-se 500 μL Na_2CO_3 1N e agitou. Após 60 min em repouso ao abrigo de luz e após o tempo de espera, colocou-se 300 μL em microplaca e se leio em espectrofotômetro (Epoch Microplate Spectrophotometer, Synergy-BIOTEK, Winooski, VT, USA) a 725 nm.

Os resultados foram expressos em mg de ácido gálico /100 mL de suco, e foram calculados através da curva padrão com ácido gálico ($y = 0,0007x + 0,0022$; $R^2 = 0,998$)

4.2.4.1.3 Atividade antioxidante in-vitro:

Foram usadas três metodologias para determinar a atividade antioxidante nos sucos:

FRAP: Esta determinação de atividade antioxidante está baseada na reação de redução do ferro (FRAP) segundo Benzie e Strain (1996); onde em uma microplaca foram adicionados 10 μ L de amostra e 290 μ L de reagente FRAP, seguidamente a microplaca foi deixada em repouso no escuro por 30 min. A leitura da absorbância foi realizada a 593 nm em um espectrofotômetro (Epoch Microplate Spectrophotometer, Synergy-BIOTEK, Winooski, VT, USA). Os resultados foram expressos em μ mol de Trolox equivalente/ 100 mL de suco; e foram calculados através da curva padrão de Trolox ($y = 0,0013x + 0,0019$ $R^2 = 0,996$).

DPPH: Foi seguida a metodologia de eliminação do radical DPPH proposta por Brand-Williams; Cuvelier e Berset (1995), onde para isso se tomou uma microplaca e se adicionou 20 μ L de amostra e 280 μ L do reagente DPPH (125 μ mol/L), preparado em metanol. A microplaca foi mantida em repouso e ao abrigo da luz por 30 min. A leitura da absorbância foi realizada a 517 nm em um espectrofotômetro (Epoch Microplate Spectrophotometer, Synergy-BIOTEK, Winooski, VT, USA). Os resultados foram expressos em μ mol de Trolox equivalente/ 100 mL de suco; e foram calculados através da curva padrão de Trolox ($y = 0,0913x - 0,9487$; $R^2 = 0,998$)

ABTS: Foi seguido a metodologia da atividade antioxidante pelo método de captura do radical ABTS, desenvolvido por Re et al. (1999). Para isso se teve que preparar o reagente ABTS, sendo misturado uma solução de ABTS (7 mmol/L) com uma solução de persulfato de potássio (2,45 mmol/L). Esta solução foi mantida no escuro por 16h e após esse tempo, foi tomado uma alíquota de 4 mL dessa solução e adicionados ao um balão volumétrico de 200 mL e o volume foi ajustado com água destilada. A absorbância a 734 nm dessa solução ABTS deve ser superior 0,7. Em uma microplaca se adicionou 20 μ L de amostra e 280 μ L da solução ABTS e se deixou reagir por 30 min no escuro. A leitura da absorbância foi realizada a 734 nm em um espectrofotômetro (Epoch Microplate Spectrophotometer, Synergy-BIOTEK, Winooski, VT, USA). Os resultados foram expressos em μ mol de Trolox equivalente/ 100 mL de suco; e foram calculados através da curva padrão de Trolox ($y = 0,2297x - 1,3379$; $R^2 = 0,995$)

4.2.4.1.4 Carotenoides totais

O conteúdo de carotenoides totais foi medido espectrofotometricamente segundo o indicado por Rodriguez-Amaya (1999), onde 10 mL de amostras de suco foram misturadas com 30 mL de acetona. A mistura permaneceu sob agitação por 1h na incubadora (MA832, Marconi, Brasil). Depois a amostra foi filtrada a vácuo (Biomec Brazil Pump, Eco 740, São Paulo, Brasil) usando um papel filtro de 0,16 mm de espessura. Em um funil de separação foi adicionado 25 mL de éter de petróleo com pequenas porções do extrato de acetona seguido de água. A fase inferior foi descartada e a amostra foi lavada com éter de petróleo para remoção completa da acetona. A fração etérica obtida contendo os pigmentos foi transferida para um balão volumétrico de 50 mL, sendo completada com éter de petróleo. A absorbância foi medida em espectrofotômetro (Shimadzu, Mini UV 1240,) a 450 nm (β -caroteno). O cálculo das concentrações se seguiu conforme a seguinte equação 2.

$$\text{Carotenoides} = \left(\frac{\text{Abs. Vf. } 10^6}{\varepsilon \cdot 100} \right) / Va \quad (2)$$

Onde: Abs: leitura absorbância no comprimento de onda; Vf: volume final dos pigmentos(mL); ε : coeficiente de extinção em éter de petróleo para β -caroteno = 2592; Va: volume da amostra (mL). Os resultados foram expressos em ($\mu\text{g/mL}$) equivalentes ao β -caroteno.

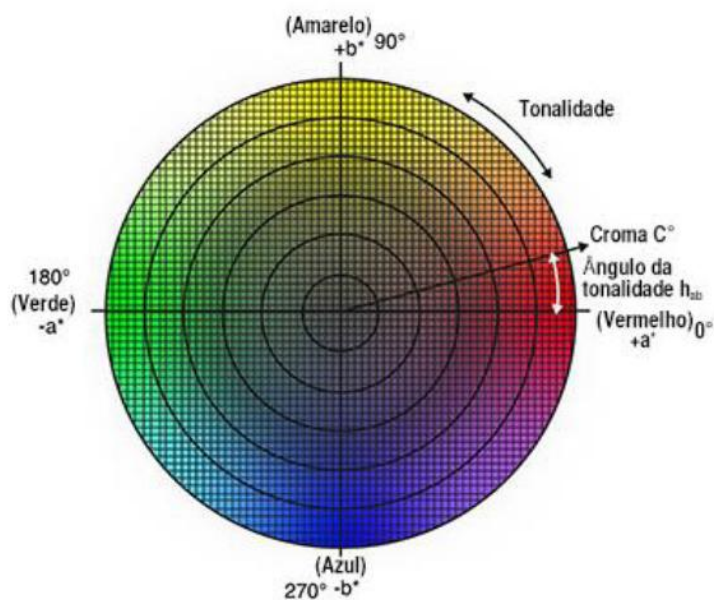
4.2.4.1.5 Cor

A cor foi analisada adicionando 15 mL do suco de ponkan em uma cubeta por meio de um colorímetro digital (KONICA MINOLTA, CM-5-ID, Osaka, Japão); onde os resultados foram expressos nas coordenadas do espaço de cores da Comissão Internacional *d'Eclairage* (CIE) L^* , a^* e b^* ; a Figura 4.2 mostra o espectro de cor do CIE-Lab. Sendo que o parâmetro L^* , determina a luminosidade (branco = 100 e preto = 0), a^* as coordenadas de verde (-a) a vermelho (+a) e b^* , coordenadas de azul (-b) a amarelo (+b). Considerando ditas coordenadas, o parâmetro Chroma (C^*) referente a intensidade de cor, será calculado pela equação 3, e o parâmetro ângulo Hue (h°) referente a tonalidade, será calculado segundo a equação 4.

$$C^* = (a^2 + b^2)^{1/2} \quad (3)$$

$$h^\circ = \arctg(b^* / a^*) \quad (4)$$

Figura 4.2. Espectro de cor CIE-Lab



Fonte: Konica Minolta

4.2.4.1.6 Análise dos açúcares

Seguiu-se a metodologia proposta por Santos *et al.*, (2018) para a quantificação de açúcares (glucose, frutose e sacarose), sendo determinada por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC 2695 Alliance, Waters, EUA). As amostras de sucos diluídas em água foram filtradas em filtro seringa (0,22 µm de nylon) antes das análises. O sistema de HPLC (bomba quaternária, desgaseificador e autoinjeter) acoplado a um detector de índice de refração Waters RI 2414 (Milford MA, EUA) foi utilizado. A quantificação ocorreu em um sistema de eluição isocrático com uma solução aquosa de ácido sulfúrico 0,005 M em fluxo de 0,5 mL/min. A coluna usada foi Aminex HPX-87H (300 x 7,8 mm), sendo mantida a 30 °C. A determinação do teor dos açúcares nas amostras ocorreu por comparação com os tempos de retenção dos padrões de referência (glucose: $y = 9,35E06x - 37747$, $R^2 = 0,992$; frutose: $y = 9,14E06x - 75598$, $R^2 = 0,993$ e sacarose: $y = 7,71E06x + 83246$, $R^2 = 0,986$).

4.2.4.2 Análises da limonina e naringina

Se realizaram dois tipos de preparo para as amostras, sendo detalhadas a seguir:

As amostras solidas (casca, albedo, semente) seguiram a metodologia proposta por Sun *et al.* (2013) com algumas modificações. 2g de pó foram misturados com 40 mL de acetona em submetidos a um banho ultrassom (150W) a 25°C por 30 min. Esse extrato foi centrifugado (MPW MED. INSTRUMENTS, MPW-351, 600W, Varsóvia, Polônia) a $3493,75 \times g$ por 10 min, o sobrenadante foi evaporado a vácuo em um evaporador rotativo (TE-211, Tecnal, Brasil) a 35°C até secagem. O resíduo foi dissolvido com acetonitrila até um volume de 10 mL. A solução foi filtrada em filtro seringa (0,22 µm de nylon) antes das análises no HPLC.

As amostras líquidas (suco, *blends*) seguiram a metodologia proposta por Bao *et al.* (2014) com algumas modificações. O suco/*blends* foi centrifugado (MPW MED. INSTRUMENTS, MPW-351, 600W, Varsóvia, Polônia) a $3493,75 \times g$ por 10 min, o sobrenadante foi diluído com metanol: água (80:20) na proporção 1:2 (v/v). A solução foi filtrada em filtro seringa (0,22 µm de nylon) antes das análises no HPLC.

A quantificação dos compostos amargos limonina e naringina seguiu a metodologia proposta por Ribeiro e Ribeiro (2008) com algumas modificações, sendo determinada por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC 2695 Alliance, Waters, EUA). Foi utilizado o sistema de HPLC (bomba, degaseificador e autoinjeter) acoplado a um detector PDA (Waters 2998, Milford MA, EUA) definido em 190 – 400 nm. A quantificação ocorreu em um sistema de eluição de gradiente com fase móvel Acetonitrila (A) e Água (B), 0-8 min 23%A, 8 -15 min 23-65% A, 15 – 20 min 65-70%A, 20 – 21 min 70-23%A, 21 – 22 min 23%A, a um fluxo de 1 mL/ min. A coluna C-18 Phenomenex gemini 5µm (150 x 4,60 mm) foi mantida a 25 °C, volume de injeção de 10 µL. A detecção da limonina foi a um comprimento de onda de 210 nm. E para naringina de 283 nm. A determinação dos teores dos compostos amargos nas amostras ocorreu por comparação com os tempos de retenção dos padrões de referência.

Os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) para cada composto foram determinados com base na curva de calibração de acordo com a seguinte equação 5.

$$LOD = \frac{3.3 \times SD}{\text{slope}} ; \quad LOQ = \frac{10 \times SD}{\text{slope}} \quad (5)$$

Onde: SD é o desvio padrão dos coeficientes lineares das curvas de calibração, e o *slope*: média entre coeficientes angulares das curvas de calibração.

Na Tabela 4.1. se mostram as equações que foram geradas trás construir as curvas de calibração com as concentrações conhecidas de cada padrão e as áreas geradas do pico cromatográfico, assim também os resultados dos LOD e LOQ respectivo.

Tabela 4.1. Parâmetros de calibração dos padrões no método HPLC

Padrão	λ (nm)	Concentração linear (mg/L)	Equação	R^2	LOD (mg/L)	LOQ (mg/L)
Limonina	210	10 – 100	$Y = 7519,9x - 1866,3$	0,9999	0,35	1,07
Naringina	283	9,81- 196,2	$Y = 17078x + 24062$	0,9998	0,48	1,29

O coeficiente de correlação obtido para os dos padrões foi bem próximo de 1, o que indica que o comportamento entre a concentração versus a área é linear. Tal como se mostra na Tabela 5.1 os limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) da limonina foram 0,35 e 1,07 mg/L respectivamente, já para a naringina o limite de detecção (LOD) e o limite de quantificação (LOQ) foram 0,48 e 1,29 mg/L respectivamente. Ribeiro e Ribeiro (2008) indicam que o limite de detecção é a concentração mais baixa do analito numa matriz de amostra que pode ser detectada, já o limite de quantificação é o valor mais baixo que pode ser quantificado com exatidão e precisão aceitáveis.

4.2.4.3 Análises sensorial

Para a realização da análise sensorial se contou com aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa (COEP) com registro CAAE 79418424.3.0000.0105, o qual foi gerenciado a traves da plataforma Brasil.

Os testes foram conduzidos em dois dias diferentes, primeiro foram avaliadas as misturas formuladas com o *blend* de suco de ponkan e suco crioconcentrado de mexerica e no outro dia foram avaliadas as misturas formuladas com o *blend* de suco de ponkan e o xarope.

Os voluntários fizeram a avaliação nas cabines individuais do laboratório de Análise Sensorial da Universidade Estadual de Ponta Grossa, onde através de um Qrcode foi proporcionado a ficha de avaliação sensorial.

Um grupo de 100 voluntários não treinados com idade entre 18 e 65 anos foram recrutados e devidamente informados sobre os critérios e cuidados do experimento. As amostras (15 mL)

foram proporcionadas em copinhos transparentes codificados, a uma temperatura de 10°C, junto com água e um pedaço de biscoito para limpar o paladar; os provadores foram instruídos a beber água entre as amostras e comer um pedaço de biscoito para limpar o paladar

Foi aplicado o Teste de Aceitabilidade com uma escala hedônica estruturada de 9 pontos, sendo que o extremo 1 corresponde ao termo desgostei extremamente, e o 9 ao termo gostei extremamente (Lawless; Heymann, 2010). Assim também, foi avaliado a escala ideal para os atributos de acidez, gosto amargo, doçura e sabor característico a ponkan, com cinco intensidades, variando de muito (nota 5), ideal (nota 3) e pouco (nota 1), conforme o teste JAR (*Just-About-Right*) para indicar quanto o excesso ou falta de determinado atributo influenciou no escore hedônico da aceitabilidade (Varela; Ares, 2012).

Os resultados foram apresentados como média e desvio padrão e foram submetidos a análise de variância e seguido do teste de médias de Tukey, utilizando-se o software STATISTICA 7.0 (Stat-Soft Inc., Tulsa, OK, EUA). Para gerar os gráficos das penalidades foi usado o software XLSTAT (*Trial version*).

4.2.5 Análise Estatística

Todas as análises estatísticas foram realizadas no software STATISTICA 7.0 (Stat-Soft Inc., Tulsa, OK, EUA). Os dados foram submetidos a análise de variância (ANOVA) e as diferenças entre as amostras foram avaliadas como o teste de médias de Tukey.

5 RESULTADOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DA PONKAN E OUTRAS FRUTAS CÍTRICAS

Na caracterização das partes da ponkan e das outras frutas cítricas foram analisadas 20 frutas. Na Tabela 5.1 podem ser observados os valores médios de cada parte.

Tabela 5.1. Caracterização física da Ponkan e outros citros

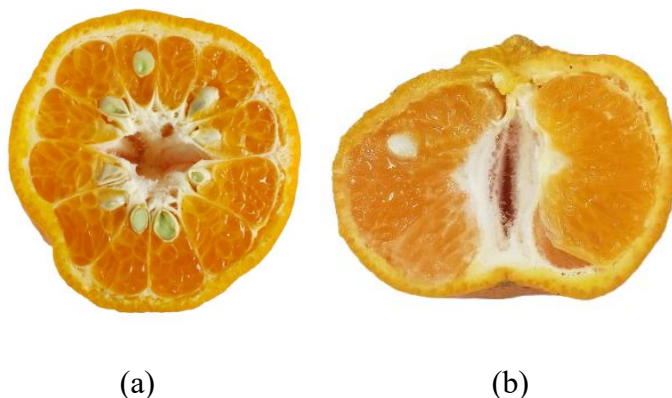
Parâmetros físicos	T. Ponkan	T. Mexerica	L. Pera	L. Baía
Diâmetro longitudinal (cm)	6,31 ^c ± 0,54	4,88 ^d ± 0,59	7,81 ^b ± 0,39	8,23 ^a ± 0,37
Diâmetro transversal (cm)	8,44 ^a ± 0,56	6,48 ^d ± 0,34	7,37 ^c ± 0,34	7,92 ^b ± 0,28
Peso/fruta (g)	223,19 ^b ± 26,02	114,99 ^c ± 10,89	220,81 ^b ± 26,21	260,00 ^a ± 26,03
Casca (%)	24,31 ^a ± 0,86	22,01 ^{ab} ± 0,93	15,14 ^c ± 0,70	19,15 ^b ± 0,49
Albedo (%)	0,57 ^b ± 0,09	0,51 ^b ± 0,04	7,37 ^a ± 0,36	6,83 ^a ± 0,08
Gomos (polpa) %	70,22 ^a ± 1,59	71,62 ^a ± 1,44	73,10 ^a ± 0,86	72,37 ^a ± 0,63
Semente (%)	2,07 ^b ± 0,16	4,72 ^a ± 0,78	1,12 ^b ± 0,69	0,41 ^c ± 0,16
Nº semente/fruta (unid.)	23 ^a ± 5	24 ^a ± 7	6 ^b ± 3	5 ^b ± 2
Rendimento suco (%)	37,90 ^b ± 1,19	35,66 ^b ± 1,67	45,31 ^a ± 1,22	38,39 ^b ± 1,12

Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras diferentes na mesma linha indicam uma diferença significativa entre as amostras (p<0,05)

Se encontraram diferenças significativas para as medidas dos diâmetros longitudinal e transversal das frutas cítricas analisadas. Em comparação com a mexerica, os diâmetros da ponkan foram maiores, mas em relação aos dois cultivares de laranja, estes apresentaram em média um diâmetro longitudinal menor. Os valores de diâmetros longitudinal (altura), diâmetro transversal e peso da ponkan estiveram dentro dos valores reportados por Vale *et al.* (2006), que analisaram alterações físico-químicas durante o armazenamento refrigerado da tangerina ponkan colhidas na cidade de Lavras – Minas Gerais, obtendo valores de 6,89 cm e 8,33 cm para os diâmetros longitudinal e transversal respectivamente. Pio *et al.*, (2006) fizeram medições em tangerina ponkan com diferentes porta-enxertos na massa de fruto proveniente do município de Capão Bonito-São Paulo e obtiveram valores de massa do fruto de 206 a 228 g para a tangerina Ponkan com porta-enxerto de cravo. Oliveira *et al.* (2014) avaliaram a qualidade de diferentes lotes das tangerinas Ponkan comercializadas em Ribeirão Preto-São Paulo encontrando valores de massa de fruta entre 185,46 – 270,98 gramas, diâmetro longitudinal entre 6,48 – 7,80 cm e diâmetro transversal 7,42 – 9,14 cm. De acordo com as Normas de Classificação de Citros de Mesa (Ceagesp, 2011), as ponkans avaliadas no presente trabalho são considerados dentro de um

tamanho médio pois possuem diâmetro entre 70 mm e 82 mm. Já para as mexericas o tamanho corresponde na categoria de pequeno, no entanto para as laranjas pera e baia corresponderam a um tamanho grande e médio respectivamente. Na Figura 5.1. se mostram os tipos de cortes transversal e longitudinal feitas na tangerina ponkan.

