



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ  
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

LUCIANA CARNEIRO RIBEIRO

PRODUÇÃO DE ACEROLA EM PÓ: MÉTODOS DE SECAGEM E AVALIAÇÃO DA  
ESTABILIDADE

FORTALEZA

2014

LUCIANA CARNEIRO RIBEIRO

PRODUÇÃO DE ACEROLA EM PÓ: MÉTODOS DE SECAGEM E AVALIAÇÃO DA  
ESTABILIDADE

Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Marcos Rodrigues Amorim Afonso

Co-orientador: Prof. José Maria Correia da Costa

FORTALEZA,

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca de Ciências e Tecnologia

- 
- R367p      Ribeiro, Luciana Carneiro.  
            Produção de acerola em pó: métodos de secagem e avaliação da estabilidade / Luciana Carneiro  
            Ribeiro. – 2014.  
            124 f. : il. color., enc. ; 30 cm.
- Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias,  
            Departamento de Tecnologia de Alimentos, Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos,  
            Fortaleza, 2014.  
            Área de Concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos.  
            Orientação: Prof. Dr. Marcos Rodrigues Amorim Afonso.  
            Coorientação: Prof. Dr. José Maria Correia da Costa.
1. Acerola. 2. Liofilização. 3. Spray-Dryer. 4. Higroscopicidade.    I. Título.

---

CDD 664

LUCIANA CARNEIRO RIBEIRO

PRODUÇÃO DE ACEROLA EM PÓ: MÉTODOS DE SECAGEM E AVALIAÇÃO DA  
ESTABILIDADE

Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

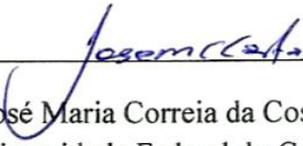
Aprovada em: 12 / 05 / 14

BANCA EXAMINADORA



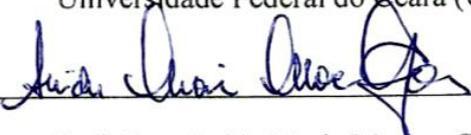
---

Prof. Dr. Marcos Rodrigues Amorim Afonso (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)



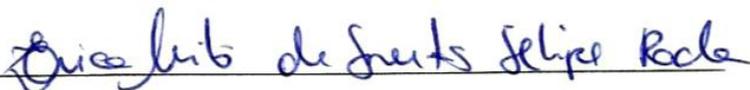
---

Prof. Dr. José Maria Correia da Costa (Co-orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)



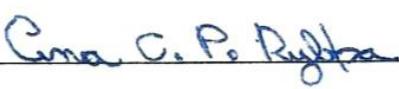
---

Prof. Dra. Anida Maria Moraes Gomes  
Universidade Federal do Ceará (UFC)



---

Prof. Dra. Érica Milô de Freitas Felipe Rocha  
Instituto Federal do Rio Grande do Norte (IFRN)



---

Pesquisadora Dra. Ana Cecília Poloni Rybka  
Embrapa Semiárido - CPATSA

A Deus,  
A minha família.

## AGRADECIMENTOS

A Funcap pelo apoio financeiro com manutenção da bolsa de auxílio.

Ao Departamento de Tecnologia de Alimentos pela oportunidade de participar do programa de pós-graduação. A coordenação e secretaria do curso pelo auxílio e informações prestadas.

Ao Sr. Luís, porteiro do Departamento, pela dedicação e amizade, por saber prestar muito bem suas funções de funcionário e a de informar aos alunos tudo que fosse solicitado.

Ao Prof. Marcos Rodrigues Amorim Afonso pela orientação prestada, pela paciência, conselho e competência, dando sempre um rumo e soluções aos problemas encontrados durante a trajetória do mestrado.

Ao Prof. José Maria Correia Costa por me confiar o laboratório para realização das análises, também pelos conselhos e orientações.

Aos participantes da minha banca pela atenção, conselhos, correções e colaboração dada para a versão deste trabalho.

Aos demais professores do curso pelos conhecimentos repassados.

