



Production and characterization of mixed pineapple and hibiscus jam

Produção e caracterização de geleia mista de abacaxi com hibisco

Eugênia Telis de Vilela Silva^{1*}, Henrique Valentim Moura¹, Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo³, Alexandre José de Melo Queiroz³, Inácia dos Santos Moreira²

Abstract: Pineapple is a food rich in vitamins, antioxidants and bromelain, but because it has high water content it becomes a highly perishable fruit. Hibiscus is a plant with flowers rich in phytochemicals that can be used as an ingredient to add value to processed products. The objective of this work was to prepare mixed jams using pineapple with hibiscus extract at different concentrations and to characterize the physicochemical properties of the jams produced. Experimental design was completely randomized with four replicates. The treatments consisted of three concentration levels of hibiscus extract (5, 10 and 15%) in pineapple jelly (50:50). Analyzed physical-chemical characteristics were: water content, water activity, ash, lipids, total sugars, reducing and non-reducing sugars, vitamin C, total titratable acidity, pH and total soluble solids. It was found that increasing concentrations of hibiscus in the formulations significantly influenced resulting jam composition. Increasing hibiscus concentration reduced the total sugars content and increased ascorbic acid content, acidity, total soluble solids and ash, as well as total anthocyanins and flavonoids contents. Among the jams produced, the formulation with 15% hibiscus was distinguished by its high content of ascorbic acid, flavonoids and anthocyanins. The addition of hibiscus to pineapple jelly improves the nutritional and functional value of the resulting jams, so it can be considered a high potential ingredient for this type of product.

Key words: *Ananas comosus* (L.) Merrill. *Hibiscus sabdariffa* L.. Anthocyanins. Flavonoids.

Resumo: O abacaxi é um alimento rico em vitaminas, antioxidantes e bromelina, mas por apresentar um alto teor de água torna-se um fruto altamente perecível. O hibisco é uma planta rica em agentes fitoquímicos, podendo ser usado como ingrediente para agregar valor a produtos processados. Objetivou-se, neste trabalho, elaborar geleias mistas de abacaxi com extrato de hibisco em diferentes concentrações e caracterizar físico-quimicamente as geleias produzidas. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado com quatro repetições. Os tratamentos consistiram em três níveis de concentração de extrato de hibisco (5, 10 e 15%) em geleia de abacaxi (50:50). As características físico-químicas analisadas foram: teor de água, atividade de água, cinzas, lipídios, açúcares totais, açúcares redutores e não-redutores, vitamina C, acidez titulável, pH e sólidos solúveis totais. Observou-se que o aumento da concentração do hibisco nas formulações influenciou significativamente a composição das geleias. Com a elevação da concentração de hibisco, houve redução do teor de açúcares totais e elevação do teor de ácido ascórbico, da acidez, dos sólidos solúveis totais e das cinzas, assim como dos teores de antocianinas e flavonoides totais. Dentre as geleias produzidas, a da formulação com 15% de hibisco se destacou por apresentar maior teor de ácido ascórbico, flavonoides e antocianinas. A adição do hibisco na composição da geleia de abacaxi melhora o valor nutricional e funcional das geleias e, assim sendo, esse pode ser considerado um ingrediente com alto potencial para o tipo de produto analisado.

Palavras-chave: *Ananas comosus* (L.) Merrill. *Hibiscus sabdariffa* L.. Anthocyanins. Flavonoids.

*Corresponding author

Submitted for publication on 11/04/2019 and approved 26/06/2019

¹Master of the Graduate Program in Agricultural Engineering - UFCG. R. Aprígio Veloso, 882 - Bairro Universitário, Campina Grande - PB, 58429-970, e-mail: eugenia_telys@hotmail.com, telephone: (83) 21011547; valentim_henrique@hotmail.com;

²Pos Doctor of the Post-Graduation Program in Process Engineering - UFCG. inaciamoreira@ymail.com;

³Professor Doctor of the Federal University of Campina Grande. rossanamff@gmail.com; alexandrejmj@gmail.com

INTRODUCTION

The pineapple (*Ananas comosus* (L.) Merrill), a tropical fruit belonging to the family Bromeliaceae, is highly appreciated because of its characteristic flavor, aroma and nutritional properties. In 2017, Brazil produced some 1.7 million tons of pineapple fruit (IBGE 2017).

In natura pineapple fruit are composed of water (80-85%), sugars (12-15%), organic acids (0.6%), proteins (0.4%), ashes (0.5%), fats (0.1%), vitamins and antioxidant health promoters, such as ascorbic acid, polyphenols, flavonoids and carotenoids, besides being rich in bromelain, a group of proteolytic enzymes that aid in digestion and have anti-inflammatory effects (DIFONZO *et al.*, 1991; RAGHUWANSHI *et al.*, 2019; BANERJEE *et al.*, 2018; LOBO; PAULL, 2017).

Water is the main component of pineapple, about 80-85%, which makes the fruit perishable (SHAARI *et al.*, 2018). Due to the consequent short shelf-life of pineapple, research on processing alternatives that can reduce these losses is required (LIMA *et al.*, 2016; RAGHUWANSHI *et al.*, 2019).

Fruit, especially those with lower *in natura* shelf life stability, can be processed in the form of jams so allowing their consumption for prolonged periods (SHINWARI *et al.*, 2018). Jams are prepared by cooking fruit pulp with sugar (sucrose), pectin and citric acid, until sufficient firm consistency is reached that maintains the structure (BELOVIC *et al.*, 2017; BARBIERI *et al.*, 2018). However, products processed like jams generally have lower nutritional values than do fresh fruits.