Figura 5.1. Corte (a) transversal e (b) longitudinal da tangerina ponkan



Fonte: A autora (2024)

Em relação ao peso das frutas, se encontraram diferenças significativas entre os pesos médios dos frutos analisados. Diversos fatores internos determinam o tamanho final do fruto, entre eles os fatores genéticos, nutricionais, a posição do fruto na árvore, a competição entre os órgãos em desenvolvimento; para uma mesma espécie o tamanho do fruto pode variar entre margens amplas (Neto, 2000). Os parâmetros de peso e tamanho dos citros estão relacionados com o estágio de maturação, alcançando-se maiores valores durante o estágio de completamente maduro (Sachan e Kumar, 2022). O peso da ponkan em média foi de $223,19 \pm 26,02\text{g}$, o qual foi estatisticamente igual ao peso da laranja pera, mas inferior ao da laranja baia; porém as mexericas apresentaram o menor peso/fruta das espécies cítricas analisadas

A ponkan e as outras frutas cítricas foram divididas nas seguintes partes: casca, albedo, gomos e sementes. Na Tabela 5.1 se apresenta a porcentagem de participação de cada uma destas partes em relação ao peso total da fruta. Para a ponkan os valores médios em peso foram os seguintes: casca (55,63 g), albedo (1,12g), gomos (69,09g) e sementes (4,87g). Observou-se diferença significativa entre as cultivares para as cascas, estando possivelmente relacionado com fatores genéticos e adaptação ao meio ambiente do cultivo. No caso do albedo a diferença foi notada entre os grupos das tangerinas vs. Laranjas, o que pode refletir padrões estruturais distintos entre

as espécies, já que o albedo é menos desenvolvido nas tangerinas. Em relação aos gomos, apesar de não haver diferença significativa entre as cultivares, essa parte correspondeu à maior proporção da fruta, confirmando seu papel como a fração mais aproveitada do ponto de vista tecnológico e nutricional.

Assim também foi contado o número de sementes/fruta sendo em média de 23 ± 5 unidades para a ponkan, que ao igual que as das mexericas resultaram sendo maiores em comparação com as sementes das cultivares das laranjas. No entanto, quando se considera a porcentagem de participação das sementes em relação ao peso da fruta, as mexericas apresentaram valor significativamente superior ($4,72 \pm 0,78\%$) estatisticamente com diferença significativa as demais frutas, o que sugere que, além da quantidade, o volume das sementes também é mais expressivo nesse grupo.

A Figura 5.2 ilustra os subprodutos que podem ser obtidos da tangerina ponkan. Segundo Detoni *et al.* (2009) fizeram avaliações de ponkans cultivadas no município de Maripá – Paraná e obtiveram valores de peso de casca de 46,39 – 62,29 g em função da exposição à sombra e ao sol respectivamente, e que em comparação ao peso da casca da ponkan analisada (55,63g) encontrou-se em concordância com os valores obtidos nesta pesquisa. Essa similaridade sugere que, apesar de diferenças ambientais e regionais, a composição da fruta em termos de casca mantém uma certa consistência, reforçando o potencial de aproveitamento industrial dessa fração. Cascas representam um subproduto com alto valor agregado, seja como fonte de fibras, pigmentos naturais ou compostos bioativos.

Os pesos médios obtidos de albedo e as sementes para a ponkan representaram 0,57% e 2,07% respectivamente do peso total da fruta. A baixa proporção de albedo está de acordo com a estrutura típica das tangerinas, cuja espessura é consideravelmente menor em comparação a outras espécies cítricas. Isto concorda com os achados de Cronjé *et al.* (2017) que indicam que no albedo, existe diferença na espessura entre os principais frutos cítricos, encontrando-se para as laranjas (*Citrus sinensis*) valores de 5-10 mm, toranjas (*Citrus paradisi*) maiores a 10 mm, limões (*Citrus. Limon*) com 5 mm e tangerinas (*Citrus unshui* e *Citrus reticulata*) menores a 3 mm, o que pode justificar o menor percentual encontrado

Alcântara *et al.* (2018) fizeram a caracterização de diferentes tangerinas no estado de Goiás e encontraram o valor médio de número de sementes para a tangerina ponkan de 13,23; e comparando este valor com o obtido no presente trabalho resultaram maiores o das tangerinas

ponkan e mexericas colhidas no estado de Paraná. Os dados obtidos sobre as sementes é um aspecto muito relevante nesta pesquisa, pois estas contribuem diretamente para o aumento dos níveis de compostos amargos, os quais impactarão negativamente o perfil sensorial do suco durante o processamento. Uma alternativa a este problema seria o melhoramento genético para produzir tangerinas ponkan sem sementes e assim reduzir o amargor no suco e o descarte de resíduos nas indústrias.

Figura 5.2. Produtos e subprodutos da ponkan



Fonte: A autora (2024)

O rendimento do suco de tangerina ponkan obtido no presente trabalho foi de $37,90 \pm 1,19\%$, sendo usado um extrator convencional de citros. No entanto, como mostrado na Tabela 5.1, a cultivar com maior rendimento foi a laranja Pera, com $45,31 \pm 1,22\%$. Esse resultado confirma o porquê essa fruta é amplamente utilizada para a extração industrial de suco a nível global.

Neto (2020) indica que o rendimento do suco depende do processo de extração. Pio *et al.* (2006) usaram uma extratora industrial com sistema FMC e acharam rendimentos de suco de ponkan com porta-enxertos de cravo de 29,15% até 46,1% o qual dependeu do tempo de colheita da fruta (maio-agosto). Embora, Oliveira *et al.* (2014) encontraram rendimentos de suco de tangerina ponkan de 38,57% a 61,66% dependendo do fornecedor atacadista. Dependendo da

tecnologia e do desenho do extrator vai se obter maiores ou menores rendimentos, o qual também vai influenciar na qualidade do suco em referência à presença de compostos que geram amargor, assim como presença de óleo essencial. Na indústria de citros existem extratores onde não se tem contato do suco com o óleo essencial das cascas e do bagaço, mas estes foram desenhados para laranjas, pois esses frutos são mais firmes em comparação com as tangerinas.

5.2 CONTEÚDO DE LIMONINA E NARINGINA EM DIFERENTES PARTES DA TANGERINA PONKAN E OUTROS CITROS

Na Tabela 5.2. pode se observar os teores dos compostos amargos (limonina e naringina) nas diferentes partes da ponkan e nas demais frutas cítricas avaliadas. Observa-se que essas concentrações variaram significativamente entre os tecidos das espécies cítricas analisadas. Em relação à limonina, as maiores concentrações foram encontradas nas sementes, com destaque na laranja Baia ($885,29 \pm 1,22$ mg/L) e na tangerina Mexerica ($723,34 \pm 1,47$ mg/L), resultado que corrobora os achados de Premi *et al.* (1994), apontaram que as sementes dos citros possuem a quantidade máxima de limonina, seguida da casca e do sumo.

No albedo, os valores variaram de 7,14 mg/L na tangerina Mexerica a 33,83 mg/L na tangerina Ponkan, sendo este o maior valor entre as cultivares. Essa concentração relativamente elevada pode indicar um potencial do albedo da Ponkan como fonte secundária de amargor, especialmente em processos que envolvem contato prolongado entre o suco e os tecidos internos da casca. Quanto à casca, a tangerina Ponkan também apresentou a maior concentração ($38,12 \pm 0,61$ mg/L), seguida pela Mexerica e laranja Pera. Já na laranja Baia, os valores estiveram abaixo do limite de detecção (LOD).

Diversos autores relataram variações nos teores de limonina em diferentes espécies cítricas e tecidos dos frutos, evidenciando que fatores como genótipo, estágio de maturação, condições ambientais e métodos analíticos influenciam significativamente esses resultados. Mulla (2013), por exemplo, analisou tecidos da laranja doce e encontrou teores de 480 mg/100 g nas sementes, 13,8 mg/100 g no albedo e 38,8 mg/100 g no flavedo (casca). Mahajan *et al.* (2018), ao estudarem a tangerina kinnow em diferentes períodos do ano, observaram concentrações de limonina na casca variando de 77,7 a 30,7 mg/L, enquanto nas sementes os valores oscilaram entre 1639,9 e 2578,3 mg/L no período de novembro a março, respectivamente. De forma semelhante, Montoya *et al.* (2019) analisaram sementes da tangerina Oneco em extratos de diclorometano e reportaram valores

de limonina entre 1510 ± 526 mg/kg e 2846 ± 649 mg/kg, dependendo da região de cultivo. Vikram *et al.* (2007) também confirmaram a presença elevada de diferentes limonoides nas sementes, com 282,17 mg/100 g para tangerina e 211,87 mg/100 g na *Cleopatra mandarin*. De forma geral, os dados apontam que as sementes concentram as maiores quantidades de limonina entre os tecidos avaliados. Isso é corroborado por Wang *et al.* (2016), que afirmaram que os limonoides se distribuem de forma diferenciada nos tecidos e órgãos dos citros, sendo que as sementes em particular contêm um nível relativamente elevado desses compostos.

Entre tanto, Huang *et al.* (2018) avaliaram oito variedades cítricas (laranjas, tangerinas e limão) em diferentes estádios de desenvolvimento as quais foram desidratadas, moídas inteiras e analisadas, encontrando teores de limonina de 1,46 - 48,91 mg/100g no estágio de queda do fruto, de 2,40 - 103,39 mg/100g no estágio de fruto jovem, de 5,26 - 42,17 mg/100g no estágio de expansão do fruto; já no estágio maduro o conteúdo de limonina foi relativamente baixo. Esses resultados reforçam a influência da fase de desenvolvimento do fruto sobre o acúmulo de limonoides.

Tabela 5.2. Teores de limonina e naringina em diferentes tecidos da Ponkan e outros citros

Tipo / tecido	Limonina (mg/L)			Naringina(mg/L)		
	Casca	Albedo	Semente	Casca	Albedo	Semente
T. Ponkan	$38,12^a \pm 0,61$	$33,83^a \pm 0,03$	$455,19^c \pm 1,74$	$42,95^a \pm 0,84$	$74,63^a \pm 0,88$	< LOD
T. Mexerica	$17,95^b \pm 0,63$	$7,14^c \pm 0,16$	$723,34^b \pm 1,47$	$31,28^b \pm 0,61$	$4,07^d \pm 0,05$	$2,18^a \pm 0,01$
L. Pera	$8,61^c \pm 0,05$	$12,20^b \pm 0,12$	$327,56^d \pm 1,25$	$20,45^c \pm 0,67$	$19,12^c \pm 0,18$	< LOD
L. Baía	< LOD	< LOQ	$885,29^a \pm 1,22$	$30,23^b \pm 0,61$	$26,45^b \pm 0,31$	< LOD

Nota: Resultados expressos em média $\pm$ desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa ($p < 0,05$)

No que respeita à naringina, os resultados revelaram que houve uma diferença significativa na concentração de naringina entre os diferentes tecidos cítricos e espécies cítricas. O albedo da tangerina Ponkan apresentou a maior concentração de naringina ($74,63 \pm 0,88$ mg/L), seguido da laranja Baía. Na casca, os valores variaram de $20,45 \pm 0,67$ mg/L na laranja Pera a $42,93 \pm 0,84$ mg/L na tangerina Ponkan, sendo este o maior valor. As sementes apresentaram níveis muito baixos de naringina, a tangerina Ponkan, bem como as laranjas Baía e Pera, apresentaram níveis baixos que o limite de detecção (LOD), a exceção da Mexerica, que atingiu $2,18 \pm 0,01$ mg/L. Em geral, as cascas de frutas cítricas apresentam maior teor de flavonoides (naringina) em comparação com a

polpa ou o suco (Xi *et al.* (2017), o que foi demonstrado nesta pesquisa, mas com concentrações particularmente mais altas encontradas no albedo da tangerina Ponkan.

Suri *et al.* (2022) pesquisaram sobre o conteúdo de naringina em cascas de tangerina kinnow alcançando um teor de 19,23 mg/g. Barreca *et al.* (2011) analisaram o conteúdo de flavonoides em diferentes tecidos do Chinotto (*Citrus myrtifolia* Raf) no estágio maduro encontrando teores de naringina de 24,2 mg/kg nas sementes, 552 mg/kg no albedo e 560 mg/kg no flavedo (casca). Ao igual que a limonina, a concentração deste composto também se vê afetado pelos cultivares, estágio de maturação, condições ambientais e métodos analíticos.

5.3 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO SUCO DE PONKAN E OUTROS CITROS

Foram feitas várias análises físico-químicas no suco de ponkan e nas outras frutas cítricas as quais se mostram na Tabela 5.3, com o objetivo de caracterizá-los.

O suco de tangerina Ponkan apresentou valores médios de pH de $3,78 \pm 0,01$ e acidez titulável de $0,56\% \pm 0,01$, expressa como ácido cítrico. Observou-se diferença significativa nos parâmetros de pH e acidez entre todas as amostras analisadas. As duas cultivares de laranja apresentaram os maiores valores de pH, enquanto a tangerina Mexerica apresentou o menor valor, situando-se abaixo da Ponkan. A acidez titulável variou de forma inversa ao pH, como esperado, sendo mais elevada no suco da tangerina Mexerica ($1,22\% \pm 0,01$) e mais baixa no da Ponkan, que se diferenciou das demais amostras por apresentar menor acidez. Esses resultados estão de acordo com os padrões esperados para frutas cítricas, embora variações entre estudos sejam comuns. Em estudos prévios, Maslov Bandić *et al.* (2023) analisaram o suco de variedades de mandarina Satsuma (*Citrus unshiu*) e obtiveram valores de pH entre 3,11 e 3,77, faixa semelhante à encontrada para a Ponkan neste estudo. Para o suco de laranja doce, foram relatados valores entre 3,23 e 3,66 (Agbaje *et al.* 2020; Akinola *et al.* 2018), enquanto Wang *et al.* (2019) reportaram valores mais elevados entre 4,25 e 4,31 na variedade de laranja ombigo Qicheng 52. Essas variações no pH são atribuídas a fatores como espécie, variedade, origem geográfica e até pode ser uma consequência de atividades de fermentação exibidas por microrganismos colonizadores, como observado por Szutowska (2020).

Em relação à acidez, os dados também se mostram consistentes com a literatura. Arora *et al.* (2018) reportaram valores entre 0,3% e 7,0% para sucos de frutas cítricas em geral, enquanto

Narwade *et al.* (2014) encontraram um teor de acidez de 0,24% no suco de laranja doce. Já Mahajan *et al.* (2018) relataram valores de 0,5% a 1,2% para suco de tangerina Kinnow, faixa que abrange os resultados obtidos para Ponkan e Mexerica nesta pesquisa. Como destacado por Sachan e Kumar (2022), os estádios de maturação influenciam significativamente a acidez dos frutos, o que pode justificar parte das diferenças observadas entre cultivares e entre estudos.

A tangerina ponkan é uma fruta não climatérica e devido a isso necessita ser colhida em um estágio adequado de maturação; que ocorre quando o conteúdo de açúcares e ácidos assim como o volume de suco apresentam uma composição desejável (Chitarra, 2005). Segundo CEAGESP (2011) para a tangerina Ponkan o ponto de colheita ideal está definido pelos requisitos mínimos de qualidade e acontece quando o fruto apresenta conteúdos mínimos de sólidos solúveis mínimo de 9° Brix, *ratio* (SST/AT) de 9,5 e percentual de suco de 35% como mínimo. Belo (2017) obteve os seguintes valores médios de sólidos solúveis: 9,1 ° Brix; acidez: 0,38% e *ratio* 25,79 para tangerina ponkan comercializadas no estado de Goiás. De acordo com os resultados obtidos para o suco de ponkan se obteve 11,25 ° Brix de sólidos solúveis, um *ratio* de 20,1 e 37,90% de rendimento de suco; com isto pode-se afirmar que as tangerinas colhidas para fins da pesquisa estavam em um ponto de maturação adequado, ao igual que para as mexericas. De outro lado, os sucos das laranjas também cumpriram os requisitos mínimos de qualidade, pois apresentaram valores acima de 10°Brix, 9,5 de *ratio* e 35% - 45% de rendimento de suco para a laranja baia e pera respectivamente.

Segundo Melo *et al.* (2013) indicam que a relação entre sólidos solúveis e acidez titulável é um indicador importante de sabor, pois reflete a proporção entre açúcares e ácidos dos frutos, assim também é um parâmetro indicativo do estágio de maturação ao determinar o equilíbrio do sabor doce: ácido (Couto e Canniatti-Brazaca, 2010). O *ratio* variou significativamente entre as amostras. O suco de tangerina Ponkan apresentou a maior proporção (20,1), reforçando que a tangerina ponkan é uma variedade melhor aceita para a comercialização *in natura* pelo mesmo fato de ser mais adocicada e menos ácida. As laranjas obtiveram valores mais baixos, justificando assim sua menor percepção de doçura e maior acidez. No caso da indústria de sucos cítricos, o *ratio* deve estar entre 12 e 18, para iniciar o processamento (Belo *et al.*, 2018).

Mahajan *et al.*, (2018) analisaram o suco da tangerina kinnow encontrando valores de sólidos solúveis de 11,9 a 9,2 °Brix. Os sólidos solúveis totais estão composto principalmente por açúcares como a glucose, a sacarose e a frutose, representando cerca de 80% do seu conteúdo; os restantes 20% são compostos nitrogenados, incluindo aminoácidos, assim também como ácidos

tais como o cítrico, o oxálico e o málico (Sachan e Kumar 2022). A maioria dos frutos cítricos geralmente são reconhecidos como pronto para a colheita quando o seu nível de sólidos solúveis atinge um valor de 8,5% (°Brix) (Kashyap *et al.* 2020). No caso dos sucos analisados os valores obtidos oscilaram entre 58,7 – 62,5% para suco das tangerinas ponkan e mexerica respectivamente e de 50,2% - 57,0% para o suco das laranjas pera e baia respectivamente. Em geral, as proporções obtidas são mais baixas do que a faixa indicada na literatura, sugerindo que os sucos analisados possuem uma quantidade significativa de sólidos não açucarados, como ácidos orgânicos e minerais.