Aos colegas do laboratório de Bioprocessos e ao Pesquisador Gustavo Saavedra da Embrapa Agroindústria Tropical que me permitiram iniciar na área da pesquisa científica e me apoiaram moralmente para a realização do mestrado.

Aos amigos de laboratório de Controle de Qualidade de Alimentos e Secagem e do laboratório de Refrigeração da Universidade Federal do Ceará pelo conhecimento trocado, pela colaboração, pelos momentos vividos. Em especial Diácomo e Dandara, que tanto me ajudaram na realização das análises, pelo companheirismo, pela ajuda que me fez caminhar na longa estrada desse mestrado.

A amiga Janaína que inicialmente mostrou-se ótima colega de laboratório, mas tornou-se amiga de toda uma vida, pelo conhecimento partilhado, pela ajuda em todos os momentos necessários, pelas alegrias vividas.

Aos meus pais, Francisco José e Lucia, que tanto me incentivaram para que eu pudesse chegar até este momento e que me dão forças para prosseguir com meus projetos.

A minha irmã, Livianne, pela amizade, força e companheirismo.

Ao meu companheiro por estar junto, me apoiando quando preciso.

A todos que fazem parte da minha vida.

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”

(José de Alencar)

## RESUMO

O objetivo desta pesquisa foi a obtenção de pó a partir da polpa de acerola integral por dois métodos de secagem (*spray-dryer* e liofilização), assim como a determinação da estabilidade físico-química e características higroscópicas e morfológicas. As polpas de acerola foram adquiridas no comércio de Fortaleza-CE. Caracterizou-se a polpa e os pós quanto a parâmetros físico-químicos e colorimétricos e morfológicos. O estudo da estabilidade dos pós foi realizado em três embalagens distintas por um período de 90 dias. Determinou-se ainda as isotermas de adsorção. Os resultados indicaram condições ótimas de secagem em *spray-dryer* utilizando temperatura de secagem de 154°C e concentração de maltodextrina na polpa de 17,1%, enquanto para o liofilizador, 19,1% de maltodextrina com tempo de liofilização de 24 horas. Todos os parâmetros físico-químicos avaliados na polpa integral sofrem variação após secagem. A secagem em *spray-dryer* gerou pó com menor umidade, e a liofilização gerou um pó mais higroscópico, com maior grau de *caking*, e melhor preservação da cor, sendo o pH um parâmetro de pequena variação. O estudo da estabilidade das polpas de acerola em pó obtidas por diferentes métodos de secagem permitiu observar aumento da umidade e das coordenadas  $a^*$  e  $b^*$  e diminuição do ácido ascórbico e luminosidade. O uso de embalagens laminada e laminada a vácuo mostrou-se eficaz para a manutenção da umidade e higroscopicidade dos pós, com menor perda de ácido ascórbico para a embalagem laminada a vácuo. O modelo de BET melhor se ajustou as isotermas de adsorção o pó de polpa de acerola liofilizado, enquanto para o *spray-dryer* o modelo de Oswin melhor se ajustou a 25°C, e o modelo de Henderson para 35 e 45°C. A caracterização morfológica mostrou pelas análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios-X (DRX) e Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR) que o processo de liofilização gera um pó amorfo e que a adição de maltodextrina protege a estruturadas amostras e permite uma menor absorção de umidade, ainda mostra composição similar entre as amostras, e que uma maior absorbância é obtida em amostra integral liofilizada.

Palavras-chave: acerola, liofilização, *spray-dryer*, higroscopicidade, MEV.