Roselle hibiscus (*Hibiscus sabdariffa* L.), a tropical plant of the family Malvaceae, is widely used as a potent phytochemical agent. In the food industry the calyx (sepals) is the most commonly used part (PIMENTEL-MORAL *et al.*, 2018; MOURA *et al.*, 2018).

Dried hibiscus calyxes are used worldwide in the production of beverages (herbal tea), jellies, jams, sauces, “chutneys”, wines, preserves and are a natural source of food coloring due to the presence of high concentrations of anthocyanins. Calyx composition includes carbohydrates (9-10%), fibers (2%), proteins (1-2%), polyphenols (600-700 mg EAG per 100 g), anthocyanins and flavonoids (190-200 mg per 100 g) in the presence of ascorbic acid (45-55 mg per 100 g) (SILVA; WIEST; CARVALHO, 2016; RIAZ; CHOPRA, 2018; MOURA *et al.*, 2018).

Considering this and the need for off-season conservation and consumption of pineapple, the current study aimed to physicochemically characterize jams made from a mixture of pineapple jelly and increasing concentrations of hibiscus extract.

INTRODUÇÃO

O abacaxi (*Ananas comosus* L. Merrill), fruto tropical que pertence à família *Bromeliaceae*, é altamente apreciado devido ao seu aroma, sabor característicos e propriedades nutricionais. Em 2017, a produção brasileira de abacaxi foi cerca de 1,7 milhão de toneladas de frutos (IBGE 2017).

O abacaxi *in natura* é composto de água (80-85%), açúcares (12-15%), ácidos orgânicos (0,6%), proteínas (0,4%), cinzas (0,5%), gorduras (0,1%), vitaminas e antioxidantes promotores de saúde, como ácido ascórbico, polifenóis, flavonoides e carotenoides, além de ser rico em bromelina, um grupo de enzimas proteolíticas que auxiliam na digestão e possuem efeitos anti-inflamatórios (DIFONZO *et al.*, 2019; RAGHUWANSHI *et al.*, 2019; BANERJEE *et al.*, 2018; LOBO; PAULL, 2017).

A água é o principal componente do abacaxi, cerca de 80-85%, o que torna o fruto perecível (SHAARI *et al.*, 2018). Devido à curta vida de prateleira do abacaxi, pesquisas de alternativas de processamento que possam reduzir essas perdas são necessárias (LIMA *et al.*, 2016; RAGHUWANSHI *et al.*, 2019).

As frutas, especialmente aquelas com menor estabilidade durante a vida de prateleira *in natura*, podem ser processadas na forma de compotas e geleias, possibilitando o seu consumo por períodos prolongados (SHINWARI *et al.*, 2018). As geleias são preparadas a partir do cozimento da polpa de fruta com açúcar (sacarose), pectina e ácido cítrico, até atingir consistência firme suficiente para manter a estrutura (BELOVIC *et al.*, 2017; BARBIERI *et al.*, 2018). No entanto, produtos processados como geleias tendem a ter valores nutricionais mais baixos quando comparados às frutas *in natura*.

O hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.), planta tropical pertencente à família Malvaceae, é utilizado como potente agente fitoquímico devido a sua composição. A parte da planta mais utilizada pela indústria alimentícia são os cálices (PIMENTEL-MORAL *et al.*, 2018; MOURA *et al.*, 2018).

Os cálices secos do hibisco são utilizados mundialmente na produção de bebidas (chá de ervas), geleias, molhos, “chutneys”, vinhos, conservas e são fonte natural de corante alimentício devido à presença de antocianinas. Sua composição apresenta carboidratos (9-10%), fibras (2%), proteínas (1-2%), polifenóis (600-700 mg EAG por 100 g), antocianinas e flavonoides (190-200 mg por 100 g) e é rico em ácido ascórbico (45-55 mg por 100 g) (SILVA; WIEST; CARVALHO, 2016; RIAZ; CHOPRA, 2018; MOURA *et al.*, 2018).

Diante do exposto e da necessidade de conservação e consumo do abacaxi em períodos entressafra, este trabalho objetivou caracterizar físico-quimicamente geleias elaboradas a partir da mistura de abacaxi e concentrações crescentes de extrato de hibisco.

MATERIALS AND METHODS

The study took place at the Laboratory of Storage and Processing of Agricultural Products, Campina Grande Federal University (UFCG), Campina Grande *campus*, Paraíba state, Brazil.

Data was obtained from a completely randomized experimental design with four replicates. The treatments consisted of three levels of hibiscus extracts (5, 10 and 15%) added to the standard pineapple jelly formulation (50:50 pulp and sugar).

Jam was prepared using Pérola cultivar pineapples and Rosell hibiscus sepals, both purchased from the Paraibana Supply and Agricultural Services Company - EMPASA - Campina Grande, Paraíba state, Brazil.

Prior to preparation, pineapples were washed with neutral detergent, sanitized with sodium hypochlorite (NaClO) at 200 ppm for 15 minutes and rinsed with distilled water. Fruit cutting and pulping were performed manually. The pulp and central stem of the pineapple were ground in a domestic blender, packed in low-density polyethylene bags and stored at -18° C until used for jam manufacture or compositional analysis.