Tabela 5.3. Caracterização físico-química dos sucos de diferentes citros

Parâmetros físico-químicos	Suco			
	Tang. Ponkan	Tang. Mexerica	Laranja Pera	Laranja Baía
pH	3,78 ^c ± 0,01	3,04 ^d ± 0,01	4,03 ^b ± 0,01	4,33 ^a ± 0,01
Acidez Total (g /100mL)	0,56 ^d ± 0,01	1,22 ^a ± 0,01	0,77 ^b ± 0,02	0,69 ^c ± 0,01
Sólidos solúveis (°Brix)	11,25 ^b ± 0	11,55 ^a ± 0,09	10,21 ^c ± 0,07	11,50 ^a ± 0
Ratio (SST/AT)	20,1 ^a	9,5 ^d	13,2 ^c	16,8 ^b
Densidade (g/cm ³)	1,03879 ^{ab} ± 0,00002	1,04081 ^{ab} ± 0,00006	1,03479 ^b ± 0,00041	1,04198 ^a ± 0,00314
Açúcares totais (g/100 mL)	6,60 ^b ± 0,17	7,22 ^a ± 0,23	5,12 ^c ± 0,31	6,55 ^b ± 0,27
Glucose (g /100 mL)	1,69 ^a ± 0,06	1,26 ^b ± 0,06	0,73 ^c ± 0,02	1,22 ^b ± 0,01
Frutose (g /100 mL)	1,95 ^a ± 0,05	1,52 ^b ± 0,06	1,11 ^c ± 0,01	1,62 ^b ± 0,02
Sacarose (g /100 mL)	4,45 ^b ± 0,09	5,34 ^a ± 0,16	3,35 ^c ± 0,09	4,56 ^b ± 0,04
Vitamina C (mg/100mL)	69,58 ^b ± 0,31	55,88 ^c ± 0,83	49,21 ^d ± 0,54	82,20 ^a ± 0,54
Comp. fenólicos (mgGAE/100mL)	51,54 ^b ± 5,30	41,41 ^c ± 5,69	37,98 ^c ± 2,44	58,24 ^a ± 3,29
Carotenoides (µg/mL)	624,04 ^a ± 1,36	616,32 ^a ± 1,36	238,23 ^b ± 1,36	168,79 ^c ± 6,82
Atividade antioxidante: FRAP (µmol TE /100mL)	317,57 ^b ± 18,21	226,42 ^c ± 18,19	219,65 ^c ± 18,30	348,88 ^a ± 15,49
DPPH (µmol TE /100mL)	283,02 ^a ± 16,12	201,51 ^c ± 19,22	272,05 ^a ± 17,85	233,49 ^b ± 19,97
ABTS (µmol TE /100mL)	255,18 ^b ± 9,94	180,09 ^d ± 3,16	200,81 ^c ± 11,28	271,42 ^a ± 9,40
Cor				
L*	54,51 ^c ± 0,05	52,63 ^d ± 0,11	57,57 ^b ± 0,13	68,72 ^a ± 0,07
a*	18,94 ^b ± 0,05	22,91 ^a ± 0,03	7,35 ^c ± 0,05	6,51 ^d ± 0,01
b*	72,75 ^a ± 0,13	69,08 ^b ± 0,11	65,26 ^c ± 0,18	49,76 ^d ± 0,04
Chroma	75,18 ^a ± 0,11	72,78 ^b ± 0,11	65,67 ^c ± 0,18	50,18 ^d ± 0,04
ΔHue	75,41 ^{oc} ± 0,05	71,66 ^{od} ± 0,02	83,57 ^{oa} ± 0,03	82,55 ^{ob} ± 0,01
Compostos amargos				
Limonina (mg/L)	13,19 ^a ± 0,25	6,58 ^b ± 0,37	2,32 ^c ± 0,90	2,12 ^c ± 0,79
Naringina (mg/L)	55,86 ^b ± 0,26	48,44 ^c ± 0,14	158,83 ^a ± 0,87	156,08 ^a ± 0,88

Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais na mesma fila apontam que não há diferença significativa (p<0,05)

A densidade é outro parâmetro na indústria dos sucos que precisa ser monitorado, por estar diretamente relacionada à concentração de sólidos solúveis. Para o suco de ponkan a densidade média obtida foi de 1,03879 ± 0.00002 g/cm³, no entanto os sucos de mexerica e laranja baia

mostraram valores superiores a este, no entanto, o suco de laranja Pera apresentou o menor valor entre as cultivares avaliadas. Ao respeito, Arilla *et al.* (2020) analisaram suco de laranja pasteurizado encontrando um valor de densidade de $1,0525 \text{ g/cm}^3$; assim também esses autores indicam que nos sucos de frutas, o conteúdo de sólidos solúveis influencia diretamente os valores de densidade. Essa relação entre a densidade e os sólidos solúveis têm sido amplamente estudada e, com base nela, têm sido desenvolvido modelos de regressão linear múltipla para estimar o valor da densidade a partir dos sólidos solúveis ($^{\circ}\text{Brix}$). Em linha com isso, Gupta *et al.* (2021) ao analisarem suco de pomelo encontraram um aumento da gravidade específica, (parâmetro que guarda relação direta com a densidade), indicando que é devido a um aumento dos sólidos solúveis. De forma semelhante, Mukama *et al.* (2020) reportaram valores de densidade para suco cítricos, entre $1030\text{-}1060 \text{ kg/m}^3$ para o suco de laranja e de 950 kg/m^3 para suco de toranja, estes valores estão em concordância com os obtidos nesta pesquisa.

Se obteve um conteúdo de açúcares totais para o suco de ponkan de $6,60 \pm 0,17 \text{ g/100mL}$; entre as amostras analisadas, os sucos das tangerinas apresentaram maior teor de açúcares totais ($7,22 \text{ g/100 mL}$ para a Mexerica) em comparação com os sucos de laranja. Agbaje *et al.* (2020) indicam que a quantidade de açúcar total determina a doçura de sucos e bebidas, os quais incluem aos açúcares redutores e não redutores. Shravan *et al.* (2018) encontraram níveis de açúcares totais de 8,36%, açúcares redutores de 1,80% e açúcares não redutores de 6,56% para o suco de laranja doce (*Citrus sinensis*), em comparação, o suco de ponkan apresentou menores teores de açúcares totais.

As análises quantitativas dos açúcares foram feitos por HPLC para glucose, frutose e sacarose, os valores se mostram na Tabela 5.3 dando como resultado para o suco de ponkan: $1,54 \pm 0,05 \text{ g/100 mL}$ para glucose, $1,77 \pm 0,04 \text{ g/100 mL}$ para frutose e $4,05 \pm 0,09 \text{ g/100 mL}$ para sacarose. Segundo Zheng *et al.* (2016) os principais açúcares presentes nos frutos cítricos são a frutose, glucose e sacarose as quais conferem a característica de doçura. Pode-se indicar que concentração destes açúcares em todos os sucos analisados na presente pesquisa exibiu diferenças estatísticas significativas. Os níveis de glicose foram mais abundantes no suco de ponkan; a frutose, por outro lado apresentou um padrão semelhante ao da glicose nos sucos analisados. A sacarose foi o açúcar predominante em todas as amostras, com os níveis mais altos encontrados nas tangerinas ($5,34 \text{ g/100 mL}$ para Mexerica), seguida por Baía com $4,56 \text{ g/100 mL}$. O teor mais elevado de sacarose nos sumos de tangerina Mexerica e de laranja Baía pode contribuir para a sua

percepção mais doce, uma vez que a sacarose tem um maior poder adoçante do que a glucose. Isto sugere que, apesar da maior acidez da Mexerica, o seu elevado teor de sacarose pode atenuar a percepção do sabor ácido.

O teor de açúcares em sucos cítricos varia de acordo com a variedade de fruta e o estágio de maturação (Yu *et al.* 2012). Gupta *et al.* (2021) analisaram o conteúdo de açúcares no suco de pomelo obtendo valores de 1,1 g/100 mL para glucose, 1,2 g/100 mL para frutose e 5,0 g/100 mL para sacarose. Roussos (2011) investigou o suco de laranja var. salustiana determinando 2,58 g/100 mL de glucose, 2,69 g/100 mL de frutose e 3,66 g/100 mL de sacarose. Da mesma forma, Cheng *et al.* (2020) analisaram suco de mandarin (*Citrus unshiu*) e reportaram 2,93 g/ 100 mL de glucose, 2,93 g/ 100 mL de frutose e 5,64 g/ 100 mL de sacarose. Ao respeito, observa-se que os teores de glicose, frutose e sacarose observados no suco de Ponkan, assim como nos demais cítricos avaliados neste estudo, se mostraram semelhantes aos valores relatados na literatura, indicando consistência entre os dados obtidos e os descritos por outros autores.

O conteúdo de Vitamina C presente no suco de ponkan foi de $69,58 \pm 0,31$ mg ácido ascórbico/100mL. As amostras analisadas apresentaram variação significativa, os teores de vitamina C variou de 49,21 a 82,20 mg/100 mL, realçando ao suco de laranja Baia. Segundo Couto e Canniatti-Brazaca (2010) encontraram teores de vitamina C de laranjas superiores ao de tangerinas, sendo isto verificado em esta pesquisa.

Stinco *et al.* (2013) encontraram um conteúdo médio de ácido ascórbico de 61,79 mg/100 mL para o suco de laranja industrial recém espremido. Gupta *et al.* (2020) reportaram um conteúdo de vitamina C para suco de pomelo de 0,66 mg/mL de ácido ascórbico. Couto e Canniatti-Brazaca (2010) reportaram valores de 62,50 -80,03 mg/100 mL de suco para laranjas pera e baia respectivamente, e para tangerinas murcote e ponkan de 21,47 – 32,47 mg/100 mL de suco respectivamente. Pode-se observar teores similares entre os analisados e os citados, sendo que o teor de vitamina C no suco de ponkan analisado nesta pesquisa foi superior ao reportado pelos autores. Cabe indicar que um fator que influencia o conteúdo de ácido ascórbico é o estágio de maturação, em estádios de pre-maturação (verdes) as frutas cítricas apresentam um teor de ácido ascórbico elevado tal como o encontrado por Mukhim *et al.* (2015); Riaz *et al.* (2015); Rokaya *et al.* (2016) para limão *assam* (90,45 mg/100 g), tangerina kinnnow (46,60- 52,10 mg/100 g) tangerina mandarim (37,12 mg/100 g); assim os níveis de vitamina C e acidez diminuem durante o processo de amadurecimento das frutas cítricas e segundo Hamid *et al.* (2024) indicam que isto pode ser

causado pela oxidação devido ao aumento da temperatura seguido da degradação do ácido ascórbico.

No que concerne ao conteúdo de carotenoides, o suco de ponkan analisado no presente trabalho atingiu um valor de $624,04 \pm 1,36 \mu\text{g } \beta\text{-caroteno/mL}$. Em comparação com as laranjas o teor de carotenoides mostrou-se significativamente maior nos sucos de tangerinas (Ponkan e Mexerica), sugerindo que estes frutos possuem maior potencial de contribuir para a coloração alaranjada característica. Os altos níveis de carotenóides das tangerinas são atribuídos à β -criptoxantina, uma pró-vitamina A biodisponível, bem como à presença de zeaxantina e β -caroteno. Isso é consistente com estudos de outros autores (Rodriguez-Concepcion *et al.*, 2018; Stuetz *et al.*, 2010). Cabe ressaltar que os carotenoides possuem capacidade antioxidante e fornecem propriedades nutricionais por ser precursores da pró-vitamina A (Rodriguez-Concepcion *et al.*, 2018). Stinco *et al.* (2013) reportaram uma concentração de β -caroteno para suco de laranja var. salustiana industrial recém extraído de 0,17 mg/L, segundo os autores obtiveram um conteúdo baixo em comparação com outras variedades. Roussos (2011) também analisou a mesma variedade de fruta sobre duas formas de produção obtendo valores de 0,29 e 0.43 mg/L de β -caroteno no suco de laranja com práticas de cultivo integradas e orgânica respectivamente. Maslov Bandić *et al.* (2023) analisaram o suco de diferentes variedades de mandarin Satsuma (*Citrus unshiu*) relatando valores de carotenoides de 72,77 a 200,57 $\mu\text{g/L } \beta\text{-carotenos}$, segundo os autores esses valores resultaram baixos devido às condições ecológicas do cultivo, tais como a do ambiente e o estresse na salinidade do solo. Assim também foi analisado o conteúdo de carotenoides totais na polpa seca dessas mandarinas atingindo um valor superior, de 543 $\mu\text{g } \beta\text{-caroteno/g}$; com isto se pode observar que o teor de carotenoides (expressados como β -carotenos) foi maior no suco de ponkan, sendo um diferencial entre os demais sucos dos cítricos mencionados.

Tal como se mostra na Tabela 5.3. o conteúdo de compostos fenólicos, reconhecidos por suas propriedades antioxidantes, seguiu um padrão semelhante ao teor de ácido ascórbico, com os sucos de tangerina Ponkan e de laranja Baía apresentando as maiores concentrações (51,54 a 82,20 mg GAE/100 mL, respectivamente). Esses valores são consistentes com dados da literatura, embora exista considerável variação entre estudos e espécies cítricas analisadas; segundo Stinco *et al.* (2013) um conteúdo total de compostos fenólicos de 536,95 mg/L foi determinado para suco de laranja industrial, enquanto Gupta *et al.* (2020) obtiveram um conteúdo total de fenóis de 17,42 $\mu\text{g GAE/mL}$ para suco de pomelo, já Das e Sahu (2022) reportaram 174,6585 $\mu\text{g GAE/mL}$ no suco

fresco do limão doce (*Citrus limetta*). Entretanto, Maslov Bandić *et al.* (2023) encontraram valores de 70,33 – 111,07 mg GAE/100mL para suco de variedades diferentes de mandarin Satsuma (*Citrus unshiu*). As diferenças entre os resultados podem estar associadas à composição química das variedades cítricas, incluindo à presença de flavonóides como naringina e hesperidina, compostos amplamente associados à atividade antioxidante e que trazem potenciais benefícios à saúde (Vavoura *et al.*, 2022)

Os resultados obtidos para o suco de ponkan em referência a atividade antioxidante *in-vitro* foram: $317,57 \pm 18,21$ $\mu\text{mol TE}/100\text{mL}$ para o método do poder antioxidante redutor do ferro (FRAP), $283,02 \pm 16,12$ $\mu\text{mol TE}/100$ mL para o método baseado no sequestro do radical 2,2-difenil-1-picrilidrazil (DPPH) e $255,18 \pm 9,94$ $\mu\text{mol TE}/100\text{mL}$ para o método baseado na capacidade para capturar o cátion do 2,2-azino-bis(3-etilbenzotiazolina) -6- ácido sulfônico (ABTS). São utilizados diferentes métodos para avaliar a atividade antioxidante com a finalidade de diminuir os interferentes específicos de cada análise. A atividade antioxidante dos sucos analisados apresentou variações consistentes com os teores de compostos fenólicos totais e carotenoides. Estudos prévios indicam que uma combinação de vitamina C, compostos fenólicos totais e carotenoides exerce influência direta na capacidade antioxidante dos sucos (Zacarias-Garcia *et al.*, 2021). O suco de laranja Baía apresentou a maior atividade antioxidante no teste FRAP (348,88 $\mu\text{mol TE}/100$ mL), enquanto o suco de tangerina Mexerica apresentou a menor atividade (226,42 $\mu\text{mol TE}/100$ mL). Esse padrão também foi observado nos testes DPPH e ABTS, confirmando a correlação positiva entre compostos bioativos e atividade antioxidante.

O suco de laranja Baía apresentou a maior atividade antioxidante no teste FRAP (348,88 $\mu\text{mol TE}/100$ mL), enquanto o suco de tangerina Mexerica apresentou a menor atividade (226,42 $\mu\text{mol TE}/100$ mL). Esse padrão também foi observado nos testes DPPH e ABTS, confirmando a correlação positiva entre compostos bioativos e atividade antioxidante. Sun *et al.* (2013) reportaram valores de atividade antioxidante para o suco de ponkan de 21,85 GAE mg/g para DPPH, 96,34 GAE mg/g para FRAP e 196,35 GAE mg/g para ABTS, já para laranja de umbigo os valores reportados foram menores ao da ponkan. Roussos (2011) obteve 36,4 % de inibição DPPH e 85,0 $\mu\text{mol TE}/\text{mL}$ para FRAP para suco de laranja. Já, Maslov Bandić *et al.* (2023) quem analisaram suco de variedades diferentes de mandarin satsuma (*Citrus unshiu*) encontraram valores de capacidade antioxidante para DPPH de 204 a 277 $\mu\text{mol TE}/100\text{mL}$; 338 a 380 $\mu\text{mol TE}/100\text{mL}$

para ABTS; com isto pode-se observar que os valores obtidos para o suco de ponkan ficaram mais semelhantes aos da mandarin satsuma.

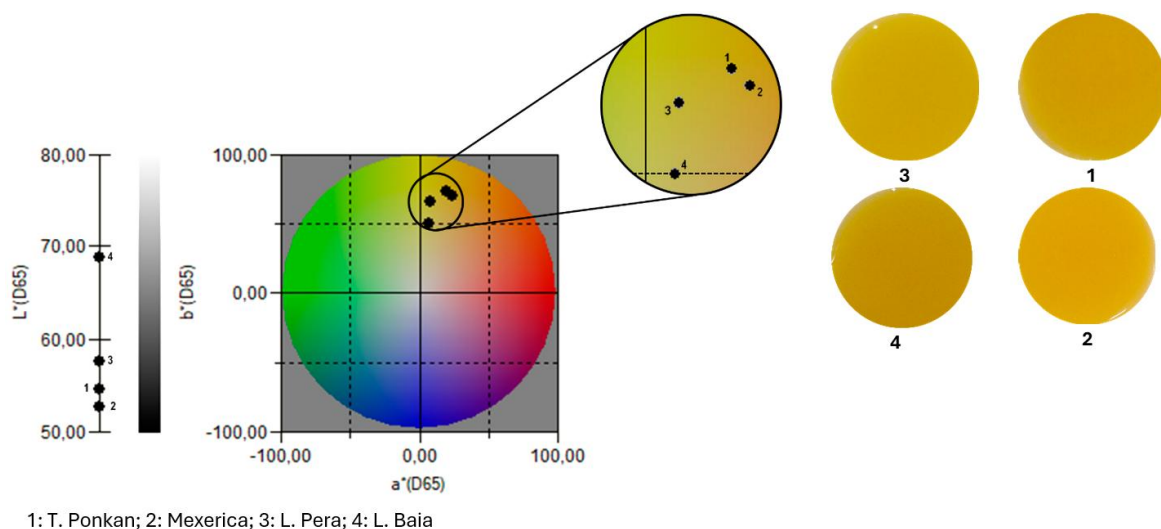
Tripoli *et al.*, (2007) indica que a atividade antioxidante total no suco de laranja se deve à presença da fração hidrofílica que contém o ácido ascórbico e compostos fenólicos, quanto a fração lipolítica que contém principalmente os carotenoides. Na mesma linha, Gupta *et al.*, (2021) apontaram que a interação dos compostos antioxidantes tais como o ácido gálico, catequina, naringina, ácido cítrico, vitamina C pode resultar em efeitos sinérgicos ou aditivos na eliminação de radicais livres, resultando em maior atividade antioxidante. No entanto, o suco das tangerinas contém altos níveis de carotenoides, sua atividade antioxidante geral foi menor, o que implica que esses pigmentos desempenham um papel na capacidade antioxidante, mas não isoladamente (Sun *et al.*, 2002; Gupta *et al.*, 2020)

Por outro lado, os resultados dos parâmetros de cor situaram a cor do suco no ponto 1 mostrado na Figura 5.3; os valores dos parâmetros $+a^*$, $+b^*$ foram positivos e indicaram cores orientadas para o vermelho e amarelo respectivamente, mas ao calcular os parâmetros de *Chroma* (saturação) e ângulo *Hue* (tonalidade cromática) situaram a cor do suco ponkan no primeiro quadrante do círculo de cor CIE-Lab em uma cor laranja. O parâmetro de L^* (Luminosidade) indicou uma cor ligeiramente escura. Encontrou-se uma variação substancial entre os sucos das diferentes amostras analisadas, os sucos das tangerinas exibiram valores superiores de a^* , b^* e croma em contraste aos sucos de laranja. Os sucos mexerica, ponkan demonstraram uma cor vermelheada, enquanto os sucos de laranja apresentam tons mais claros e amarelados.

Beltran-Gonzalez *et al.* (2008) fizeram estudos na mandarina cv Hernandina e avaliaram a cor do suco obtendo valores de L^* : 50,26; a^* : 21,03; b^* : 52,33; *Chroma*: 56,40 e ângulo *Hue*: 68,11, com isto pode-se observar que em comparação, os parâmetros a^* e L^* estiveram bem próximos, porém o parâmetro b^* , *Chroma* e ângulo *Hue* foram menores aos obtidos para a tangerina ponkan. Por outro lado, Stinco *et al.* (2013) analisaram os parâmetros colorimétricos do suco de laranja var. Salustiana encontrando valores de L^* : 74,61; a^* : 7,45; b^* : 76,60; *Chroma*: 76,97 e ângulo *Hue*: 84,40; desta vez os parâmetros de b^* e *Chroma* estiveram mais próximos aos do suco de ponkan. Os parâmetros a^* b^* estão associados à presença de pigmentos carotenóides; as tangerinas apresentaram o maior teor desses pigmentos e devido a isso os maiores valores desses parâmetros. Os sucos de laranja exibiram maiores valores de L^* e Hue° , o que pode ser atribuído a diferenças

na composição do suco, concentração de sólidos suspensos e teor de pigmento carotenóide; já o parâmetro Hue° confirmou uma predominância de tons amarelo-alaranjados.