## ABSTRACT

The objective of this research was to obtain powder from the pulp of integral acerola two drying methods (*spray-dryer* and freeze drying), and the determination of physical and chemical stability and hygroscopic and morphological characteristics. Acerola pulps were acquired in the trade of Fortaleza. The pulp was characterized and post as the physicochemical, colorimetric and morphological parameters. The study of the stability of the powders was carried out in three distinct packaging for a period of 90 days. The adsorption isotherms were also determined. The results indicated optimal conditions for drying *spray-dryer* using drying temperature of 154 °C and the pulp concentration maltodextrin 17,1%, while in the lyophilizer, 19,1% maltodextrin with lyophilization time of 24 hours. All physico-chemical parameters evaluated in the whole pulp undergo change after drying. The drying *spray-dryer* powder generated with lower humidity, and lyophilization produced a more hygroscopic powder, with a greater degree of *caking*, and better color preservation, the pH being a parameter of small variation. The study of the stability of acerola pulp powder obtained by different drying methods allowed us to observe increased humidity and coordinate  $a^* b^*$  and decreased ascorbic acid and brightness. The use of laminated packaging laminate vacuum was effective to maintain moisture and hygroscopic powder, with less loss of ascorbic acid for packaging laminda vacuum. The BET model best fit the adsorption isotherms of the lyophilized powder acerola pulp, while for the *spray-dryer* model Oswin better adjusted to 25 °C, and Henderson model for 35 and 45 °C. Morphological characterization showed by analysis of Microcopia Scanning Electron (SEM), X-ray diffraction (XRD) spectroscopy and Fourier Transform Infrared (FTIR-ATR) that the lyophilization process generates an amorphous powder and adding maltodextrin protects the frame of samples and permits lower moisture absorption also show similar composition between samples, and a higher absorbance obtained is lyophilized in the whole sample.

Keywords: acerola, freeze-drying, *spray-dryer*, hygroscopicity, MEV.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> -Curvas típicas de secagem.....	29
<b>Figura 2</b> –Representação esquemática de funcionamento do <i>spray dryer</i> .....	32
<b>Figura 3</b> – Formação de partícula por secagem por aspersão (a); Fotomicrografias de produto seco de <i>Maytenusilicifolia</i> em aumento de 3000x (b).....	32
<b>Figura 4</b> -Esquema do sistema de liofilizador de bancada.....	34
<b>Figura 5</b> - Histerese das isotermas de sorção.....	38
<b>Figura 6</b> -Representação da difração de raios-x por dois planos paralelos de átomos separados por uma distancia $d$ .....	43
<b>Figura 7</b> - Ilustração de difratogramas: a) difratograma típico de estrutura cristalina; b) difratograma típico de produto amorfo ou líquido.....	43
<b>Figura 8</b> - Coordenadas do sistema CIE lab de cor.....	48
<b>Figura 9</b> – Célula de solução salina das isotermas de adsorção contendo amostras de pó de acerola, colocadas em B.O.D.....	55
<b>Figura 10</b> - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) da variável higroscopicidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	62
<b>Figura 11</b> - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) da variável umidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	65
<b>Figura 12</b> - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) da variável umidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	71
<b>Figura 13</b> - Diferença colorimétrica entre a polpa de acerola integral e em pó obtida por diferentes métodos de secagem. (a) Polpa de acerola integral descongelada; (b) pó da polpa de acerola obtida em <i>spray-dryer</i> ; (c) pó da polpa de acerola obtida por liofilização.....	77
<b>Figura 14</b> – Isotermas de sorção de pó de polpa de acerola obtida em liofilizador nas temperaturas experimentais de 25, 35 e 45°C (linhas) prevista pelo modelo de BET.....	104
<b>Figura 15</b> – Isotermas de sorção de pó de polpa de acerola obtida em <i>spray-dryer</i> prevista pelos melhores modelos: 25°C modelo de Oswin, enquanto a 35 e 45°C modelo de Henderson.....	104