Roselle hibiscus infusions (extracts) were prepared, 400 mL of deionized water boiled, and the hibiscus sepals were added at 5, 10 and 15% concentrations. The mix was left to infused for 30 minutes and was then filtered, to obtain hibiscus extracts at the three concentrations.

Jams of pineapple jelly (pulp: sugar 50:50) and hibiscus extract at different concentrations (5, 10 and 15%), were prepared according to the formulations (F₅, F₁₀ and F₁₅) given in Table 1 Ingredient concentrations (extract of hibiscus, pulp, sugar and pectin) used in the jams are given in Table 1 for the different formulations.

MATERIAL E MÉTODOS

O trabalho foi desenvolvido no Laboratório de Armazenamento e Processamento de Produtos Agrícolas da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, no *campus* de Campina Grande, Paraíba.

Para a obtenção dos dados foi aplicado o experimento conduzido em delineamento experimental inteiramente casualizado com quatro repetições. Os tratamentos consistiram em três níveis de extratos de hibiscos (5, 10 e 15%) acrescentados à formulação de geleia de abacaxi do tipo extra (50:50 de polpa e açúcar).

Para a elaboração das geleias foram utilizados abacaxis, cultivar Pérola, e sépalas de hibisco, ambos adquiridos na Empresa Paraibana de Abastecimento e Serviços Agrícolas - EMPASA da cidade de Campina Grande, Paraíba.

Os abacaxis foram lavados com detergente neutro, sanitizados com hipoclorito de sódio (NaClO) a 200 ppm por 15 minutos e enxaguados com água destilada. O corte e o despulpamento dos frutos foram realizados manualmente. A polpa e o talo central do abacaxi foram triturados em liquidificador doméstico, embalados em sacos de polietileno de baixa densidade e armazenados a -18 °C até o momento de utilização nas geleias e na caracterização.

Preparou-se infusões (extratos) do hibisco, ferveu-se 400 mL de água deionizada e adicionou-se as sépalas de hibisco nas concentrações de 5, 10 e 15%. A infusão se deu por 30 minutos e em seguida filtrou-se, obtendo-se os extratos de hibisco nas três concentrações.

As geleias do tipo extra (polpa:açúcar de 50:50), de abacaxi com extrato de hibisco em diferentes concentrações (5, 10 e 15%), foram preparadas de acordo com as formulações (F₅, F₁₀ e F₁₅) da Tabela 1. As concentrações dos ingredientes (extrato de hibisco, polpa, açúcar e pectina) utilizadas nas geleias para as diferentes formulações estão na Tabela 1.

Table 1 - Amounts of added ingredients used for each pineapple and hibiscus jam formulation

Tabela 1 - Quantidade dos ingredientes adicionados a cada formulação de geleia mista do tipo extra de abacaxi e hibisco

Formulation	Hibiscus extract (mL)	Hibiscus extract (%)	Ingredients (g)		
			Pulp	Sugar	Pectin
F ₅	400	5	500	500	10
F ₁₀	400	10	500	500	10
F ₁₅	400	15	500	500	10

For jam preparation, pineapple pulp, hibiscus extract and half the sugar volume were initially mixed, the mixture for each formulation being cooked at atmospheric pressure in an open stainless steel pan. At the beginning of the boil, the remainder of the sugar was added together with the pectin. The jam was concentrated to a total soluble solids content of 65 °Brix. Lastly, jam pH was corrected to about 3.2 by addition of citric acid and the jellies were packed at 85 °C in pre-sterilized 250 mL metal stoppered glass jars. Containers were filled, closed and inverted with the lid down for 15 minutes, cooled to room temperature and placed in a Biochemical Oxygen Demand (BOD) incubator at 5 °C until analysis.

The physical-chemical characteristics of pineapple pulp and the various formulations of mixed pineapple/hibiscus jam were analyzed, according to the AOAC (2009) analytical procedures, for: water content, total soluble solids (TSS), ash, total titratable acidity (TTA) and pH. The TSS/TTA ratio was calculated by the proportionality between total soluble solids content (TSS) and total titratable acidity (TTA); the total and reducing sugars (% glucose) were quantified using the Lane-Eynon method, using Fehling's reagent; non-reducing sugars (% sucrose) were determined by the difference between the percentages of total sugars and the reducing sugars multiplied by the conversion factor of 0.95; ascorbic acid content was determined by titration with sodium 2,6-dichlorophenolindophenol (DCPP); lipid content was determined using the methodology of Bligh and Dyer (1959).

Analyses of flavonoids and anthocyanins were performed following the methodology of Francis (1982), with readings at 374 nm and 535 nm, respectively.

The water activity (a_w) of samples at 25 °C was read using Aqualab 3TE equipment.

The data were submitted to analysis of variance and, when an F test was significant at 5% probability, means were compared with a Tukey test at 5% probability using the program Statistica® version 7.0.

RESULTS AND DISCUSSION

According to Normative Instruction N° 01 of January 7, 2000 (BRASIL, 2000), pineapple juice must have a minimum total soluble solids content of 11 °Brix, a minimum total acidity of 0.3% citric acid and natural total pineapple sugars of at most 15%. Table 2 shows that the analyzed pineapple pulp lay within these legislatively-defined limits.