Figura 5.3. Gráfico colorimétrico do suco no círculo de CIE-Lab



Fonte: A autora (2024)

Com relação aos compostos amargos avaliados no suco de ponkan, foi encontrado maior conteúdo de naringina (55,86 mg/L) que de limonina (13,19 mg/L). Em relação as amostras analisadas no presente trabalho se encontrou que os sucos das tangerinas apresentaram diferença estatisticamente significativa no teor de limonina e naringina, enquanto não foi observada diferença nos teores desses compostos nos sucos de laranja. Entre as espécies cítricas, a tangerina Ponkan exibiu o maior teor de limonina no suco, enquanto as laranjas apresentaram o maior teor de naringina. No entanto, pode-se indicar que o principal composto responsável pelo amargor nos sucos cítricos das quatro variedades avaliadas é a limonina. Isso porque, embora os sucos de laranja apresentem um teor de naringina três vezes maior (o que também pode contribuir com o amargor), esses sucos apresentam um amargor tolerável e são sensorialmente bem aceitos pelos consumidores.

Gupta *et al.* (2021) trabalharam com pomelo encontrando um conteúdo de $1308 \pm 10,52$ µg/mL de teor de naringina no suco. Stinco *et al.* (2013) analisaram diferentes flavanonas no suco de laranja var. Salustiana encontrando entre estes: conteúdo de naringina de $6,32 \pm 2,58$ mg/L, $23,35 \pm 6,78$ de narirutina, hesperidina $355,92 \pm 72,38$ entre os principais. Barreca *et al.* (2011) analisaram o conteúdo de flavonoides em diferentes tecidos do Chinotto (*Citrus myrtifolia* Raf) o

encontrando um teor de naringina no suco de 19,2 mg/kg no estágio imaturo e de 5,85 mg/kg no estágio maduro. DiDonna *et al.* (2013) pesquisaram o conteúdo de flavanonas em suco de citros e bebidas comerciais encontrando um conteúdo de naringina de 0,36 a 2,84, mg/L em suco de laranjas; 304,47 mg/L para suco de 100% toranja; 4,87 mg/L para refrigerante de chinotto. Ao comparar os resultados obtidos com os da literatura pode-se observar que existem diferenças acentuadas e isso é devido ao tipo de suco analisado, técnicas de análises usadas. Por outro lado, o *threshold* da naringina indicado segundo a literatura é < 20 mg/L (Guadagni *et al.*, 1973), nas amostras analisadas no presente trabalho encontrou-se que os teores de naringina estiveram acima deste limiar para todos os cultivares cítricos. Ao respeito, Kashyap e Anand (2017) indicam que a naringina é o flavonoide responsável pelo amargor do suco da tangerina kinnow; a tangerina kinnow é um híbrido desenvolvido a través do melhoramento genético para ter poucas ou não ter sementes.

Sobre a limonina, Mahajan *et al.* (2018) encontraram teores de limonina no suco da tangerina kinnow de 22,1 – 10 mg/L do período de novembro a março respectivamente. Kola *et al.* (2010) fizeram análises no suco da laranja navel Washington encontrando um conteúdo de 10,67 mg/L de limonina; Narwade *et al.* (2014) pesquisaram o suco de laranja doce cv. Nucellar identificando um conteúdo de 7,03 mg/L de limonina. Drewnowski; Gomez-Carneros, (2000) reportaram teores de limonina no suco de limão de 12 mg/L, no suco de laranja de 9,7 mg/L e no suco de tangerina de 34,7 mg/L. Entretanto, Mulla (2013) analisou o suco de laranja doce recém-extraído obtendo um valor de 0,15 mg/L de limonina, esta quantidade de limonina se encontra abaixo do *threshold*, mas é coerente com o fato de que o suco fresco recém extraído não possui sabor amargo. Mongkolkul *et al.* (2006) quem trabalharam com a *Thai tangerine* indicam como nível (limiar) *threshold* da limonina < 5 mg/L. Os sucos das tangerinas analisadas apresentaram os toeres de limonina acima do *threshold* da limonina, não entanto os sucos das laranjas estiveram abaixo esse limiar.

A limonina é a principal causa do “amargor tardio”, pois no fruto *in natura* ou no suco recém extraído não se percebe o amargor, mas vão se tornando gradualmente amargos após o processamento, armazenamento, mesmo quando refrigerados ou congelados (Hasegawa *et al.*, 1996). Segundo Mongkolkul *et al.* (2006) o teor de limonina varia com as cultivares, grau de maturação, condições climáticas, práticas de horticultura, condições de processamento e armazenamento.

5.4 EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS NA REDUÇÃO DE AMARGOR DO SUCO DE PONKAN E PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

5.4.1 Tratamento Físicos:

Foram testados dois tipos de tratamento físico (centrifugação e pasteurização) no suco de ponkan com a finalidade de investigar o efeito sobre os parâmetros físico-químicos e nos compostos amargos.

5.4.1.1 Centrifugação

Na Tabela 5.4 se apresentam os resultados do tratamento com a centrifugação realizada em dois níveis a 500 rpm ($34,94 \times g$) e 900 rpm ($113,20 \times g$), ambos pelo mesmo período de 3 minutos, obtivendo-se 3% de sedimentos; foram escolhidos esses níveis relativamente baixos pois a finalidade não era obter um suco totalmente clarificado e esses valores mantiveram as características de aparência próprias ao suco integral de ponkan. Segundo Stinco *et al.* (2013) indicam que depois de extrair o suco são feitas operações tal como a centrifugação para separar, remover as vesículas (sacos) e excesso de polpa (até 1-3%).

Tabela 5.4. Efeito da centrifugação no suco de ponkan

Tratamentos	Parâmetros físico-químicos			Compostos amargos	
	pH	Sólidos solúveis (°Brix)	Acidez	Limonina (mg/L)	Naringina (mg/L)
suco sem tratamento	$3,78^a \pm 0,01$	$11,25^b \pm 0,01$	$0,56^a \pm 0,01$	$13,19^a \pm 0,25$	$55,86^a \pm 0,26$
500 rpm / 3 min	$3,76^{ab} \pm 0,01$	$11,50^a \pm 0,01$	$0,53^b \pm 0,01$	$12,81^{ab} \pm 0,08$	$40,43^b \pm 0,15$
900 rpm / 3min	$3,75^b \pm 0,01$	$11,42^{ab} \pm 0,14$	$0,54^b \pm 0,01$	$12,55^b \pm 0,07$	$40,18^b \pm 0,32$

Nota: Resultados expressos em média $\pm$ desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa ($p < 0,05$)

Enquanto ao parâmetros físico-químicos pode-se observar que existe diferença significativa nos parâmetros de pH, sólidos solúveis e acidez. O pH do suco de ponkan diminuiu ligeiramente com o aumento da força centrípeta, no entanto os sólidos solúveis aumentaram e a acidez também

se viu diminuída. O fato de que os sólidos solúveis tenham aumentado pode se dever a que a centrifugação removeu uma pequena fração líquida com menor concentração de sólidos solúveis, obtendo-se o suco restante relativamente mais concentrado. Assim também ao ter sido as amostras tratadas previamente congeladas, podem ter acontecido alterações estruturais o que influenciou na distribuição dos sólidos solúveis no suco gerando aquele incremento.

Com relação aos compostos amargos também se obteve diferença estatística e observou-se uma diminuição dos dois compostos tanto limonina e naringina à medida que foi aumentado a força centrípeta, porém a naringina teve uma maior redução alcançando um 28%, já a limonina só reduziu um 3%. A remoção dos tecidos insolúveis do suco reduz a formação de limonina, sendo que esses tecidos são conformados principalmente pelo albedo, columela da fruta; e segundo Zhang *et al.*, (2024) durante a extração do suco estes são danificados libertando LARL (Limonoate A-ring lactone), solúveis em água, os quais seriam, gradualmente convertidos em limonina quando encontrados na matriz ácida do suco.

Conclui-se que o tratamento de centrifugação tem um efeito positivo para reduzir os compostos amargos.

5.4.1.2 Pasteurização

Na Tabela 5.5. se apresentam os resultados do tratamento com a pasteurização realizada a duas temperaturas a 60 °C e 85 °C, ambos pelo mesmo período de 10 minutos. Foram escolhidos esses níveis de temperaturas pois se queria investigar a influência do tratamento térmico a baixa e alta temperatura, nas características do suco de ponkan.

Tabela 5.5. Efeito da pasteurização no suco de ponkan

Tratamentos	Parâmetros físico-químicos			Compostos amargos	
	pH	Sólidos solúveis (°Brix)	Acidez	Limonina (mg/L)	Naringina (mg/L)
suco sem tratamento	3,78 ^a ± 0,01	11,25 ^b ± 0,01	0,56 ^a ± 0,01	13,19 ^b ± 0,25	55,86 ^c ± 0,26
60°C/10 min	3,76 ^a ± 0,01	11,50 ^a ± 0,01	0,55 ^a ± 0,02	14,01 ^a ± 0,04	60,03 ^b ± 0,56
85°C/10 min	3,75 ^a ± 0,01	11,50 ^a ± 0,14	0,57 ^a ± 0,01	14,04 ^a ± 0,12	63,42 ^a ± 0,33

Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa (p<0,05)

Enquanto aos parâmetros físico-químicos pode-se observar que existe diferença significativa no parâmetro dos sólidos solúveis entre o suco controle e os tratamentos, mas não entre eles. O pH do suco de ponkan diminuiu com o aumento da temperatura, no entanto a acidez aumentou. Mapelli-Brahm *et al.*, (2018) demonstraram que o tratamento térmico (100 °C/10 min) destrói estruturas celulares tais como vesículas, plastoglobulos e grãos de amido, razoavelmente intactos e presentes no suco cítrico recém espremido. Devido a isso, Zhang *et al.*, (2024) indicam que o tratamento térmico facilita a liberação e conversão LARL (Limonate A-ring lactone) em limonina ao interromper a estrutura celular, nos sucos cítricos.

Também, a conversão de limonina é fortemente influenciada pelo pH (Glabasnia e Hofmann, 2008), sucos com maior acidez prolongam o surgimento do amargor tardio, além de se correlacionar com a atividade da limonina anel-D-lactona hidrolase (LDLH) (Zhang *et al.* 2024). Com relação aos compostos amargos também se obteve diferença estatística e observou-se um aumento dos dois compostos tanto limonina e naringina na medida que foi aumentada a temperatura, se alcançaram valores de 6% de aumento de limonina e 7% -14% para a naringina. Segundo Zhang *et al.*, (2018) submeteram a tratamento térmico por 80 °C x 10 min ao suco de laranja *navel* e encontraram que esse processo acelerou a formação de limonina passando de 0,06 -0,07 mg/L no suco recém espremido a 2,15 mg/L para posteriormente atingir um valor de 3,60 - 3,68 mg/L durante armazenamento a 25°C. Assim também, Zhang *et al.* (2024) quem avaliaram diferentes temperaturas (60 °C, 80 °C e 100 °C x 10 min) no tratamento térmico do suco de laranja doce, encontraram que a maior temperatura (100 °C) o teor de limonina aumenta rapidamente alcançando um valor de estabilidade relativa (9,04 mg/L); embora os tratamentos às temperaturas de 60 °C e 80 °C não atingiram imediatamente esse valor, a essas temperaturas se acelerou a conversão da limonina em comparação como o controle.

No presente trabalho foi demonstrado que o tratamento térmico aumentou o conteúdo de compostos amargos, concluindo-se que com isto um efeito negativo para o suco de ponkan.

5.4.2 Tratamento Químico (*Florisil*)

Foi testado o uso de *florisil* como tratamento químico com a finalidade de investigar o efeito sobre os parâmetros físico-químicos e nos compostos amargos; na Tabela 5.6. se apresentam os resultados obtidos.

Tabela 5.6. Efeito do *Florisil* no suco de ponkan

Tratamentos	Parâmetros físico-químicos			Compostos amargos	
	pH	Sólidos solúveis (°Brix)	Acidez	Limonina (mg/L)	Naringina (mg/L)
Suco de Ponkan	3,78 ^b ± 0,01	11,25 ^b ± 0,01	0,56 ^a ± 0,01	13,19 ^a ± 0,25	55,86 ^a ± 0,26
Suco + <i>Florisil</i> (30g/L)	4,16 ^a ± 0,01	11,83 ^a ± 0,14	0,42 ^b ± 0,01	3,28 ^b ± 0,15	43,57 ^b ± 0,27

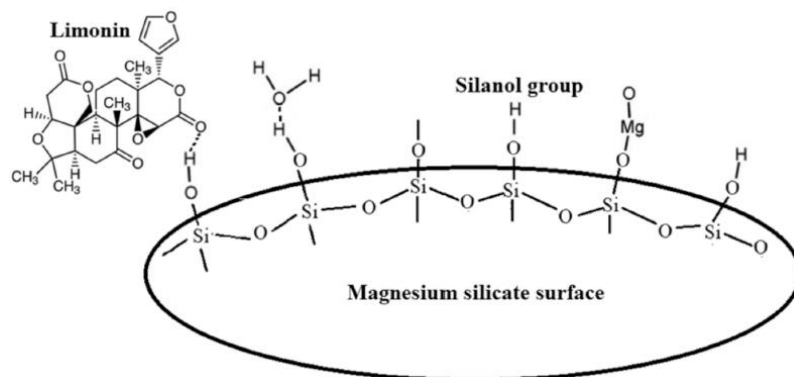
Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa ($p < 0,05$)

O *florisil* (silicato de magnésio) é um adsorvente altamente seletivo que tem sido amplamente utilizado em cromatografia analítica (Nikdel *et al.*, 1987). De acordo com a Diretiva 95/2/CE (E 553a), o silicato de magnésio é permitido como um composto inorgânico inofensivo para aditivos alimentares, uma vez que este não é tóxico (oral) nem citotóxico (Rashid, *et al.*, 2011). Assim também, o JECFA (Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives) classifica ao silicato de magnésio como aditivo alimentar, onde se indica que o de tipo fino destina-se a ser utilizado como agente anti-aglomerante e as partículas mais grosseiras como auxiliar de filtração, sendo identificado pelo Codex com o número INS: 553(i); porém, a ANVISA no IN n° 211, de 1° de março de 2023, autoriza ao silicato de magnésio como aditivo na categoria de anti-umectante para outros tipos de produtos na concentração máxima de 10 000ppm, mas não está indicado para suco de frutas. Porém, este composto seria usado com coadjuvante durante o processo tecnológico de extração de suco, o que dispensaria sua declaração na rotulagem do produto final. Mas poderia-se sugerir futuramente uma alteração na legislação específico do suco de ponkan, já que o *florisil* tem um efeito muito significativo na redução de compostos amargos, principalmente da limonina.

A interação do *florisil* com a limonina se mostra na Figura 5.4. (Das e Sahu, 2022), onde se pode observar que a limonina é adsorvida pela superfície do silicato de magnésio a través da ligação do seu grupo silanol (Si-OH) e o grupo carbonilo da limonina. Segundo Rashid, *et al.* (2011) indicam que a superfície do silicato de magnésio é composta por grupos hidroxila livres chamados grupos silanol, os quais são os mais reativos na superfície. Esses fornecem os locais para a adsorção física de partículas orgânicas e podem reagir facilmente, quimicamente, com múltiplos substituintes. Além disso, Cornu *et al.*, (2017) indicam que silicato de magnésio conta com a presença de sítios ativos ácidos (grupos silanol sobre sílica) e básicos (íons de oxigénio em MgO) os quais também interagem com a limonina durante a adsorção. Já para o caso da naringina, ao ser

um flavonoide e possuir grupos fenólicos, estes servem como uma fonte de íons H^+ (Gupta *et al.* 2021) e a interação como o silicato de magnésio proviria dos vários grupos hidroxila que possui a naringina e que permitem a formação de ligações de hidrogênio com grupo silanol do silicato.

Figura 5.4. Adsorção da limonina na superfície do silicato de magnésio



Fonte: Das e Sahu (2022)

Enquanto aos parâmetros físico-químicos na Tabela 5.6 pode-se observar que existe diferença significativa nos parâmetros de pH, sólidos solúveis e acidez. O pH do suco de ponkan aumentou e com isto a acidez se reduziu, no entanto os sólidos solúveis aumentaram. Ao respeito, Chaisawadi *et al.* (1998) quem também usaram o silicato de magnésio para tratar o suco de limão e reduzir o teor de limonina em 51,55% encontraram uma mudança no pH (2,30 a 2,75), acidez titulável ($7,99 \pm 0,12\%$ a $7,03 \pm 0,32\%$), e sólidos solúveis totais (8 a 9%). Esses dados indicam que o silicato de magnésio ativado não afeta adversamente a qualidade físico-química do suco cítrico analisado.

Com relação aos compostos amargos também se obteve diferença estatística e observou-se uma diminuição dos dois compostos tanto limonina e naringina, porém a limonina teve uma maior redução alcançando 75%, já a naringina só reduziu 22%. Segundo a pesquisa o silicato de magnésio (*florisil*) exibiu uma maior redução de limonina em 81% no suco de toranja em comparação com outros compostos como naringina (51%), narirutina (57%) e teor de ácido total (59%) (Puri *et al.*, 1996). Conclui-se que o tratamento com *florisil* tem um efeito positivo para reduzir os compostos amargos.

5.4.3 Tratamento com *Blends*

Foram testados dois tipos blends, o primeiro foi o suco de ponkan com suco crio concentrado de mexerica e o segundo foi suco de ponkan com xarope de açúcar invertido, em ambos os casos foi variada a proporção do crio e de xarope nos percentuais de 2,5%, 5%, 7,5% e 10%. A finalidade de formular diferentes misturas foi investigar o efeito sobre os parâmetros físico-químicos e nos compostos amargos.

Na Tabela 5.7 se mostram as características físico-químicas e teores dos compostos amargos para cada *blend*. Pode-se observar o alto conteúdo de sólidos solúveis do suco crioconcentrado de mexerica e do xarope, o qual foi usado com a finalidade de reduzir o amargor mediante o mascaramento com o alto teor de açúcares presente nos *blends*.

Tabela 5.7. Características dos componentes do blend

Blend	Componentes	Parâmetros físico-químicos			Compostos amargos	
		pH	Sólidos solúveis (°Brix)	Acidez	Limonina (mg/L)	Naringina (mg/L)
1	Suco de Ponkan	3,78 ± 0,01	11,25	0,56 ± 0,01	13,19 ± 0,25	55,86 ± 0,26
	Suco crioconcentrado de mexerica	3,30 ± 0,01	33,00	2,80 ± 0,01	5,78 ± 0,09	169,02 ± 0,51
2	Suco de Ponkan	3,78 ± 0,01	11,25	0,56 ± 0,01	13,19 ± 0,25	55,86 ± 0,26
	Xarope de açúcar invertido	2,93 ± 0,01	33,00	0,10 ± 0,01	-	-

O objetivo de crioconcentrar o suco de mexerica foi obter um suco que preserve as propriedades sensoriais (aroma, cor, sabor), os compostos termo-sensíveis, sem *flavor* de cocção, ao mesmo tempo que aumente o teor de sólidos solúveis. Segundo Petzold *et al.*, (2013a) mencionam que a técnica de crioconcentração é uma tecnologia emergente, não térmica; onde o princípio para concentrar é através do congelamento e descongelamento de um alimento líquido para sua posterior separação e obtenção do concentrado e o gelo (contendo o mínimo de sólidos solúveis) (Orellana-Palma *et al.* 2019), na Figura 5.5 se mostra o processo de crioconcentração da mexerica, partindo de suco congelado de mexerica.

Para fins deste trabalho, o suco de mexerica foi crioconcentrado duas vezes, com o qual se levou de 19,2 °Brix na primeira crioconcentração para 34,75°Brix na segunda crioconcentração e no gelo de 2,7°Brix. Adicionalmente foi misturado com um segundo crioconcentrado de mexerica de colheita 2023 até chegar a um teor de sólidos solúveis finais de 33°Brix, sendo caracterizado e atingindo os valores físico-químicos mostrados na Tabela 5.7.