Para o preparo das geleias, inicialmente, misturou-se a polpa de abacaxi, o extrato de hibisco e metade da quantidade de açúcar, sendo a mistura para cada formulação levada para cocção em pressão atmosférica em tacho aberto de aço inoxidável; no início da ebulição, adicionou-se o restante da quantidade de açúcar juntamente com a pectina. A geleia foi concentrada até o teor de sólidos solúveis totais de 65 °Brix. Ao final, o pH das geleias foi corrigido para cerca de 3,2 com adição de ácido cítrico e as geleias foram envasadas a 85 °C em potes de vidro de 250 mL com tampa metálica, previamente esterilizados. Os recipientes foram cheios, fechados e invertidos com a tampa para baixo por 15 minutos, resfriados em temperatura ambiente e acondicionados em uma estufa incubadora de Demanda Bioquímica de Oxigênio - BOD a temperatura de 5 °C, até o momento das análises.

Foram analisadas as características físico-químicas da polpa de abacaxi e das geleias mistas de abacaxi com hibisco para as diferentes formulações por meio das seguintes determinações, conforme os procedimentos analíticos da AOAC (2009): teor de água, sólidos solúveis totais, cinzas, acidez total titulável e pH. A relação SST/ATT foi calculada pela razão entre o teor de sólidos solúveis totais (SST) e a acidez total titulável (ATT); os açúcares totais e redutores (% glicose) foram quantificados através do método de Lane-Eynon, com utilização do reagente de Fehling; os açúcares não-redutores (% sacarose) foram determinados pela diferença entre as porcentagens de açúcares totais, e os açúcares redutores multiplicando-se pelo fator de conversão de 0,95; o teor de ácido ascórbico foi determinado através da titulação com o 2,6 diclorofenolindofenol sódio (DCFI); o teor de lipídios foi determinado pela metodologia de Bligh e Dyer (1959).

As análises de flavonoides e antocianinas foram realizadas de acordo com a metodologia de Francis (1982), com leituras a 374 nm e 535 nm, respectivamente.

A atividade de água (a_w) a 25 °C das amostras foi lida em equipamento Aqualab 3TE.

Os dados obtidos foram submetidos a análise de variância e, quando o teste F foi significativo a 5% de probabilidade, foi feita a comparação entre as médias pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, utilizando o programa Statistica® versão 7.0.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com a Instrução normativa N° 01, de 7 de janeiro de 2000 (BRASIL, 2000), a composição do suco do abacaxi tem teor mínimo de sólidos solúveis totais de 11 °Brix, acidez total mínima de 0,3% de ácido cítrico e açúcares totais naturais do abacaxi de no máximo 15%. Na Tabela 2, verifica-se que as características da polpa de abacaxi analisadas se encontram dentro do estabelecido pela legislação.

Table 2 - Physical-chemical characterization of pineapple pulp used making mixed pineapple and hibiscus jam**Tabela 2** - Caracterização físico-química da polpa de abacaxi, empregada na elaboração de geleia mista abacaxi e hibisco

Physico-chemico characteristics	Mean/ Standard deviation	Physico-chemical characteristics	Mean/ Standard deviation
Water content (%)	87.96 ± 0.00	Ascorbic acid (mg per100 g)	45.67 ± 0.08
Water activity (A_w) at 25 °C	0.98 ± 0.00	Lipids (%)	0.09 ± 0.01
Total soluble solids (°Brix)	14.00 ± 0.00	Ash (%)	0.19 ± 0.01
Total titratable acidity (% citric acid)	0.50 ± 0.01	Total sugars (% glucose)	7.67 ± 0.12
pH	3.80 ± 0.01	Reducing sugars (% glucose)	4.92 ± 0.27
Ratio (TSS/TTA)	27.71 ± 0.15		

The TSS/TTA ratio is an important descriptor of fruit quality, through which the maturity index is obtained and the best harvest season determined (ADAMS; KLEIN, 2018), since the higher the ratio, the greater the palatability of the fruit. The analyzed pulp had a TSS/TTA ratio of 27.71, indicating that, even with pineapple pulp having a highly acidic pH (3.8), the pulp employed showed high palatability.

The recorded pineapple pulp water activity value (0.98) classifies pulp as a highly moist and perishable product. Water activity affects the growth of microorganisms in food, since the speed of chemical and enzymatic reactions increases when large amounts of mobile water are available (DAMODARAN; PARKIN, 2018).

Other studies have reported similar values for the evaluated pineapple pulp characteristic, e.g.: water (85.0- 93.4%); pH (3.45-4.12); ash (0.27-0.32%); lipids (0.1%); total soluble solids (12.0-16.5 °Brix); total titratable acidity (0.49-0.78% citric acid); ascorbic acid (17.6-50.0 mg per 100 g); TSS/TTA ratio (26.5) (CHAKRABORTY *et al.*, 2019; BAMIDELE; FASOGBON, 2017; DIFONZO *et al.*, 2019).

Table 2 shows that pineapple pulp anthocyanins levels were close to zero, since anthocyanins are found in fruits with red coloration. However, flavonoids were present in the analysed pineapple pulp, though still at values below the mean reported by other authors: for example, Sahu *et al.* (2017) found flavonoids at 14.12 mg per 100 g in pineapple pulp.

From the jam physicochemical characterization given in Table 3, it can be seen that water content differed statically between the three formulations, showing higher value for F₅ (5% hibiscus). However, all formulations are in accordance with legislation (BRASIL, 1978), which establishes a maximum of 35% water content for fortified-type fruit jams.