Encontrou-se que o suco crioconcentrado de mexerica apresentou teores de compostos amargos elevados, principalmente o da naringina, o qual foi três vezes maior ao suco da ponkan. Não obstante, um adendo importante deve-se fazer sobre o suco crioconcentrado de mexerica, embora o amargor não tenha sido percebido inicialmente, o processo de crioconcentração acentuou essa característica no suco de mexerica, a Tabela 5.7 confirma esse efeito, mostrando o aumento dos teores de limonina e naringina.

Figura 5.5. Obtenção de suco crioconcentrado de mexerica



Fonte: A autora (2024)

5.4.3.1 *Blends* de suco ponkan com suco crioconcentrado de mexerica e suco ponkan com xarope de açúcar invertido

Na tabela 5.8 se mostram os resultados dos parâmetros físico-químicos e de compostos amargos analisados para as quatro misturas tanto do suco de ponkan com o suco crioconcentrado de mexerica formuladas (M1, M2, M3, M4) e suco de ponkan com xarope de açúcar (X1, X2, X3, X4) considerando-se a M0 e X0 como o suco de ponkan controle (sem mistura).

Suco de Ponkan - Suco crioconcentrado de Mexerica

Enquanto aos parâmetros físico-químicos, observou-se uma diferença significativa nos valores de pH, sólidos solúveis e acidez. À medida que a proporção de suco crioconcentrado de mexerica na mistura aumentou, ocorreu uma redução no pH, um aumento da acidez e um acréscimo nos sólidos solúveis. Esse efeito deve-se ao fato de que o suco crioconcentrado apresenta maior acidez e um teor mais elevado de sólidos solúveis.

Com relação aos compostos amargos também se obteve diferença estatística e observou-se uma diminuição da limonina (até 4%), porém um aumento da naringina (até 16%), isto devido a que na composição do suco crioconcentrado de mexerica se obteve maior teor de naringina que de limonina, e segundo Ziyatdinova *et al.*, (2020) a naringina possui uma alta solubilidade com o qual solubiliza facilmente no suco.

Assim também, pôde-se demonstrar que para todas as misturas se obtiveram teores de compostos amargos que superaram os *threshold* da limonina e naringina, e na mesma linha segundo Muñoz *et al.*, (2022) indicam que o *threshold* para limonina esta afetada pelo pH, sendo está de 6,5mg/L a um pH 3,8 no suco de laranja, já para a naringina não se conta com um pH ótimo para o seu *threshold* de 20mg/L (Guadagni *et al.*, 1993).

Conclui-se que o tratamento com o *blend* suco de ponkan com suco crioconcentrado de mexerica teve um efeito negativo, para reduzir os compostos amargos, devido a que este aportou nas misturas os próprios compostos amargos. Porém, o suco crioconcentrado de mexerica incrementou os sólidos solúveis nas misturas e potencializou características sensoriais, sendo consistente com os resultados da avaliação sensorial que mostraram uma maior aceitabilidade pela mistura com maior percentual de substituição do crioconcentrado de mexerica (M4).

Tabela 5.8. Efeito dos *blends* suco de ponkan com suco crioconcentrado de mexerica e suco de ponkan com xarope de açúcar invertido

SP - SCCM	Parâmetros físico-químicos			Compostos amargos	
	pH	Sólidos solúveis (°Brix)	Acidez	Limonina (mg/L)	Naringina (mg/L)
M0: 100%SP	3,78 ^a ± 0,01	11,25 ^d ± 0,01	0,56 ^c ± 0,01	13,19 ^{ab} ± 0,25	55,86 ^d ± 0,26
M1: 97,5% - 2,5%	3,72 ^b ± 0,01	11,00 ^d ± 0,01	0,58 ^d ± 0,01	13,21 ^a ± 0,22	55,93 ^d ± 0,13
M2: 95,0% - 5,0%	3,68 ^c ± 0,01	11,92 ^c ± 0,14	0,64 ^c ± 0,01	13,13 ^{bc} ± 0,10	58,27 ^c ± 0,19
M3: 92,5 % - 7,5%	3,65 ^d ± 0,01	12,67 ^b ± 0,14	0,68 ^b ± 0,02	12,94 ^{bc} ± 0,05	61,47 ^b ± 0,12
M4: 90,0% - 10,0%	3,62 ^e ± 0,01	13,17 ^a ± 0,14	0,74 ^a ± 0,01	12,71 ^c ± 0,12	64,66 ^a ± 0,16
SP - XA	Parâmetros físico-químicos			Compostos amargos	
	pH	Sólidos solúveis (°Brix)	Acidez	Limonina (mg/L)	Naringina (mg/L)
X0: 100%SP	3,78 ^b ± 0,01	11,25 ^e ± 0,01	0,56 ^a ± 0,01	13,19 ^a ± 0,25	55,86 ^a ± 0,26
X1: 97,5% - 2,5%	3,80 ^a ± 0,01	11,92 ^d ± 0,14	0,54 ^b ± 0,01	13,23 ^a ± 0,08	39,73 ^b ± 0,01
X2: 95,0% - 5,0%	3,78 ^{ab} ± 0,01	12,42 ^c ± 0,14	0,54 ^{bc} ± 0,01	12,77 ^b ± 0,14	38,04 ^c ± 0,03
X3: 92,5 % - 7,5%	3,76 ^{bc} ± 0,01	13,00 ^b ± 0,01	0,52 ^{cd} ± 0,01	12,54 ^b ± 0,10	35,52 ^d ± 0,29
X4: 90,0% - 10,0%	3,75 ^c ± 0,01	13,50 ^a ± 0,01	0,51 ^d ± 0,01	12,10 ^c ± 0,03	34,74 ^e ± 0,11

Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa (p<0,05); SP: suco de Ponkan; SSCM: suco crioconcentrado de mexerica; XA: xarope de açúcar invertida

Suco de Ponkan - Xarope de açúcar invertida

Enquanto aos parâmetros físico-químicos se encontrou que existe diferença significativa nos parâmetros de pH, sólidos solúveis e acidez. Pode-se observar uma diminuição do pH, aumento dos sólidos solúveis e diminuição da acidez, conforme o incremento da proporção do xarope de açúcar invertido na mistura. Segundo Shravan *et al.* (2018) indicam que normalmente, um aumento do teor de açúcar está associado a um aumento do valor de SST e a uma diminuição da acidez. Por outro lado, foi alcançado um máximo de 13,5 °Brix nas misturas partindo de um xarope com 33 °Brix, embora outros estudos tenham trabalhado com xaropes mais concentrados (70 °Brix) e atingido valores mais altos de sólidos solúveis na mistura (15-30-45 °Brix) e teores de acidez de 0,86-0,62-0,50% respectivamente (Kore e Chakraborty, 2015), em ambos os casos pôde-se observar o mesmo fenômeno de diminuição da acidez com o incremento dos sólidos solúveis.

Com relação aos compostos amargos também se obteve diferença estatística e observou-se uma diminuição destes, no entanto se obteve uma maior redução da naringina (até 37%) em comparação com a limonina (até 8%), e isto por devido a que na composição do xarope não se tinha presença de compostos amargos. Em semelhança, Bala *et al.* (2017) obtiveram uma maior redução da naringina (49,16% - 63,35%) em comparação com a limonina (39,76% – 60,38%), ao misturar o suco de kagzi lime com xarope de 82 °Brix até 45 e 65 °Brix respectivamente.

Assim também, pôde-se demonstrar que mesmo fazendo as diluições do suco de ponkan com o xarope não se chegaram a valores dos compostos amargos abaixo do *threshold*. Conclui-se que o tratamento com o *blend* suco de ponkan- xarope teve um efeito positivo, para reduzir os compostos amargos, mas depende da concentração de sólidos solúveis do xarope e os níveis que atinjam as misturas para chegar a maiores reduções destes.

5.5 AVALIAÇÃO SENSORIAL

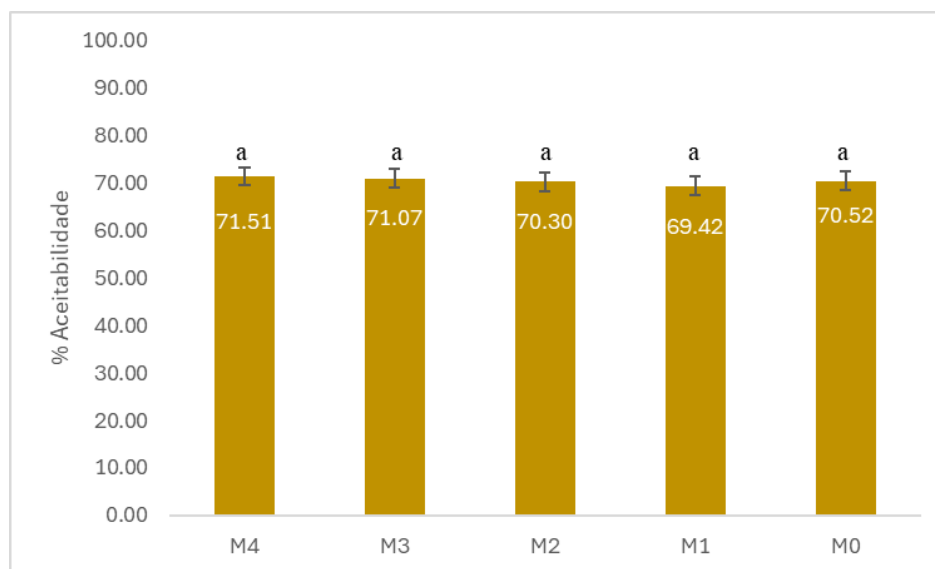
Apresentam-se os resultados das duas avaliações sensoriais levadas a cabo, com os *blends* suco de ponkan com suco crioconcentrado de mexerica (SP-SCCM) e seguidamente o do suco de ponkan com xarope de açúcar invertido (SP-XA).

Na avaliação do SP-SCCM, os dados foram obtidos de um total de 100 voluntários onde 33% foram representados pelo gênero masculino e 67% pelo gênero feminino; com idades entre 18 e 65 anos, tendo um 66% de participação das idades entre 18 e 24 anos, seguido por 17% nas

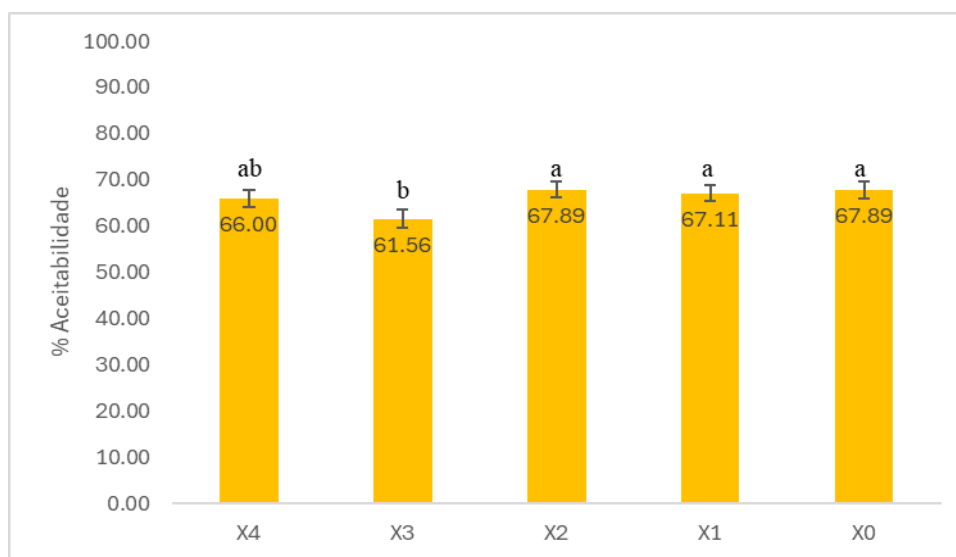
idades entre 25 e 34 anos. Já enquanto a frequência de consumo de sucos cítricos tais como laranja, tangerina, um 46% indicaram um consumo de 1 a 3 vezes na semana e 30% indicaram um consumo de uma vez cada quinze dias. Já na avaliação do SP-XA os dados também foram obtidos de um total de 100 voluntários onde 35% foram representados pelo gênero masculino e 64% pelo gênero feminino; com idades entre 18 e 65 anos, tendo um 56% de participação das idades entre 18 e 24 anos, seguido por 23% nas idades entre 25 e 34 anos. Já enquanto a frequência de consumo de sucos cítricos tais como laranja, tangerina, um 37% indicaram um consumo de 1 a 3 vezes na semana e 30% indicaram um consumo de uma vez cada quinze dias.

Para os *blends* de SP-SCCM, os resultados da avaliação de aceitabilidade por escala hedônica indicaram que o *blend* M4 (90,0%SP - 10,0%SCCM) apresentou o maior percentual com 71,51% de aceitabilidade em relação à impressão global, sabendo que uma nota de 9 corresponde a 100% (Figura 5.6). Essa mistura foi a que apresentou a maior diluição com o suco crioconcentrado de mexerica até o nível de 10%. No caso dos *blends* SP-XA, os resultados indicaram que a mistura X2 apresentou o maior percentual junto com o suco de ponkan controle X0, atingindo um valor de 67,89% de aceitabilidade em relação à impressão global, sabendo que uma nota de 9 corresponde a 100% (Figura 5.7). Essa mistura foi a que apresentou uma diluição com xarope de açúcar invertido até o nível de 5%.

Figura 5.6. Avaliação de aceitabilidade dos *Blends* de SP-SCCM



Nota: Letras iguais apontam que não há diferença significativa ($p < 0,05$); SP: suco de Ponkan, SCCM: suco crioconcentrado de mexerica. M0: 100% SP; M1: 97,5%SP – 2,5%SCCM; M2: 95,0%SP – 5,0%SCCM; M3: 92,5%SP – 7,5% SCCM; M4= 90,0%SP – 10,0%SCCM

Figura 5.7. Avaliação de aceitabilidade dos *blends* de SP-XA

Nota: Letras iguais apontam que não há diferença significativa ($p < 0,05$); SP: suco de Ponkan, XA: xarope de açúcar invertido. X0: 100% SP; X1: 97,5%SP – 2,5%SCCM; X2: 95,0%SP – 5,0%SCCM; X3: 92,5 %SP – 7,5% SCCM; X4: 90,0%SP – 10,0%SCCM

A Tabela 5.9 apresenta os valores das medias hedônicas para cada atributo avaliado dos *blends* SP-SCCM. Note-se que para o atributo aparência não se obtiveram diferenças estatisticamente significativas, sendo que as notas corresponderam a “7-gostei moderadamente”; para o atributo aroma se obteve diferenças estatísticas significativas entre as amostras, e a mistura M4 apresentou o maior valor correspondente a um “gostei moderadamente/muito”. Enquanto ao atributo sabor também se obteve diferenças estatísticas, mas a notas oscilaram entre a “5-indiferença e 6-gostei ligeiramente”. Já para a impressão global dos *blends* não se apresentaram diferenças estatisticamente significativas

Tabela 5.9. Medias hedônicas para os atributos de aparência, aroma e sabor dos *blends* SP-SCCM

Amostras SP: SCCM	Aparência	Aroma	Sabor	Impressão global
M0: 100% - 0%	7,17 ^a ± 1,39	6,77 ^c ± 1,62	6,15 ^a ± 2,09	6,35 ^a ± 1,98
M1: 97,5% - 2,5%	7,22 ^a ± 1,36	6,88 ^{bc} ± 1,49	5,90 ^{ab} ± 2,15	6,25 ^a ± 2,00
M2: 95,0% - 5,0%	7,33 ^a ± 1,28	7,11 ^{abc} ± 1,48	5,88 ^{ab} ± 2,04	6,33 ^a ± 1,92
M3: 92,5 % -7,5%	7,38 ^a ± 1,48	7,30 ^{ab} ± 1,26	5,76 ^{ab} ± 2,16	6,39 ^a ± 1,99
M4: 90,0% - 10,0%	7,33 ^a ± 1,67	7,54 ^a ± 1,27	5,38 ^b ± 2,33	6,44 ^a ± 1,92

Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa ($p < 0,05$). SP: suco de Ponkan; SCCM: suco crioconcentrado de mexerica

Estes resultados sugerem que o suco crio concentrado de mexerica causou um impacto no sabor e aroma dos *blends* e isto é devido a que este também contém compostos amargos os quais foram percebidos sensorialmente pelos avaliadores.

A Tabela 5.10 apresenta os valores das medias hedônicas para cada atributo avaliado nos *blends* SP-XA. Note-se que para o atributo aparência não se obtiveram diferenças estatisticamente significativas, sendo que as notas corresponderam a “7-gostei moderadamente”; para o atributo aroma se obteve diferenças estatísticas significativas entre as amostras, e a mistura X3 apresentou o maior valor correspondente a um “gostei moderadamente”. Enquanto ao atributo sabor também se obteve diferenças estatísticas, mas a notas oscilaram entre a “4,5- desgostei ligeiramente-indiferença e 6-gostei ligeiramente”. Já para a impressão global, os *blends* apresentaram diferenças estatisticamente significativas, obtendo-se como maior valor ao de X2 junto com o X0.

Estes resultados sugerem que o xarope de açúcar invertido causou um impacto no sabor, aroma e impressão global dos *blends*.

Tabela 5.10. Medias hedônicas para os atributos de aparência, aroma e sabor dos *blends* SP-XA

Amostras SP: XA	Aparência	Aroma	Sabor	Impressão global
X0: 100% - 0%	6,91 ^a ± 1,53	6,64 ^b ± 1,85	5,78 ^{ab} ± 2,25	6,11 ^a ± 1,82
X1: 97,5% - 2,5%	7,04 ^a ± 1,64	6,87 ^{ab} ± 1,70	5,92 ^a ± 2,17	6,04 ^a ± 1,80
X2: 95,0% - 5,0%	6,97 ^a ± 1,55	6,77 ^{ab} ± 1,77	5,57 ^{ab} ± 2,22	6,11 ^a ± 1,79
X3: 92,5 % -7,5%	6,89 ^a ± 1,68	7,15 ^a ± 1,49	4,53 ^c ± 2,22	5,54 ^b ± 1,90
X4: 90,0% - 10,0%	6,88 ^a ± 1,57	6,74 ^{ab} ± 1,70	5,36 ^b ± 2,20	5,94 ^{ab} ± 1,85

Nota: Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais na mesma coluna apontam que não há diferença significativa (p<0,05)

Em relação ao teste JAR (*Just-About-Right*), este avaliou a intensidade dos atributos: gosto amargo, acidez, doçura e sabor característico de ponkan nas cinco amostras; e quanto esses atributos penalizaram na nota de aceitabilidade (aceitação global) de cada um. Os resultados podem se visualizar na Figura 5.8, Tabela 5.11 e Figura 5.9, Tabela 5.12 respectivamente para cada tipo de *blend*.

Nas Figura 5.8 e 5.9 pode se observar os níveis JAR agregados, quer dizer, nível 1 e 2 agregados em pouco (barra azul), nível 4 e 5 agregados em muito (barra vermelha) e nível 3 representa o ideal (JAR – barra verde); assim como os percentuais correspondentes para cada nível agregado e para cada mistura.

Nos blends de SP-SCCM, os atributos de gosto amargo e acidez obtiveram valores $\geq 20\%$ por ambos os lados do JAR para todos os *blends*, e isso indicaria que temos grupos de consumidores (avaliadores) com gostos diferentes. Já para os atributos de doçura e sabor característico a ponkan foram avaliados no nível “Pouco”.

Para os *blends* de SP-XA, o atributo de gosto amargo foi avaliado no nível de “Muito” para todos os *blends*. Já para os atributos de acidez, doçura e sabor característico a ponkan foram avaliados maiormente entre o nível “JAR” e “Pouco”. A mistura X2 apresentou os valores mais altos da escala do ideal para os atributos de gosto amargo, doçura e sabor característico a ponkan. Mas para relacionar estes dados com a aceitação global foi feita a análises de penalidades para cada tipo.

Figura 5.8. Porcentagens para os níveis agregados de intensidade de cada atributo em cada *blend* SP-SCCM

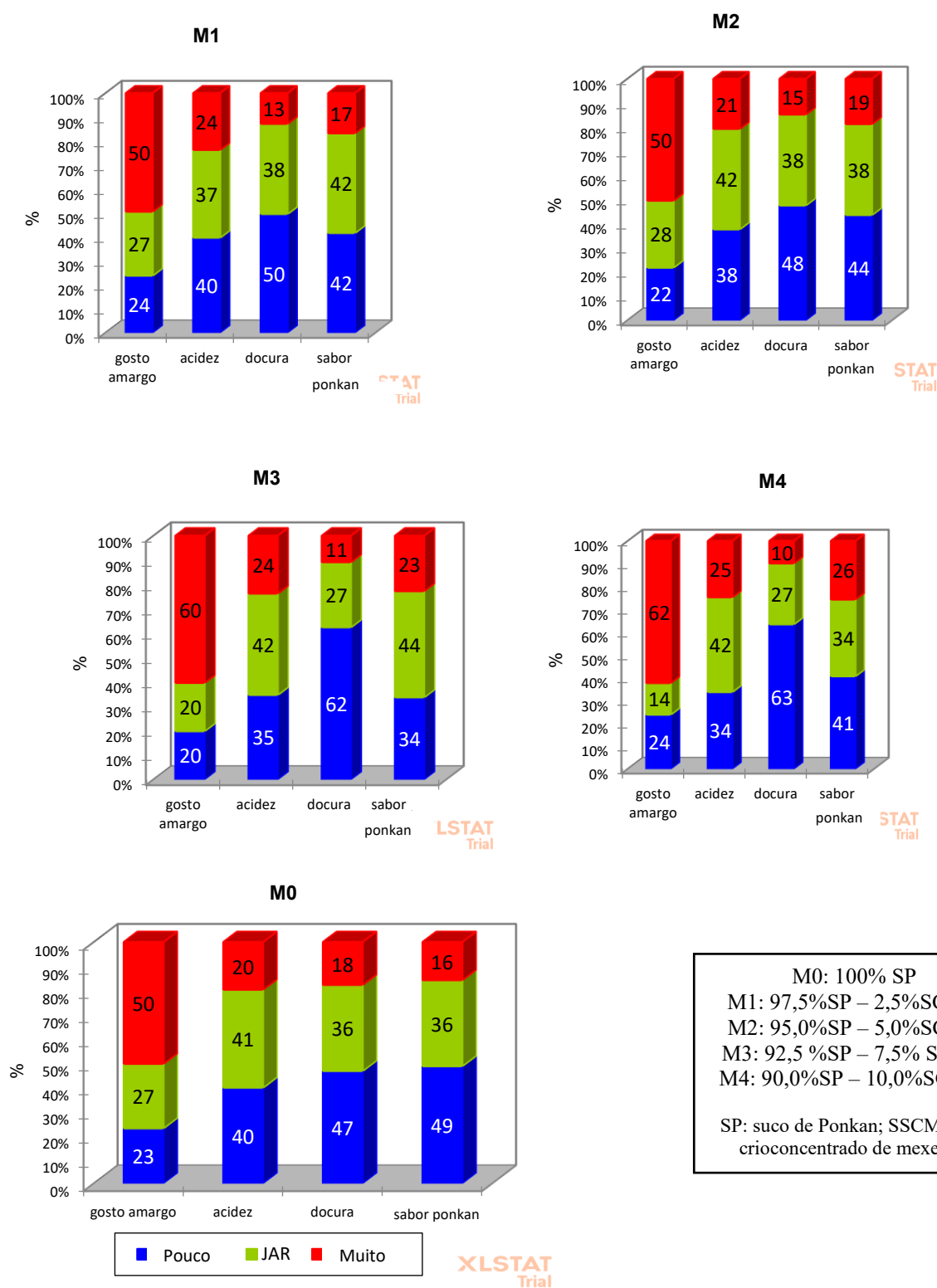
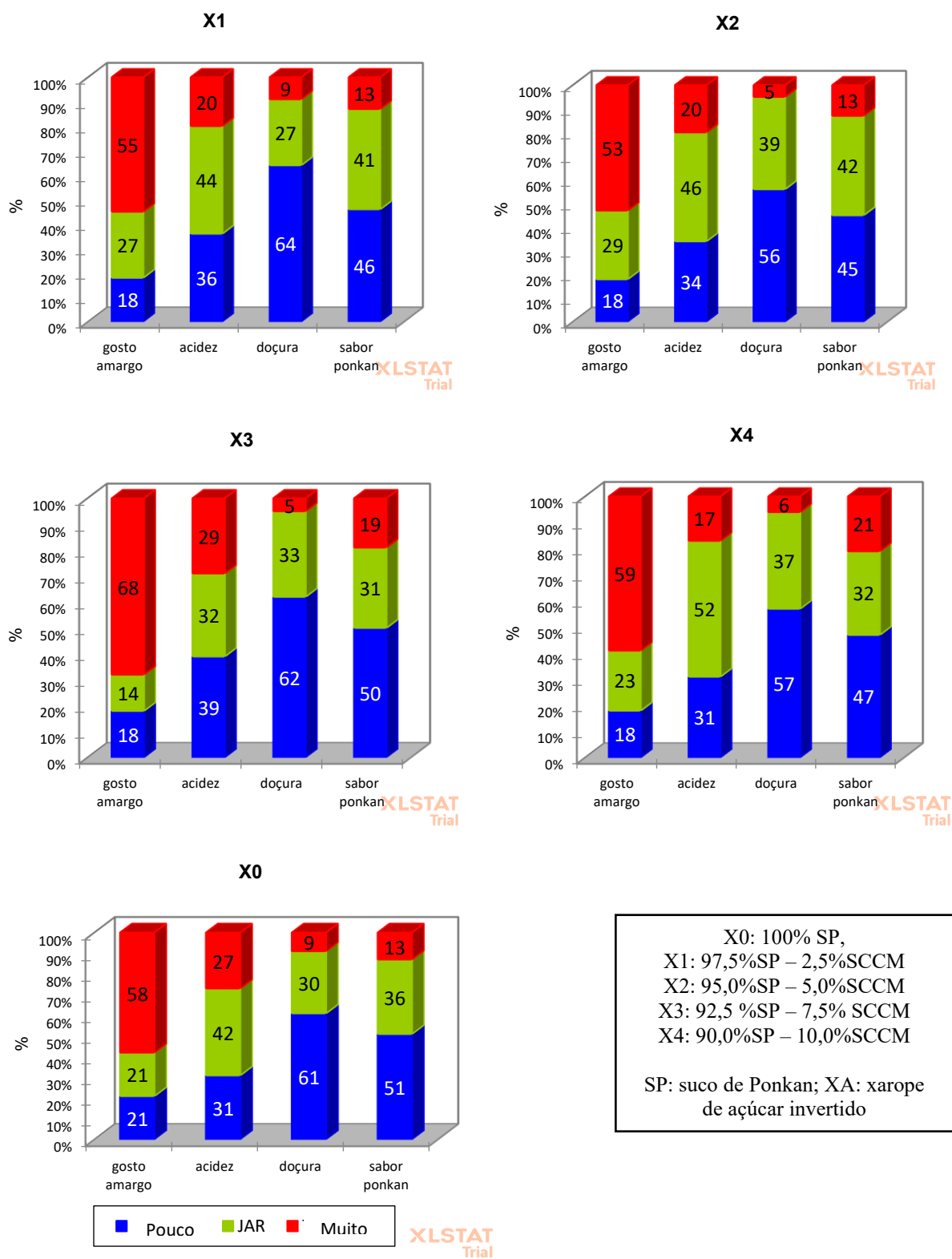


Figura 5.9. Porcentagens para os níveis agregados de intensidade de cada atributo em cada *blend* SP-XA



As Tabelas 5.11 e 5.12 mostram a análise de penalidades, com o percentual de avaliadores, onde acima de 20% e *mean drop* acima de 1 foram destacados em vermelho, pois impactaram a nota média da aceitação global, em cada mistura. Com a análise de penalidades pode se ver se o fato de que um atributo esteja por baixo do JAR ou por cima, há impactado na pontuação da aceitação global. O *mean drop* (descida média) corresponde em quantos pontos a nota média da aceitabilidade foi penalizada, considerando-se o valor de 1 um limiar significativo; assim também uma porcentagem de avaliadores acima de 20% (Popper, 2003).

Tabela 5.11. Percentual de avaliadores e penalidades para cada atributo nos *blends* SP-SCCM

Atributo	M0			M1		M2		M3		M4	
	Nível	%	Mean Drop	%	Mean Drop	%	Mean Drop	%	Mean Drop	%	Mean Drop
Gosto amargo	Pouco	23	0,54	24	0,14	22	-0,44	20	-0,15	24	0,93
	Muito	50	1,86	50	1,83	50	1,68	60	1,30	62	2,04
Acidez	Pouco	40	0,73	40	1,09	38	0,40	35	0,25	34	0,63
	Muito	20	0,61	24	1,11	21	0,90	24	0,47	25	1,13
Doçura	Pouco	47	1,48	50	1,17	48	1,52	62	0,99	63	1,36
	Muito	18	1,19	13	1,13	15	0,92	11	0,53	10	0,33
Sabor característico a Ponkan	Pouco	49	1,51	42	1,88	44	1,01	34	1,50	41	0,57
	Muito	16	0,39	17	1,10	19	0,13	23	0,83	26	0,38

Nota: *mean drop* = quantos pontos a média da aceitação global foi penalizada

O atributo que maior efeito teve na penalização da aceitação global foi o gosto amargo. Todos os *blends* foram penalizadas no nível de muito amargo com valores percentuais acima de 50% e valores de *mean drop* entre 1,3 até 2, sendo a mistura M4 a que obteve o maior valor. Esta mistura foi formulada com a maior quantidade de suco crioconcentrado de mexerica (10%), a qual aportou mais conteúdo de compostos amargos e consequentemente isto foi percebido sensorialmente pelos avaliadores; porém foi a mistura com maior aceitabilidade, neste caso, essa nota compreenderia um nicho de pessoas que preferem sucos menos amargos.

A mistura M1 foi a mistura mais penalizada para todos os atributos. Esta mistura foi formulada com a menor quantidade de suco crioconcentrado de mexerica (2,5%) e recebeu a menor

nota de aceitabilidade. Os *blends* M2 e M3 foram penalizados de forma semelhante, mas M3 em menor proporção conforme com o aumento da quantidade de suco crioconcentrado de mexerica.

Nesta análise sensorial com os *blends* SP-SCCM foi observado falta de homogeneidade nos gostos dos avaliadores pois se obtiveram atributos polarizados, pois um grupo preferiu níveis mais fracos e o outro grupo preferiu níveis mais fortes dos atributos avaliados. Segundo Popper (2003) a polarização pode ser resultado de uma não compreensão dos atributos que são lhes pedidos aos consumidores classificarem, levando a respostas aleatórias; nesse sentido as idades dos avaliadores pode ter influenciado pois o 66% das pessoas recrutadas estiveram nas idades de 18 a 24 anos.

Tabela 5.12. Percentual de avaliadores e penalidades para cada atributo nos *blends* SP-XA

Atributo	X0		X1		X2		X3		X4	
	Nível	%	Mean Drop	%	Mean Drop	%	Mean Drop	%	Mean Drop	%
Gosto amargo	Pouco	21	0,24	18	0,63	18	0,65	18	-0,39	18
	Muito	58	1,61	55	1,67	53	1,53	68	0,78	59
Acidez	Pouco	31	0,47	36	0,90	34	1,32	39	1,13	31
	Muito	27	0,91	20	1,02	20	1,01	29	0,50	17
Doçura	Pouco	61	1,79	64	1,46	56	1,21	62	1,18	57
	Muito	9	-0,02	9	-0,15	5	-0,86	5	0,07	6
Sabor característico a Ponkan	Pouco	51	1,44	46	1,06	45	0,78	50	1,17	47
	Muito	13	1,41	13	0,43	13	-0,26	19	1,39	21

Nota: *mean drop* = quantos pontos a média da aceitabilidade foi penalizada

Na Tabela 5.12, os atributos que tiveram maior efeito na penalização da aceitação global foram o gosto amargo e a doçura. Os *blends* X1, X2, X4 e o controle X0 foram penalizadas no nível de muito amargo com valores percentuais acima de 50% e valores de *mean drop* acima de 1,5.

Enquanto para o atributo doçura, todos os *blends* foram penalizadas no nível de pouco doce com valores percentuais acima de 55% e valores de *mean drop* acima de 1. Já para o atributo de acidez, os *blends* que tiveram efeito na penalização da aceitação foram X2, X3 e X4 no nível de pouco ácido. O atributo sabor característico a ponkan também se viu afetado pela penalização na escala de pouca intensidade para os *blends* X1, X3.

A mistura X2 que recebeu a melhor nota de aceitabilidade e apresentou os maiores percentuais de JAR para os atributos de gosto amargo, doçura e sabor característico a ponkan conforme se pode observar na figura 5.9, obteve penalizações menores, mas com destaque no gosto amargo. A mistura X3 foi penalizada com os maiores percentuais para todos os atributos avaliados, consequentemente obteve a menor nota de aceitação global.

Kore e Chakraborty (2015) avaliaram a influência de xarope de açúcar no suco de pomelo para reduzir o amargor deste, e traz avaliação sensorial obtiveram valores médio de aceitação global de 7,27, 7,88 e 7,83 para os sucos com um conteúdo final de 15°, 30° e 45° Brix de sólidos solúveis respetivamente. No presente trabalho o conteúdo de sólidos solúveis chegou a um máximo de 13,5° Brix para as misturas e se obtivendo-se valores médios de aceitação global em torno de 6 – gostei ligeiramente. A redução dos compostos amargos nos sumos misturados em xarope é devido ao efeito de diluição (Premi *et al.* 1995).

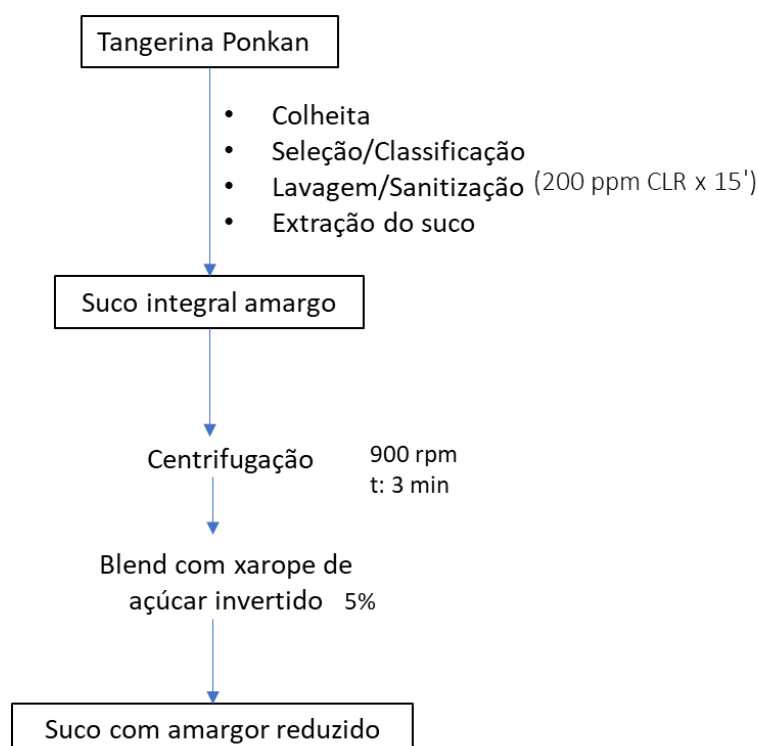
Os resultados das duas avaliações sensoriais realizadas mostraram que mascarar o gosto amargo do suco de ponkan é uma tarefa complexa, pois dos diferentes *blends* formuladas não se teve uma com uma marcante preferência pelos avaliadores. Os cientistas de alimentos reconhecem que é difícil misturar concentrações para que os níveis de amargor sejam ideais para todos (Drewnowski e Gomez-Carneros, 2000). Os limiares de detecção (*threshold*) do gosto amargo são extremamente baixos, ademais que a sensação de sabor amargo é mais prolongada do que as sensações doces, salgada ou azeda (Hladik e Simmen, 1996), além disso o *threshold* do que é ou não aceitável pode variar de uma pessoa para outra.

Chu *et al.* (2024) indicam que a percepção do amargor normalmente envolve a ativação de receptores de gosto amargo (T2Rs/TAS2Rs) nas papilas gustativas. As papilas gustativas são compostas por quatro tipos diferentes de células (Ryusuke *et al.*, 2010), sendo que as células do tipo II atuam como um receptor monomérico de sabor amargo (Ahmad & Dalziel, 2020). Os receptores TAS2R estão acoplados à proteína-G (GPCR), e dita proteína está caracterizada por ser uma cadeia polipeptídica que forma uma estrutura de 7 hélices transmembrana (TM). O receptor amargo compreende três anéis extracelulares (ERs) e três anéis intracelulares (IRs), e possui apenas um terminal-N extracelular curto (Chandrashekar *et al.*, 2000). O sítio-chave do TAS2R está localizado em uma extremidade da estrutura 7-transmembrana, formando uma cavidade de detecção de sabor amargo (Cui *et al.*, 2023).

As substâncias que proporcionam gosto amargo apresentam estruturas químicas bem diferentes entre eles, tais como aminoácidos, peptídeos, ésteres, lactonas, terpenóides, polifenóis, flavonoides, xantinas e alguns sais (Marcadante, 2017); devido a isso há diversidade no número e no tipo de TAS2Rs ativados por diferentes agonistas amargos. Da mesma forma, Chu *et al.* (2024) indicam que um único TAS2R pode reconhecer vários compostos amargos e, por outro lado, um único composto amargo pode ativar vários TAS2Rs em diferentes faixas de concentração.

A percepção do gosto amargo varia muito entre indivíduos, fatores como o sexo, idade e combinados como fatores genéticos adicionam uma camada extra de complexidade à aceitação de alimentos amargos pelo consumidor. Segundo Marcadante, (2017) menciona que existe uma variação genética em humanos na percepção de algumas moléculas específicas devido a formas alternativas dos genes (alelos) dos receptores de gosto; por exemplo, a presença de alelos do gene receptor TAS2R38 é responsável pela diferença entre indivíduos na percepção do gosto amargo da feniltiocarbamida (PTC), onde 60% de personas percebem o gosto amargo ao provarem dita substância, enquanto 40% não o percebem.

Finalmente como proposta de protocolo de fabricação do suco de ponkan com redução do amargor economicamente viável, considerando os *blends*, se mostra no seguinte esquema:



6 CONCLUSÃO

Na ponkan, determinou-se a presença da limonina em todos os tecidos analisados (casca, albedo, semente), sendo o maior conteúdo provenientes das sementes, seguido pela casca e albedo. Pelo contrário, para a naringina, o teor desta esteve abaixo do limite de detecção nas sementes, encontrando-se o maior conteúdo no albedo seguido da casca. Na comparação com as outras variedades de sucos cítricos analisados, pode-se indicar que a limonina é o composto com maior impacto no amargor do suco da ponkan, visto que a naringina, embora presente em maior concentração nos sucos de laranja não compromete a sua aceitação sensorial pelos consumidores.