A relação SST/ATT é uma característica importante relacionada à qualidade dos frutos, por meio dela obtém-se o índice de maturidade e se determina a melhor época de colheita (ADAMS; KLEIN, 2018). Assim, quanto maior for essa relação, maior a palatabilidade do fruto. A polpa apresentou relação SST/ATT de 27,71, indicando que mesmo o abacaxi apresentando pH ácido (3,8) a polpa empregada possuía boa palatabilidade.

O valor encontrado para a atividade de água da polpa de abacaxi (0,98) classifica a polpa como um produto de alta umidade e perecível. A atividade de água afeta o crescimento de microrganismos em alimentos, uma vez que a velocidade das reações químicas e enzimáticas aumentam quando há alta quantidade de água móvel disponível (DAMODARAN; PARKIN, 2018).

Outros autores também encontraram valores similares para as características avaliadas na polpa do abacaxi com os seguintes teores: água (85.0-93,4%); pH (3,45-4,12); cinzas (0,27-0,32%); lipídios (0,1%); sólidos solúveis totais (12.0-16,5 °Brix); acidez total titulável (0,49-0,78% ácido cítrico); ácido ascórbico (17,6-50,0); ratio (26,5) (CHAKRABORTY *et al.*, 2019; BAMIDELE; FASOGBON, 2017; DIFONZO *et al.*, 2019).

Na Tabela 2, ainda, é possível observar que os resultados da caracterização da polpa de abacaxi para antocianinas foram próximos a zero, já que as antocianinas são encontradas em frutos com coloração vermelha. Em relação aos flavonoides a polpa do abacaxi apresentou maior teor se comparado às antocianinas, mas ainda abaixo da média dos valores encontrados por outros autores. Sahu *et al.* (2017) encontraram 14,12 mg por 100 g na polpa do abacaxi.

Analisando os resultados da caracterização das geleias na Tabela 3, observa-se que o teor de água diferiu estaticamente entre as três formulações, apresentando maior valor para F₅ (5% de hibisco). Entretanto, todas as formulações estão de acordo com a Resolução CNNPA 12 de 1978 (BRASIL, 1978), que estabelece o máximo de 35% de umidade em geleias de frutas do tipo extra.

Table 3 - Physical-chemical characterization of mixed pineapple and hibiscus jam
Tabela 3 - Caracterização físico-química das geleias mistas de abacaxi e hibisco

Physico-chemico characteristics	Mean and standard deviation		
	F ₅	F ₁₀	F ₁₅
Water content (%)	23.82 ± 0.01 a	21.71 ± 0.02 b	20.45 ± 0.03 c
Water activity (A _w) at 25 °C	0.81 ± 0.00 a	0.78 ± 0.00 b	0.75 ± 0.01 c
Total soluble solids (°Brix)	68.00 ± 0.00 c	69.00 ± 0.00 b	70.00 ± 0.00 a
Titrateable total acidity (% citric acid)	0.64 ± 0.00 c	0.69 ± 0.00 b	0.82 ± 0.00 a
pH	2.91 ± 0.00 a	2.74 ± 0.00 b	2.66 ± 0.01 c
Ascorbic acid (mg per100 g)	44.64 ± 0.18 a	66.50 ± 0.11 b	83.17 ± 0.17 c
Lipids (%)	0.18 ± 0.04 c	0.20 ± 0.05 b	0.22 ± 0.04 a
Ash (%)	0.28 ± 0.01 c	0.29 ± 0.01 b	0.32 ± 0.00 a
Total sugars (% glucose)	67.65 ± 0.00 a	64.79 ± 0.41 b	61.47 ± 0.39 c
Reducing sugars (% glucose)	54.91 ± 0.72 a	50.04 ± 0.65 b	42.91 ± 0.42 c
Non-reducing sugars (% sucrose)	12.10 ± 0.74 c	14.02 ± 0.73 b	17.63 ± 0.36 a

Means followed by the same letter in each line do not differ statistically Tukey test ($p \leq 0.05$).

Médias seguidas por uma mesma letra, em cada linha, não diferem estatisticamente pelo teste Tukey ($p \leq 0,05$).

It can be seen that total soluble solids content accords with established legislation (BRASIL, 1978), which is at least 65 °Brix. Increasing the concentration of hibiscus increased the sample soluble solids content while reducing water activity levels.

Acidity and pH characteristics also show the influence of hibiscus on jellies, differing statically for all samples and varying as the concentration of hibiscus increased, which increased acidity and consequently decreased pH of all formulations. The acidity increase occurs because hibiscus has a high percentage of organic acids, including malic and citric acids (RIAZ; CHOPRA, 2018). Indeed, sample F₅ had values close to those found for pineapple jelly by Patel *et al.* (2015) that was 0.602% citric acid.

Sample pH range (2.66 to 2.91) was lower than that reported by Ferdous and Alim (2018) for pineapple jelly (4.21), indicating the influence of hibiscus characteristics on jam constitution.

Sample jam ascorbic acid content was high compared to values for other pineapple jellies and jams: Awolu *et al.* (2018) reported 10.31 mg per 100 g in mixed pineapple, watermelon and banana jam (50:25:25); and Patel *et al.* (2015) obtained 22.77 mg per 100 g for pure pineapple jelly and 22.73 mg per 100 g for mixed pineapple banana (75:25) jam.