Quanto aos processos tecnológicos testados como estratégias para reduzir o amargor, verificou-se que a centrifugação foi o tratamento físico que mostrou bons resultados na diminuição dos compostos amargos no suco, porém sua limitante está relacionada com obtenção de sucos clarificados o qual não é o objetivo da pesquisa. O tratamento com o *florisil* (silicato de magnésio) mostrou-se promissor, reduzindo 71% do teor de limonina no suco, tendo também ingerência sobre a naringina só que em menor proporção. Destacando-se como uma boa estratégia para redução de amargor. Além disso, o uso de *blends* demonstrou potencial para mascarar o amargor; na avaliação sensorial se obtiveram notas de aceitabilidades de “gostei ligeiramente”, mas não se teve uma mistura com destaque. A aceitação do suco de ponkan pelo consumidor viu-se afetada pelo amargor do suco devido aos teores de limonina e naringina presentes. O suco de crioconcentrado de mexerica ao invés de reduzir o teor de compostos amargos, ocorreu o contrário devido ao aumento do amargor após o seu processamento. E os *blends* com o xarope reduziram pouco os teores de limonina e naringina, estes valores não chegaram perto do *threshold*; ou seja, uma redução posterior com estabilização do amargor deve ser obtida para que misturas tenham efeito em mascarar o amargor do suco de ponkan.

Desta forma pode-se indicar que a melhor estratégia para redução de gosto amargo no suco da ponkan, estaria na sinergia de tratamentos, como a centrifugação, o tratamento com *florisil* e as misturas com *blends* de crioconcentrado de mexerica. Porém, focando em uma estratégia economicamente viável que possa ser aplicada pela indústria de sucos e considerando as condições deste trabalho, se definiriam os tratamentos de centrifugação e *blends* com xarope de açúcar pelo baixo custo de implementação.

REFERÊNCIAS

- AGBAJE, R.B.; IBRAHIM, T.A.; RAIMI, O.T. Physico-chemical properties and sensory qualities of juices extracted from five selected fruits and their peels. **IJEAST**, v. 4, n. 11, p. 239-244, 2020.
- AHMAD, R.; DALZIEL, J. E. G protein-coupled receptors in taste physiology and pharmacology. **Frontiers in Pharmacology**, v. 11, p. 587664, 2020.
- AKINOLA, S.A.; SAMSON AKINMADEYEMI A.; AJATTA M.A.; AWORH C.O. Influence of chemical preservatives on quality attributes of orange juice. **Croat Journal Food Science and Technology**, v. 10, n. 1, p. 8-15, 2018.
- AMARO, A. A.; CASER, D. V. Diversidade do mercado de tangerina. **Informações Econômicas**, São Paulo, v.33, n.12, p. 51-67, 2003.
- AOAC-ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis**. Washington DC: AOAC International; Official Method 985.33. Vitamin C (Reduced Ascorbic Acid) in Ready-to-feed Milk-based Infant Formula 2,6-Dichloroindophenol Titrimetric Method, 1990, p.1108–1109.
- ARILLA, E.; IGUAL, M.; MARTÍNEZ-MONZÓ, J.; CODOÑER-FRANCH, P.; GARCÍA-SEGOVIA, P. Impact of Resistant Maltodextrin Addition on the Physico-Chemical Properties in Pasteurised Orange Juice. **Foods**, v. 9, n. 12, p. 1832, 2020.
- ARORA, S.; MOHANPURIA, P.; SIDHU, G.S. Citrus limonoids: mechanism, function and its metabolic engineering for human health. **Fruits**, v. 73, n. 3, p. 158-173, 2018.
- BALA, A.; KAUSHAL, B.B.L.; JOSHI, V.K.; KAUSHAL, M. Comparisons of juice extraction methods, determination of bittering principles and standardization of debittering of lime juice. **Indian Journal of Natural Products and Resources**, v. 8, n. 3, p. 263-268, 2017.
- BAO, Y.; YUAN, F.; ZHAO, X.; LIU, Q.; GAO, Y. Equilibrium and kinetic studies on the adsorption debittering process of ponkan (*Citrus reticulata* Blanco) juice using macroporous resins. **Food and Bioproducts Processing**, v. 94, p. 199-207, 2015.
- BASTIANEL, M.; SIMONETTI, L.M.; SCHINOR, E.H.; GIORGI NETO, R.O.; De NEGRI, J.D.; GOMES, D.N.; AZEVEDO, F.A. Avaliação do banco de germoplasma de mexericas com relação às características físico-químicas e suscetibilidade à mancha marrom de alternária. **Bragantia**, v. 73, p. 23-31, 2014.
- BARBOSA, E. **Influência do porta-enxerto, da configuração de extração e do período de maturação no teor de limonina e na aceitação sensorial do suco de laranja Pêra-Rio**. 2014. 68f. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade Estadual de São Paulo, Araraquara, 2014. Disponível em: https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/122075/000819891_20170203.pdf?sequence=1. Acesso em 29 maio 2023.

BARMORE, C.R.; FISHER, J.F.; FELLERS, P.J.; ROUSEFF, R.L. Reduction of bitterness and tartness in grapefruit juice with florisil. **Journal Food of Science**, v. 51, p. 415–416, 1986

BARRECA, D.; BELLOCCO, E.; CARISTI, C.; LEUZZI, U.G.; GATTUSO, G. Flavonoid composition and antioxidant activity of juices from chinotto (*Citrus× myrtifolia* Raf.) fruits at different ripening stages. **Journal of Agricultural and food Chemistry**. v. 58, n. 5, p. 3031-3036, 2010.

BARRECA, D.; BELLOCCO, E.; CARISTI, C.; LEUZZI, U.G.; GATTUSO, G. Elucidation of the flavonoid and furocoumarin composition and radical-scavenging activity of green and ripe chinotto (*Citrus myrtifolia* Raf.) fruit tissues, leaves and seeds. **Food Chemistry**, v. 129, p. 311-319, 2011.

BELO, A. **Caracterização sensorial e físico-química de Tangerinas produzidas em Goiás**. 2014. 107f. Tese (Doutorado em Agronomia) – Escola Agronomia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2017. Disponível em: <https://repositorio.bc.ufg.br/tede/bitstream/tede/7020/5/Tese%20-%20Ana%20Paula%20Marquez%20Belo%20-%202017.pdf>. Acesso em: 8 jun. 2023

BELO, A. P. M.; MORGADO, C. M. A.; SOUZA, E. R. B.; OGATA, T.; PEREIRA, C. O.; CUNHA JUNIOR, L. C. Comparative and organic analysis and characterization of varieties of tangerines. **Scientia Horticulturae**, v. 240, p. 102-108, 2018.

BELTRAN-GONZÁLEZ, F.; LOPEZ, A.; NICOLAS, J.; BARRACHINA, A. Effects of agricultural practices on instrumental colour, mineral content, carotenoid composition, and sensory quality of mandarin orange juice, cv. Hernandina. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 88, n. 10, p. 1731- 1738, 2008.

BENASSI, M. T.; ANTUNES, A. J. A comparison of metaphosphoric and oxalic acids as extractant solutions for determination of vitamin C in selected vegetables. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**, v. 31, n. 4, p. 507-513, 1988.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **Lebensmittel-Wissenschaft Technologie**, v. 28, p. 25–30, 1995.

CEAGESP - Companhia de Entrepósitos e Armazéns Gerais de São Paulo. **Normas de classificação de citros de mesa**. São Paulo: Ceagesp, 2011. 12 p.

CHAISAWADI, S., AIEMPHASIT, W., CHOMMANARD, N., & KULAMAI, S. Debitting of Lime Juice with Food Additives. **Bulletin of Chiang Mai Associated Medical Sciences**, 31 (1), 5, 1998.

CHANDRASHEKAR, J., MUELLER, K. L., HOON, M. A., ADLER, E., FENG, L., GUO, W., ZUKER, C. S., & RYBA, N. J. T2Rs function as bitter taste receptors. **Cell**, v. 100, n. 6, p. 703-711, 2000.

CHITARRA, M.T.; CHITARRA, A.B. **Pós-colheita de frutas e hortaliças: fisiologia e manuseio**. 2 ed. rev. Ampl. Lavras: Universidade Federal de Lavras, 2005, 785 p.

CHENG, C.X.; JIA, M.; GUI, Y.; MA, Y. Comparison of the effects of novel processing technologies and conventional thermal pasteurization on the nutritional quality and aroma of Mandarin (*Citrus unshiu*) juice. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 64, 102425, 2020.

CHU X, ZHU W, LI X, SU E, WANG J. Bitter flavors and bitter compounds in foods: identification, perception, and reduction techniques. **Food Research International**. v. 183, 114234, 2024.

CORNU, D., LIN, L., DAOU, M. M., JABER, M., KRAFFT, J.-M., HERLEDAN, V., LAURON-PERNOT, H. Influence of acid–base properties of Mg-based catalysts on transesterification: Role of magnesium silicate hydrate formation. **Catalysis Science & Technology**, v. 7, n. 8, p. 1701-1712, 2017

COUTO, M. A. L; CANNIATTI-BRAZACA, S. G. Quantificação de vitamina C e capacidade antioxidante de variedades cítricas. **Food Science and Technology**, v. 30, p. 15-19, 2010.

CRONJÉA, P.J.R.; ZACARÍAS, L.; ALFÉREZ, F. Susceptibility to postharvest peel pitting in Citrus fruits as related to albedo thickness, water loss and phospholipase activity. **Postharvest Biology and Technology** v. 123 p. 77–82, 2017.

CUI, Z. Y., ZHANG, N. L., ZHOU, T. X., ZHOU, X. K., MENG, H. L., YU, Y. Y., ZHANG, Z. W., ZHANG, Y., WANG, W. L., & LIU, Y. Conserved sites and recognition mechanisms of T1R1 and T2R14 receptors revealed by ensemble docking and molecular descriptors and fingerprints combined with machine learning. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 71, n. 14, p. 5630-5645, 2023.

DAMODARAN, S; PARKIN, K. L. **Química de alimentos de Fennema**. Porto Alegre: Editorial Artmed, 2019. E-book. ISBN 9788582715468. Disponível em: <https://app.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788582715468/>. Acesso em: 04 maio 2023

DARROS-BARRBOSA, R. Suco de tangerina. In: FILHO, W. G.V. **Bebidas não alcoólicas: ciência e tecnologia**. v.2. São Paulo: Editora Blucher, 2010. cap. 18. *E-book*. ISBN 9788521217701. Disponível em: <https://app.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521217701/>. Acesso em: 05 jun. 2023.

DARROS-BARRBOSA, R. Processamento industrial de tangerinas. In: KOLLER, O.; SCHAFER, G. 2009. **Citricultura, Cultura de Tangerineiras: tecnologia de produção, pós-colheita e industrialização**. Porto Alegre: Editora Rigel, 2009. cap. 14, 400p.

DAS, S.; SAHU, P. P. A novel electrochemical interdigitated electrodes sensor for limonin quantification and reduction in citrus limetta juice. **Food chemistry**, v. 381, p. 132248, 2022.

DEA, S.; PLOTTO, A.; MANTHEY, J.A. RAITHORE, S. IREY, M; BALDWIN, E. Interactions and thresholds of limonin and nomilin in bitterness perception in orange juice and other matrices. **Journal of Sensory Studies**, v.28, n. 4, p.311–323, 2013.

DEL VALLE, E.M.M., Cyclodextrins and their uses: a review. **Process Biochemistry**, v. 39, n. 9, p. 1033-1046, 2004.

DETONI, , M. L. Influência do sol nas características físicas e químicas da tangerina 'Ponkan' cultivada no oeste do Paraná **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 33, n. 2, p. 624-628., 2009

DESHAWARE, S., GUPTA, S., SINGHAL, R.S., JOSHI, M., VARIYAR, P.S. Debittering of bitter gourd juice using β -cyclodextrin: mechanism and effect on antidiabetic potential. **Food Chemistry**, v.262, p.78–85, 2018.

DREWNOWSKI, A.; GOMEZ-CARNEROS, C. Bitter taste, phytonutrients, and the consumer: a review. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 72, n. 6, p. 1424–1435, 2000.

DILWORTH, L.L., RILEY, C.K., STENNETT, D.K. Plant constituents: carbohydrates, oils, resins, Balsams, and plant hormones. *In*: **Pharmacognosy**, Amsterdam:Academic Press, 2014. p.61–80.

DIDONNA, L.;TAVERNA, D.; MAZZOTI, F.;BENABDELKAMEL, H.;ATTYA M.; SINDONA G. Comprehensive assay of flavanones in citrus juices and beverages by UHPLC–ESI-MS/MS and derivatization chemistry. **Food chemistry**,v. 141, p. 2328-2333, 2013.

DOS SANTOS, T. P. M.; ALBERTI, A.; JUDACEWSKI, P.; ZIELINSKI, A. A. F.; NOGUEIRA, A. Effect of sulphur dioxide concentration added at different processing stages on volatile composition of ciders. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 124, n. 3, p. 261– 268, 2018.

DUZZIONI, A. G. **Avaliação da atividade antioxidante e quantificação dos principais constituintes bioativos de algumas variedades de frutas cítricas**. 2009. 114f. Tese (Doutorado em Alimentos e Nutrição) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade Estadual Paulista. “Júlio de Mesquita Filho”. Araraquara, 2009. Disponível em: https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/100948/duzzioni_ag_dr_arafcf.pdf?sequence=1. Acesso em 14 maio 2023.

FERREIRA, M.D. Instrumentação pós-colheita em frutas e hortaliças– Brasília, DF : Embrapa, 2017, 284 p.

FAO-FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Production**. Disponível em: <http://faostat.fao.org/DesktopDefault.aspx?PageID=567#anco>. Acesso em: 23 maio 2023.

FAOSTAT. Database Gateway-FAO. Base de Dados. Rome: Disponível em: <http://faostat3.fao.org/download/Q/QC/E>. Acesso em: 29 maio 2023

GALARÇA, S. **Avaliação da qualidade pós-colheita de mirtilo Bluegem sob atmosfera controlada e tangerina Ponkan sob atmosfera modificada em armazenamento refrigerado**. 2009. 108f Dissertação (Mestrado em Fruticultura de Clima Temperado) - Faculdade de Agronomia. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2009. Disponível em: https://guaiaca.ufpel.edu.br/bitstream/handle/123456789/2129/Dissertacao_Simone_Padilha_Galarca.pdf;jsessionid=D729C1D34EE00296D946AD6A95A1E05A?sequence=1. Acesso em: 13 maio 2023.

GOULAS, V., MANGANARIS, G. A. Exploring the phytochemical content and the antioxidant potential of Citrus fruits grown in Cyprus. **Food Chemistry**, v. 131, n. 1, p. 39-47, 2012.

GUADAGNI, Dante G.; MAIER, Vincent P.; TURNBAUGH, Jean G. Effect of some citrus juice constituents on taste thresholds for limonin and naringin bitterness. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 24, n. 10, p. 1277-1288, 1973.

GUPTA, A.K., SAHU, P.P., MISHRA, P., Ultrasound aided debittering of bitter variety of citrus fruit juice: Effect on chemical, volatile profile and antioxidative potential. **Ultrasonics Sonochemistry** v. 81, 2021.

GUPTA, A. K., KOCH, P., & MISHRA, P.. Optimization of debittering and deacidification parameters for Pomelo juice and assessment of juice quality. **Journal of Food Science and Technology**, v. 57, n. 12, p. 4726–4732, 2020.

GUPTA, A. K., MEDHI, M., CHAKRABORTY, S., YUMNAM, M., & MISHRA, P. Development of rapid and non-destructive technique for the determination of maturity indices of pomelo fruit (*Citrus grandis*). **Journal of Food Measurement and Characterization**, v.15, p. 1463-1474, 2021.

IBGE - INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Produção Agrícola Municipal: informações sobre culturas permanentes**. Brasília: IBGE; 2021. Disponível em: <http://www.sidra.ibge.gov.br/bda/pesquisas/pam/default.sp?o=18&i=P>. Acesso em: 18 abr. 2023.

HLADIK, C.M; SIMMEN, B. Taste Perception and Feeding Behavior in Nonhuman Primates and Human Populations. **Evolutionary Anthropology**, v. 5, p. 58-71, 1996.

HAMID, S.; SHARMA, K.;KUMAR, K.;THAKUR, A. Types and Cultivation of Citrus Fruits. In: **Citrus Fruits and Juice: Processing and Quality Profiling**. Singapore: Springer Nature Singapore, 2024. p. 17-43.

HASEGAWA, S.; PATEL, M. N.; SNYDER, R. C. Reduction of limonin bitterness in navel orange juice serum with bacterial cells immobilized in acrylamide gel. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 30, n. 3, p. 509-511, 1982.

HASEGAWA, S; BERHOW, M.A.; FONG, C.H. Modern methods of plant analysis. *In*: LINSKENS, H. F.; JACKSON, J. F. (ed.), **Fruit Analysis**, v. 18, Berlin: Springer-Verlag, 1996. p. 59.

HUANG, S., LIU, X., XIONG, B., XIA, Q., SUN, G., WANG, X.; WANG, Z. Variation in limonin and nomilin content in citrus fruits of eight varieties determined by modified HPLC. **Food Science and Biotechnology**, v. 28, p. 641 – 647, 2018.

KIMBALL, D. A.; NORMAN, S. I. Processing effects during commercial debittering of California navel orange juice. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 38, n. 6, p. 1396-1400, 1990.

KAMAL, G. M.; ANWAR, F.; HUSSAIN, A. I.; SARRI, N.; ASHRAF, M. Yield and chemical composition of Citrus essential oils as affected by drying pretreatment of peels. **International Food Research Journal**, Selangor, v. 18, n. 4, p. 1275-1282, 2011.

KASHYAP, P ; ANAND S. Effect of debittering techniques on the chemical characteristics of stored kinnow juice. **Journal of Hill Agriculture**, v. 8, n. 4, p. 490-494, 2017.

KASHYAP K, KASHYAP D, NITIN M, RAMCHIARY N, BANU S. Characterizing the nutrient composition, physiological maturity, and effect of cold storage in Khasi mandarin (*Citrus reticulata* Blanco). **International Journal of Fruit Science**, v. 20, n. 3, p. 521–540, 2020.

KOLA, O., KAYA, C., DURAN, H., & ALTAN, A. Removal of limonin bitterness by treatment of ion exchange and adsorbent resins. **Food Science and Biotechnology**, v. 19, n. 2, p. 411–416, 2010.

KORE, V.K.; CHAKRABORTY, I. Efficacy of various techniques on biochemical characteristics and bitterness of pummelo juice. **Journal of food Science and Technology**, v. 52, p. 6073-6077, 2015

KHURSHID, T.; CREEK, A.; SANDERSON, G.; ZHAO, X. Tree Performance, Yield, and Fruit Quality of ‘Valencia’ Sweet Orange (*Citrus sinensis* L. Osbeck) Selections on New *Poncirus trifoliata* Rootstocks. **Horticulturae**, v. 10, n. 4, p. 393, 2024.

LADO, J.; CUELLAR, F.; RODRIGO, M, J.; ZACARÍAS, L. Nutritional composition of mandarins. *In*: **Nutritional composition of fruit cultivars**, Academic Press, 2016. p. 419-443.

LAJOLO, F., M.; MERCADANTE, A., Z. Química e Bioquímica dos Alimentos. São Paulo: Atheneu, 2017. v.2. 432 p. cap. Sabor, p. 311–342.

LAWLESS, H.T.; HETMANN, H. H. Descriptive Analysis. *In*: LAWLESS, H.T.; HETMANN, H. H. **Sensory evaluation of food**. New York: Springer, 2010. cap.10, p. 227-257

LI, S., WANG, Z., DING, F., SUN, D., MA, Z., CHENG, Y., XU, J., Content changes of bitter compounds in ‘Guoqing No.1’ Satsuma mandarin (*Citrus unshiu* Marc.) during fruit development of consecutive 3 seasons. **Food Chemistry**. Wuhan. v. 145, p. 963-969, 2014.

- LOTHA, R. E.; KHURDIYA, D. S.; MAHESHWARI, M. L. Effect of storage on the quality of kinnow mandarin fruit for processing. **Indian Food Packer**, v. 48, p. 25-25, 1994.
- LEITE JÚNIOR, R.; AULER, P.; TAZIMA, Z; GIL, L.; TELLES, T.; MORAIS, H.; SILVA, C.; ADAMUCHIO, L.; SANTOS, E. **Citricultura No Vale Do Ribeira Paranaense: riscos e oportunidades**. Londrina: IDR-Paraná, 2022. 32 p.
- MAHAJAN, B. V. C.; KAPOOR, S.; TANDON, R. Transformation in Physico-chemical and bioactive constituents in variable grades of Kinnow Mandarin during different stages of maturity. **Nutrition and Food Science International Journal**, v.6, p.555679, 2018.
- MANNERS, G.D. Citrus Limonoids: Analysis, Bioactivity, and Biomedical Prospects. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v.55, n. 21, p.8285–8294, 2007
- MAPELLI-BRAHM, P., STINCO, C.M., RODRIGO, M.J., ZACARIAS, L., MELENDEZ-MARTINEZ, A.J. Impact of thermal treatments on the bioaccessibility of phytoene and phytofluene in relation to changes in the microstructure and size of orange juice particles. **Journal of Functional Foods**, v.46, p. 38–47, 2018.
- MASLOV BANDIĆ L, VLAHOVIČEK-KAHLINA K, SIGURNJAK BUREŠ M, SOPKO STRACENSKI K, JALŠENJAK N, FRUK G, ANTOLKOVIĆ AM, JURIĆ S. Fruit quality of Satsuma mandarins from Neretva Valley and their flavonoid and carotenoid content. **Horticulturae**, v.9, p.383, 2023.
- MELO, A. P. C.; SELEGUINI, A.; VELOSO, V. R. S. Caracterização física e química de frutos de araçá (*Psidium guineense* Swartz). **Comunicata Scientiae**, v. 4, n. 1, p. 91-95, 2013.
- MISHRA, P., KAR, R. Treatment of Grapefruit Juice for bitterness removal by amberlite IR 120 and amberlite IR 400 and alginate entrapped naringinase enzyme. **Journal of Food Science**, v. 68, n.4, p.1229–1233, 2003.
- MIYAZAKI, T.; PLOTTO, A.; BALDWIN, E. A.; REYES, D.; CORCUERA, J. I.; GMITTER JR, F. G. Aroma characterization of tangerine hybrids by gas-chromatography – olfactometry and sensory evaluation. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 92, n. 4, p. 727-735, 2012.
- MONGKOLKUL, P.; RODART, P.; PIPATTHITIKORN, T.; MEKSUT, L.; SANGUANDEEKUL, R. Debittering of tangerine *Citrus reticulata* Blanco juice by β -cyclodextrin polymer. **Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry**, v.56, p. 167–170, 2006.
- MONTOYA, C., GONZÁLEZ, L., PULIDO, S., ATEHORTÚA, L., & ROBLEDO, S. M. Identification and quantification of limonoid aglycones content of Citrus seeds. **Revista Brasileira de Farmacognosia**.v. 29, p.710-714, 2019.

MULLA, MEHRAJFATEMA. Studies on Debittering of Sweet Orange Juice. **World Journal of Dairy & Food Sciences**. v.8. 185-189, 2013.

MUKAMA, M.; AMBAW, A.; OPARA, U. L. Thermophysical properties of fruit—a review with reference to postharvest handling. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 14, p. 2917-2937, 2020.

MUKHIM, C.; NATH, A.; DEKA, B. C.; SWER, T. L. Changes in physico-chemical properties of Assam lemon (*Citrus limon* Burm.) at different stages of fruit growth and development. **Bioscan**, v. 10, n. 2, p. 535–537, 2015.

MUÑOZ, M.; HOLTHEUER, J.; WILSON, L.; URRUTIA, P. Grapefruit debittering by simultaneous naringin hydrolysis and limonin adsorption using naringinase immobilized in agarose supports. **Molecules**, v. 27, n. 9, p. 2867, 2022.

NARWADE R.R., SAKHALE B.K. GAIKWAD S.S. Studies on determination of bitterness in sweet orange juice by HPLC. **Journal of Food Technology**, v.10. p.248-251, 2014.

NETO, F.R. **Alteração da época de colheita de tangerinas (*Citrus reticulata* Blanco cv. Ponkan) sob efeito de GA3E 2,4D**. Tese Doutorado – Programa pós graduação em Agronomia, Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais 2000.

NIKDEL, S.; ROUSEFF, R.; FISHER, J. Comparative Effects of Three Types of Florisil Treatments on Flavanone Glycosides and Minerals of Processed Grapefruit Juice. **Journal of Food Science**, v. 52, n. 6, p. 1673–1675, 1987.

NOGUEIRA, M. N. .2016. **Determinação De Macronutrientes na Tangerina (*Citrus Reticulata* Blanco): Ponkan e Cravo, Comercializadas Em Feiras De São Luís - Ma**. 2016. 40f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Faculdade de Ciências exatas e Tecnologia, Universidade Federal do Maranhão, São Luís-Maranhão. Disponível em: <https://monografias.ufma.br/jspui/bitstream/123456789/1508/1/MichelleNogueira.pdf>. Acesso 22 maio 2023.

NIPORNAM, S.; TOCHAMPA, W.; RATTANATRAIWONG, P.; SINGANUSONG, R. Optimization of Low Power Ultrasound-assisted Extraction of Phenolic Compounds from Mandarin (*Citrus Reticulata* Blanco Cv. Sainampueng) Peel. **Food Chemistry**, v. 241, p. 338–345. 2018.

NOOMHORM A, KASEMSUKSAKUL N. Effect of maturity and processing on bitter compounds in Thai tangerine juice. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 27, n. 1, p. 65-72, 1992.

OLIVEIRA, C.; BRUNINI, M.A; NUNES, G. Qualidade da tangerina ‘Ponkan’ comercializada na CEAGESP-Entrepósito de Ribeirão Preto-SP. **Nucleus**, v.11, n.2, 2014.

ORELLANA-PALMA, P.; GONZÁLES, Y.; PETZOLD, G. Improvement of Centrifugal Cryoconcentration by Ice Recovery Applied to Orange Juice. **Chemical Engineering & Technology**, v. 42, n. 4, p. 925-931, 2019

PETZOLD, G.; NIRANJAN, K.; AGUILERA, J. M. Vacuum-assisted freeze concentration of sucrose solutions. **Journal of Food Engineering**, v. 115, n. 3, p. 357-361, 2013a.

PIO, R.M.; FIGUEIREDO, J.O.; STUCHI, E.S.; CARDOSO, S.A.B. Variedades copas. *In*: MATTOS, J. D.; NEGRI, J.D.; PIO, R.M.; POMPEU, J. J. **Citros**. Campinas: Instituto Agrônômico e Fundag, 2005. cap.3, p.38-60.

PIO, R.M.; AZEVEDO, F.A.; NEGRI, D.; FIGUEIREDO, J.O.; CASTRO, J.L. Características da variedade Fremont quando comparadas com as das tangerinas “Ponkan” e “Clementina nules”. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 28, n. 2, p. 222-226, 2006.

PUREWAL, S.S.; SANDHU, K.S. Debittering of citrus juice by different processing methods: A novel approach for food industry and agro-industrial sector. **Scientia Horticulturae**, v. 276, p. 109750-109761, 2021.

POPPER, R. Use of Just-About-Right Scales in Consumer Research. *In*: VARELA, P.; GASTÓN, A. (ed.). **Novel Techniques in Sensory Characterization and Consumer Profiling**. Bilbao: Universidad de Deusto, 2003. p. 55–69.

PREMI, B.R., LAL, B.B., JOSHI, V.K. Distribution pattern of bittering principle in Kinnow fruits. **Journal of Food Science and Technology**, v. 31, n. 2. p. 140–141, 1994.

PURI, M., MARWAHA, S.S., KOTHARI, R.M., KENNEDY, J.F. Biochemical basis of bitterness in citrus fruit juices and biotech approaches for debittering. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 16, n. 2, p. 145-155, 1996

QUEIROZ, E; MENEZES, H. Suco de laranja. *In*: FILHO, W. G.V. **Bebidas não alcoólicas: ciência e tecnologia**. v.2. São Paulo: Editora Blucher, 2010. cap. 14. *E-book*. 412 p. ISBN 9788521217701. Disponível em: <https://app.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521217701/>. Acesso em: 05 jun. 2023.

RAMALHO, A. S.T.M. **Sistema funcional de controle de qualidade a ser utilizado como padrão na cadeia de comercialização de laranja Pêra Citrus sinensis L. Osbeck**. 2005. 91p. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2005. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11141/tde-09082005-132744/publico/AmaliaRamalho.pdf>. Acesso em: 26 jun. 2023

RASHID, I.; DARAGHMEH, N. H.; AL OMARI, M. M.; CHOWDHRY, B. Z.; LEHARNE, S. A., HODALI, H. A.; BADWAN, A. A. Magnesium Silicate. *In*: **Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology**, v. 36, p.241–285, 2011.

RIBEIRO, I.A., RIBEIRO, M H.L. Naringin and naringenin determination and control in grapefruit juice by a validated HPLC method, **Food Control**, v19, p 432-438, 2008

RIAZ M, ZAMIR T, RASHID N, JAMIL N, MASOOD Z, JABEEN U, MANDOKHEL F, BEHLIL F, MENGAL F, KHAN M. Quality assessment in different stages of maturity of fruits, mandarins Kinnow and Feutrell's early collected from the fruit market of Quetta City at in relation to their benefits for human health. **American-Eurasian Journal of Toxicological Sciences**, v. 7, n. 3, p. 203–208, 2015.

ROKAYA PR, BARAL DR, GAUTAM DM, SHRESTHA AK, PAUDYAL KP. Effect of pre-harvest application of gibberellic acid on fruit quality and shelf life of mandarin ("*Citrus reticulata*" Blanco). **American Journal of Plant Sciences** , v. 7, n. 7, p. 1033–1039, 2016.

RODRIGUEZ-CONCEPCION, M.; AVALOS, J.; BONET, M.L.; BORONAT, A.; GOMEZ-GOMEZ, L.; HORNERO-MENDEZ, D.; LIMON, M.C.; MELENDEZ- MARTINEZ, A.J.; OLMEDILLA-ALONSO, B.; PALOU, A. A global perspective on carotenoids: Metabolism, biotechnology, and benefits for nutrition and health. **Progress in Lipid Research**, v.70, p.62–93, 2018.

RYUSUKE YOSHIDA, M. N., MURATA, Y., SHIGEMURA, N., & NINOMIYA, Y. Reception and Transmission of Taste Information in Type II and Type III Taste Bud Cells. **Journal of Oral Biosciences**, v. 52, n. 4, p. 358–364, 2010.

SACHAN, N.; KUMAR, V. A Critical Review on Physiological Changes during Growth Maturation and Ripening of Citrus Fruits. **European Journal of Nutrition & Food Safety**, v. 14, n. 11, p. 146–159, 2022. Disponível em: <https://journalejnfs.com/index.php/EJNFS/article/view/1272>. Acesso em: 3 mai. 2023

SANDHU, K.S., SINGH, N. Studies on factors affecting the physicochemical and organoleptic properties of Kinnow juice. **Journal of Food Science and Technology**, v.38, n. 3, p.266–269, 2001.

SILVA, S. I. C. V. **Limonina em citrinos: análise, bioconversão e bioatividade**. 2010. 123p. Tese (Mestrado em Controlo da Qualidade e Toxicologia dos Alimentos) - Faculdade de Farmácia, Universidade de Lisboa, 2010. Disponível em: <https://repositorio.ul.pt/handle/10451/2587>. Acesso em 18 maio 2023.

SILVA, S.E.L.; SOUZA, A.G.C. Produção de Mudas de Laranja. **Circular Técnica 14**. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2002. 6p.

SILVA, G.; LANDAU, E. Evolução da Produção de Tangerina (*Citrus reticulata*, Rutaceae). In: SILVA, G. A. da; MOURA, L.; HIRSCH, A.; GUIMARAES, D. P. **Dinâmica da Produção Agropecuária e da Paisagem Natural no Brasil nas Últimas Décadas**. Brasília, DF: Embrapa, 2020. v. 2, cap. 39, p. 1273-1300.

SINGH, S.V., JAIN, R.K., GUPTA, A.K., DHATT, A.S., 2003. Debittering of citrus juices: A review. *J. Food Sci. Technol.* v,40, 247–253. **Journal of Food Science and Technology**, v. 40, n. 3, p. 247-253, 2003.

SHARMA, K.; MAHATO, N.; CHO, M. H.; LEE, Y. R. Converting citrus wastes into value-added products: Economic and environmentally friendly approaches. **Nutrition**, v. 34, p. 29-46, 2017.

SHRAVAN R, SHERE DM, MONALI MJ. Study of physico-chemical characteristics of sweet orange (*Citrus sinensis*) fruit. **Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry**, v. 7, n. 6, p. 1687–1689, 2018.

SOARES, S.; KOHL, S.; THAIMANN, S.; MATEUS, N.; MEYERHOF, W.; DE-FREITAS, V. 2013. Different phenolic compounds activate distinct human bitter taste receptors. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n. 7, p. 1525-1533, 2013. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi.org/10.1021/jf304198k>. Acesso em: 13 jul. 2023.

SOGI, D.G., SINGH, S. Studies on bitterness development in kinnow juice, ready to serve beverage, squash, jam and candy. **Journal of Food Science and Technology**, v. 38, n.5, p. 433–438, 2001.

SUN, Y., QIAO, L., SHEN, Y., JIANG, P., CHEN, J., & YE, X. Phytochemical profile and antioxidant activity of physiological drop of citrus fruits. **Journal of food science**, v. 78, n. 1, p. C37-C42, 2013.

SUN, J., CHU, Y. F., WU, X.; LIU, R. H ANTIOXIDANT and antiproliferative activities of common fruits. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 50, n. 25, p. 7449-7454, 2002.

SURI, S.; SINGH, A.; NEMA, P.K.; TANEJA, N.K. A Comparative Study on the Debittering of Kinnow (*Citrus Reticulate* L.) Peels: Microbial, Chemical, and Ultrasound-Assisted Microbial Treatment. **Fermentation**, v 8, p. 389, 2022.

SZUTOWSKA J. Functional properties of lactic acid bacteria in fermented fruit and vegetable juices: a systematic literature review. **European Food Research and Technology**, v. 246, n. 3, p. 357–372, 2020.

THAKUR, N.K., LAL KAUSHAL, B.B. Effect of level of juice extraction on physico-chemical characteristics and bitterness of heat processed Kinnow juice. **Journal of Food Science and Technology**, v. 37, n. 4, p. 412–414, 2000.

TEIXEIRA, L. V. Análise sensorial na indústria de alimentos. **Revista do Instituto Laticínios Cândido Tostes**. Juiz de Fora: [s.n.], v.64, n. 366, p. 12-21, 2009.

TEIXEIRA, J. P. F.; MARQUES, M. O. M.; PIO, R. M. Caracterização dos óleos essenciais em frutos de nove genótipos de tangerina. **Citrus Research & Technology**, Cordeirópolis, v. 35, n. 1, p. 1-10, 2014.

TRIPOLI, E.; LA GUARDIA, M.; GIAMMANCO, S., DI MAJO, D.; GIAMMANCO, M. Citrus flavonoids: Molecular structure, biological activity and nutritional properties: A review. **Food chemistry**, v. 104, n. 2, p. 466-479, 2007.

VALE, A. A. S.; SANTOS, C. D.; ABREU, C. M. P., CORRÊA, A.; SANTOS, J. A. Alterações químicas, físicas e físico-químicas da tangerina 'ponkan' (Citrus reticulata Blanco) durante o armazenamento refrigerado. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 30, n. 4, p. 778-786. 2006. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1413-70542006000400027&lng=en&nrm=iso. Acesso em: 04 jun. 2023.

VARELA, P.; ARES, G. Sensory profiling, the blurred line between sensory and consumer science. A review of novel methods for product characterization. **Food Research International**, v. 48, n. 2, p. 893–908, 2012.

VALE, A.A.S; DOS SANTOS, C, D.; ABREU, C.M.P. ; CORRÊA, A, D; SANTOS, J.A. . Chemical, physical and physical-chemical changes on tangerina 'ponkan' (Citrus reticulata Blanco) under refrigerated storage. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 30, n.4, p. 778-786, 2006.

VAVOURA, M. V., KARABAGIAS, I. K., KOSMA, I. S., BADEKA, A. V., & KONTOMINAS, M. G. Characterization and differentiation of fresh orange juice variety based on conventional physicochemical parameters, flavonoids, and volatile compounds using chemometrics. **Molecules**, v. 27, n. 19, p. 6166, 2022.

WANG, L., SHAH, G. A., JING, T., ZANG, X., EISSA, M. A., EL-NWEHY, S. S., MOHAMED, R.; YUN, Z.; LIU, Y; HE, Y. Bio-fortification with selenium (Se) improves quality and nutrient profile in citrus fruit. **Journal of Food Composition and Analysis**, v.136, p. 106822, 2024.

WANG, F., YU, X., LIU, X., SHEN, W., ZHU, S., ; ZHAO, X. Temporal and spatial variations on accumulation of nomilin and limonin in the pummelos. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 106, p. 23–29, 2016.

WANG, Q.; ZHENG, Y.; YU, Y.; GAO, H.; LAI, C.; LUO, X.; HUANG, X. Effects of cross-pollination by ‘Murcott’ tangor on the physicochemical properties, bioactive compounds and antioxidant capacities of ‘Qicheng 52’ navel orange. **Food Chemistry**. v. 270, p. 476–480, 2019.

WIDMER, W.W.; HAUN, C.A. Analysis of limonin and flavonoids in citrus juices and byproduct extracts by direct injection and in-line sample clean-up. *In*: BERHOW, M.A.; HASEGAWA, S.; MANNERS, G.D. **Citrus limonoids: functional chemicals in agriculture and food**. American Chemical Society: Washington, D.C. 2000, p. 60–72.

XI, W.; LU, J.; QUN, J.; JIAO, B. Characterization of phenolic profile and antioxidant capacity of different fruit part from lemon (Citrus limon Burm.) cultivars. **Journal of food science and technology**, v. 54, p. 1108–1118, 2017.

ZACARÍAS-GARCÍA, J., REY, F., GIL, J. V., RODRIGO, M. J., & ZACARÍAS, L. Antioxidant capacity in fruit of Citrus cultivars with marked differences in pulp coloration: Contribution of carotenoids and vitamin C. **Food Science and Technology International**, v. 27, n. 3, p. 210-222, 2021.

ZHANG, J.; YANG, Z.; LIANG, Y.; ZHANG, L.; LING, W.; GUO, C.; LIANG, G.; LUO, G.; YE Q; ZHONG, B. Effects of Postharvest Time, Heat Treatment, pH and Filtration on the Limonin Content in Newhall Navel Orange (*Citrus sinensis* Osbeck cv. Newhall) Juice. **Molecules**. v. 23, n. 10, p. 2691, 2018.

ZHANG, N.; XU, Y.; LI, X.; REN, J.; JIA, X.; PAN, S.; FAN, G.. Factors affecting the formation of delayed bitterness in sweet orange (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) juice. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 132, p. 106298, 2024.

ZOU, Z.; XI, W.; HU, Y.; NIE, C.; ZHOU, Z. Antioxidant activity of Citrus fruits. **Food Chemistry**, v.196, p.885–896, 2016.

ZIYATDINOVA, G.; YAKUPOVA, E.; GUSS, E.; BUDNIKOV, H. The selective electrochemical sensing of naringin using electropolymerized ellagic acid film. **Journal of The Electrochemical Society**, v167, p. 107502, 2020.

ZURITZ, C. A.; PUNTES, E. M.; MATHEY, H. H.; PÉREZ, E. H., GASCÓN, A., RUBIO, L. A.; CABEZA, M. S. Density, viscosity and coefficient of thermal expansion of clear grape juice at different soluble solid concentrations and temperatures. **Journal of Food Engineering**, v. 71, n. 2, p. 143–149, 2005.