As with other characteristics, lipid content also differed significantly ($p \leq 0.05$) between formulations (Table 3). Increasing concentration of hibiscus sepals increased the percentage of lipids (Table 3), but not enough to reach the average value reported in the literature of the 1.01% (RIAZ; CHOPRA, 2018).

Observa-se que o teor de sólidos solúveis totais está de acordo com o estabelecido pela legislação (BRASIL, 1978), que é de no mínimo 65 °Brix. O aumento da concentração de hibisco elevou o teor de sólidos solúveis e reduziu a atividade de água das amostras.

As características de acidez e pH demonstram a influência do hibisco nas geleias, diferindo estaticamente para todas as amostras e variando conforme o aumento da concentração de hibisco presente, que elevou a acidez e consequentemente diminuiu o pH das formulações. A elevação na acidez ocorre devido ao hibisco possuir uma alta porcentagem de ácidos orgânicos, incluindo ácido málico e ácido cítrico (RIAZ; CHOPRA, 2018). A amostra F₅ apresentou valor próximo aos encontrados para geleia de abacaxi por Patel *et al.* (2015) que foi 0,602% de ácido cítrico.

A faixa de pH das amostras, 2,66 a 2,91, foi inferior aos valores encontrados por Ferdous e Alim (2018) em geleia de abacaxi, 4,21, o que indica a influência das características do hibisco na composição das geleias.

O teor de ácido ascórbico das geleias foi elevado quando comparado aos resultados obtidos para geleias de abacaxi. Awolu *et al.* (2018) encontraram teor de 10,31 mg por 100 g em geleia mista de abacaxi, melancia e banana (50:25:25); e Patel *et al.* (2015) obtiveram para a geleia de abacaxi teor de 22,77 mg por 100 g e para a geleia mista de abacaxi com banana (75:25) 22,73 mg por 100 g de ácido ascórbico.

Assim como as outras características, o teor de lipídios também diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) entre as formulações (Tabela 3). A composição das sépalas de hibisco elevou a porcentagem de lipídios conforme o aumento da sua concentração (Tabela 3), mas não o suficiente para alcançar o valor médio reportado na literatura que é de 1,01% (RIAZ; CHOPRA, 2018).

Sample ash content also rose according to hibiscus concentration (Table 3). Similar results were reported by Ferdous and Alim (2018) with pineapple jelly (0.245%) and by Awolu *et al.* (2018) for mixed pineapple with apricot jam (0.39%).

Total sugar contents (reducing and non-reducing) differed statistically ($p \leq 0.05$) between formulations (Table 3). Reducing sugars exceeded non-reducing sugars, which is expected in jams, due to the inversion process of added non-reducing sugar (sucrose). Similar results for sugars were obtained for pineapple jellies by Patel *et al.* (2015), total sugars (54.71%; reducing sugars - 38% and non-reducing sugars - 16.72%), and by Ferdous and Alim (2018) (total sugars - 59.25%).

Table 4 shows the total anthocyanin and flavonoids contents of the jam formulations. The jams showed high anthocyanins values, a result due to the addition of roselle hibiscus calyx extract to the pineapple jelly. Calyxes of this hibiscus is considered a rich source of flavonoids and anthocyanins, which are responsible for their characteristic deep red color (PINELA *et al.*, 2019).

Pigments in the hibiscus calyxes gave the jellies both a reddish, color and a series of specific properties, so that flavonoids and anthocyanins contents increased as the concentration of used hibiscus increased. The literature gives levels of anthocyanins in hibiscus calyxes: as between 12 to 13 mg per 100 g (JABEUR *et al.*, 2017; PINELA *et al.*, 2019) and Rosa (2013) reported 45.69 mg per 100 g.

The anthocyanins contents of mixed pineapple/hibiscus jams ranged from 6.98 to 7.36 mg per 100 g, values lower than those found in the literature. This occurs because anthocyanins degrade during the jam-making process. According to both Moura *et al.* (2018) and Nguyen *et al.* (2018), anthocyanins are sensitive to degradation by various factors such as pH, elevated temperatures, light, oxygen, and excessive agitation, among others. On the other hand, the addition of hibiscus to pineapple jams considerably increased the flavonoids content.

O teor de cinzas das amostras também se elevou conforme a concentração do hibisco (Tabela 3). Resultados próximos foram reportados por Ferdous e Alim (2018) na geleia de abacaxi (0,245%) e por Awolu *et al.* (2018) na geleia mista de abacaxi com damasco (0,39%).

Os teores de açúcares totais, redutores e não redutores, diferiram estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre as formulações (Tabela 3). Os açúcares redutores predominaram sobre os não-redutores, comportamento já esperado em geleias, devido ao processo de inversão do açúcar não-redutor (sacarose) adicionado. Resultados próximos para os açúcares foram obtidos por Patel *et al.* (2015), açúcares totais - 54,71%; açúcares redutores - 38% e açúcares não-redutores - 16,72%, e por Ferdous e Alim (2018), açúcares totais - 59,25% em geleias de abacaxi.

Na Tabela 4, são apresentados os teores de antocianinas e flavonoides totais da polpa de abacaxi, cv. Pérola, e das formulações de geleia. As geleias apresentaram altos valores de antocianinas, resultado obtido a partir da adição do hibisco à geleia de abacaxi. O hibisco é considerado uma fonte de flavonoides e antocianinas, sendo responsável pela característica vermelha dos cálices de hibisco (PINELA *et al.*, 2019).

Os cálices de hibisco conferiram às geleias o pigmento avermelhado, assim como suas propriedades, tendo seus teores de flavonoides e antocianinas aumentados conforme o aumento na concentração de hibisco. A literatura registra teores de antocianinas em cálices do hibisco: Jabeur *et al.* (2017) e Pinela *et al.* (2019) encontraram na faixa de 12 a 13 mg por 100 g e Rosa (2013) encontrou 45,69 mg por 100 g.

Os teores de antocianinas nas geleias mistas de abacaxi e hibisco variaram de 6,98 a 7,36 mg por 100 g, valores inferiores aos encontrados na literatura. Esse comportamento é explicado pelo fato das antocianinas se degradarem durante o processamento das geleias. De acordo com Moura *et al.* (2018) e Nguyen *et al.* (2018), as antocianinas são sensíveis à degradação por vários fatores como pH, temperaturas elevadas, luz, oxigênio, agitação excessiva, entre outros. Por outro lado, a adição do hibisco às geleias de abacaxi elevou consideravelmente os teores de flavonoides na geleia.

Table 4 - Anthocyanins and total flavonoids contents of mixed pineapple and hibiscus jam

Tabela 4 - Teores de antocianinas e flavonoides totais em geleias mistas de abacaxi e hibisco

Property	Sample		
	F ₅	F ₁₀	F ₁₅
Total flavonoids (mg per 100 g)	6.98 ± 0.01 c	7.21 ± 0.01 b	7.36 ± 0.01 a
Total anthocyanins (mg per 100 g)	3.60 ± 0.01 c	4.37 ± 0.01 b	5.08 ± 0.01 a

Means followed by the same letter in each line do not differ statistically Tukey test ($p \leq 0.05$).

Médias seguidas por uma mesma letra, na linha, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

CONCLUSIONS

The addition of hibiscus calyx extract to pineapple jelly improved the nutritional value of the resulting jam, and, as such, can be considered an important additive for this type of product.

CONCLUSÕES

A adição do hibisco na composição da geleia de abacaxi melhora o valor nutricional e funcional das geleias, assim sendo, esse pode ser considerado um ingrediente com alto potencial para este tipo de produto.

CITED SCIENTIFIC LITERATURE

ADAMS, C. R.; KLEIN, C. Uso de biofilmes na conservação pós-colheita de lima-da-pérsia (*Citrus limettoides* Tanaka). **Unesc & Ciência-ACET**, v. 9, n. 1, p. 85-92, 2018.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTRY. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemistry. **Washington: AOAC**. p. 1115, 2009.

AWOLU, O. O.; OKEDELE, G. O.; OJEWUMI, M. E.; OSEYEMI, F. G. Functional Jam Production from blends of banana, pineapple and watermelon pulp. **International Journal of Food Science and Biotechnology**, v. 3, n. 1, p. 7-14, 2018. DOI: <https://doi.org/10.11648/j.ijfsb.2018.0301.12>.

BAMIDELE, O. P.; FASOGBON, M. B. Chemical and antioxidant properties of snake tomato (*Trichosanthes cucumerina*) juice and Pineapple (*Ananas comosus*) juice blends and their changes during storage. **Food chemistry**, v. 220, p. 184-189, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.10.013>

BANERJEE, S.; RANGANATHAN, V.; PATTI, A.; ARORA, A. Valorization of pineapple wastes for food and therapeutic applications. **Trends in Food Science & Technology**, v. 82, p. 60-70, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.09.024>

BARBIERI, S. F.; PETKOWICZ, C. L. O.; GODOY, R. C. B.; AZEREDO, H. C. M.; FRANCO, C. R. C.; SILVEIRA, J. L. M. Pulp and jam of gabiropa (*Campomanesia xanthocarpa* Berg): characterization and rheological properties. **Food chemistry**, v. 263, p. 292-299, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.05.004>

BELOVIĆ, M., et al. Development of low-calorie jams with increased content of natural dietary fiber made from tomato pomace. **Food Chemistry**, v.237, p.1226-1233, 2017.

BLIGH, E. G.; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, v. 37, n. 8, p. 911-917, 1959.

BRASIL. Leis, Decretos, etc. **Instrução Normativa nº 1**, de 7 jan. 2000, do Ministério da Agricultura. Diário Oficial da União, Brasília, n. 6, 10 jan. 2000. Seção I, p. 54-58. Aprova os Regulamentos Técnicos para fixação dos padrões de identidade e qualidade para polpas e sucos de frutas.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. ANVISA. Resolução CNNPA n. 12, de 1978. **Normas Técnicas Especiais. Diário Oficial da União**, Brasília, 23 de julho de 1978. Disponível em: http://www.anvisa.gov.br/anvisa/legis/resol/12_78_geleia.htm

CHAKRABORTY, S.; RAO, P. S.; MISHRA, H. N. Modeling the inactivation of pectin methylesterase in pineapple puree during combined high-pressure and temperature treatments. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 52, p. 271-281, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2019.01.008>

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L. Química de alimentos de Fennema. **Artmed**, 2018.

DIFONZO, G.; VOLLMER, K.; CAPONIO, F.; PASQUALONE, A.; CARLE, R.; STEINGASS, C. B. Characterization and classification of pineapple (*Ananas comosus* [L.] Merr.) juice from pulp and peel. **Food Control**, v. 96, p. 260-270, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2018.09.015>

FERDOUS, M. J.; ALIM, M. A. Physico-chemical properties of mixed jam from pineapple and sweet gourd. **Journal of the Bangladesh Agricultural University**, v. 16, n. 2, p. 309-314, 2018. DOI: <https://doi.org/10.3329/jbau.v16i2.37987>

- FRANCIS, F. J. Analyses of anthocyanins. In: MARKAKIS, P. Anthocyanins as food colors. **New York: Academic Press**, 1982. p. 181-207. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-472550-8.X5001-X>
- IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística, 2016. **Levantamento Sistemático de Produção Agrícola**. Rio de Janeiro, v. 30, n. 12, p. 1-82, 2017.
- JABEUR, I.; PEREIRA, E.; BARROS, L.; CALHELHA, R. C.; SOKOVIC, M.; OLIVEIRA, M. B. P. P.; FERREIRA, I. C. F. R. *Hibiscus sabdariffa* L. as a source of nutrients, bioactive compounds and colouring agents. **Food Research International**, v. 100, n. 1, p. 717-723, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.07.073>
- LIMA, M. M.; TRIBUZI, G.; SOUZA, J. R. S.; SOUZA, I. G.; LAURINDO, J. B.; CARCIOFI, B. A. M. Vacuum impregnation and drying of calcium-fortified pineapple snacks. **LWT-Food Science and Technology**, v. 72, p. 501-509, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2016.05.016>
- LOBO, M. G.; PAULL, R. E. **Handbook of pineapple technology: production, postharvest science, processing and nutrition**. John Wiley & Sons, 2017.
- MOURA, S.; BERLING, C. L.; GARCIA, A. O.; QUEIROZ, M. B.; ALVIM, I. D.; HUBINGER, M. D. Release of anthocyanins from the hibiscus extract encapsulated by ionic gelation and application of microparticles in jelly candy. **Food Research International**, v. 121, p. 542-552, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.12.010>
- NGUYEN, T. T.; PHAN-THI, H.; PHAM-HOANG, B. N.; HO P. T.; TRAN, T. T. T.; WACHE, Y. Encapsulation of *Hibiscus sabdariffa* L. anthocyanins as natural colours in yeast. **Food Research International**, v. 107, p. 275-280, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.02.044>
- PATEL, N. V.; NAIK, A. G.; SENAPATI, A. K. Quality evaluation and storage study of banana-pineapple blended jam. **International Journal of Food Quality and Safety**, v. 1, p. 45-51, 2015.
- PIMENTEL-MORAL, S.; BORRÁS-LINARES, I.; LOZANO-SÁNCHEZ, J.; ARRÁEZ-ROMÁN, D.; MARTÍNEZ-FÉREZ, A.; SEGURA-CARRETERO, A. Supercritical CO₂ extraction of bioactive compounds from *Hibiscus sabdariffa*. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 147, p. 213-221, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2018.11.005>
- PINELA, J.; PRIETO, M. A.; PEREIRA, E.; JABEUR, I.; BARREIRO, M. F.; BARROS, L.; FERREIRA, I. C. Optimization of heat-and ultrasound-assisted extraction of anthocyanins from *Hibiscus sabdariffa* calyces for natural food colorants. **Food Chemistry**, v. 275, p. 309-321, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.09.118>
- RAGHUWANSHI, S.; KUMAR, T.; SAH, P. K.; PAHADE, D.; SAMSKRUTHI, G.; PRAKASH, V. U. B., & LAVANYA, K. Physicochemical and organoleptic properties of spray-dried pineapple powder: Effect of maltodextrin concentration and inlet air temperature. **International Journal of Chemical Studies**, v.7, n.3, p.1030-1034, 2019.
- RIAZ, G.; CHOPRA, R. A review on phytochemistry and therapeutic uses of *Hibiscus sabdariffa* L. **Biomedicine & Pharmacotherapy**, v. 102, p. 575-586, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biopha.2018.03.023>
- ROSA, E. S. **Características nutricionais e fitoquímicas em diferentes preparações e apresentações de Hibiscus sabdariffa L. (hibisco, vinagreira, rosela, quiabo-de-angola, caruru-da-guiné) Malvaceae**. 2013. 45 f. Monografia (Bacharelado em Nutrição)-Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.
- SAHU, P.; SUSHMA, D.; SRIVASATAVA, S. K.; LAL, N. Nutraceuticals profiling of queen and king varieties of pineapple (*Ananas comosus*) (Pineapple). **International Journal of Chemical Studies**, v. 5, n. 3, p. 25-31, 2017.
- SHAARI, N. A.; SULAIMAN, R.; RAHMAN, R. A.; BAKAR, J. Production of pineapple fruit (*Ananas comosus*) powder using foam mat drying: effect of whipping time and egg albumen concentration. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, n. 2, p. 13467, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1111/jfpp.13467>
- SHINWARI, K. J.; RAO, P. S. Stability of bioactive compounds in fruit jam and jelly during processing and storage: A review. **Trends in food science & technology**, v.75, p.181-193, 2018.
- SILVA, A. B.; WIEST, J. M.; CARVALHO, H. H. C. Chemicals and antioxidant activity analysis in *Hibiscus rosa-sinensis* L. (mimo-de-venus) and *Hibiscus syriacus* L. (hibiscus-the-syrian). **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 19, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.006>