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 16</b> - Inversão da isoterma do pó de acerola liofilizado segundo o modelo de BET para as temperaturas de 25, 35 e 45°C.....	105
<b>Figura 17</b> - Inversão da isoterma do pó de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> segundo o modelo de Oswin para a temperatura de 25 e o modelo de Henderson para as temperaturas 35 e 45°C.....	106
<b>Figura 18</b> – MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) do pó de polpa de acerola desidratada em <i>spray-dryer</i> sem adição de maltodextrina (a, b, c) e adicionado de 17,1 % de maltodextrina (d, e, f).....	107
<b>Figura 19</b> – Estrutura de pó de manga adicionado de maltodextrina obtida em <i>spray-dryer</i> com ampliação de 1000x.....	108
<b>Figura 20</b> - MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) do pó de polpa de acerola desidratada em liofilizador sem adição de maltodextrina (a, b, c) e adicionado de 19,1 % de maltodextrina (d, e, f).....	109
<b>Figura 21</b> - Padrões de difração de raios - X do pó de polpa de acerola integral obtido em <i>spray-dryer</i> (A), pó adicionado de maltodextrina e obtido em <i>spray-dryer</i> (B), pó de polpa de acerola integral obtido em liofilizador (C), pó adicionado de maltodextrina obtido por liofilização (D).....	111
<b>Figura 22</b> - FTIR-ATR para pó de polpa de acerola integral obtido em <i>spray-dryer</i> sem (SSM) e com adição de maltodextrina (SCM); pó de polpa de acerola integral obtido em liofilizador (LSM) e com adição de maltodextrina (LCM), na região de 4000-600 cm <sup>-1</sup> .....	112
<b>Figura 23</b> - FTIR-ATR para pó de polpa de acerola integral obtido em <i>spray-dryer</i> sem (SSM) e com adição de maltodextrina (SCM); pó de polpa de acerola integral obtido em liofilizador (LSM) e com adição de maltodextrina (LCM), na região de 1800-600 cm <sup>-1</sup> .....	113

## LISTA DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1</b> – Comportamento da variável umidade do pó de polpa de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	82
<b>Gráfico 2</b> – Comportamento da variável umidade do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	83
<b>Gráfico 3</b> – Comportamento higroscópico do pó de polpa de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	85
<b>Gráfico 4</b> – Comportamento higroscópico do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	86
<b>Gráfico 5</b> – Comportamento do grau de <i>caking</i> do pó de polpa de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	87
<b>Gráfico 6</b> – Comportamento do grau de <i>caking</i> do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	88
<b>Gráfico 7</b> – Comportamento da solubilidade do pó de polpa de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	89
<b>Gráfico 8</b> – Comportamento da solubilidade do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias armazenado em diferentes embalagens.....	90
<b>Gráfico 9</b> – Comportamento do Teor de ácido ascórbico do pó de polpa de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	92
<b>Gráfico 10</b> – Teor de ácido ascórbico do pó de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias.....	93
<b>Gráfico 11</b> – Comportamento do parâmetro colorimétrico L* do pó de polpa acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	95
<b>Gráfico 12</b> – Parâmetro colorimétrico L* do pó de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias.....	95
<b>Gráfico 13</b> – Comportamento do parâmetro colorimétrico a* do pó de acerola obtido em <i>spray-dryer</i> armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	97
<b>Gráfico 14</b> – Comportamento do parâmetro colorimétrico a* do pó de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.....	97

## LISTA DE GRÁFICOS

- Gráfico 15**– Comportamento do Parâmetro colorimétrico  $b^*$  do pó de polpa acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias armazenado em diferentes embalagens..... 99
- Gráfico 16**– Comportamento do Parâmetro colorimétrico  $b^*$  do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens..... 100

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Valores médios de pH, sólidos solúveis totais (SST) e acidez total titulável (ATT) de acerolas, segundo diferentes autores.....	25
<b>Tabela 2</b> – Teor de vitamina C por autores.....	26
<b>Tabela 3</b> - Valores de absorção de diferentes grupos funcionais no infravermelho.....	44
<b>Tabela 4</b> - Níveis do planejamento da polpa de acerola para secagem em <i>spray-dryer</i> ...	49
<b>Tabela 5</b> - Níveis do planejamento da polpa de acerola para secagem em liofilizador....	49
<b>Tabela 6</b> - Planejamento Fatorial completo $2^2$ mais pontos axiais para <i>spray-dryer</i> e liofilizador.....	50
<b>Tabela 7</b> – Atividade de água de soluções salinas saturadas a $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .....	55
<b>Tabela 8</b> - Modelos matemáticos utilizados para o ajustamento dos dados experimentais das isotermas de adsorção.....	56
<b>Tabela 9</b> - Valores de rendimento, higroscopicidade e umidade obtidos no planejamento experimental para secagem em <i>spray-dryer</i> .....	58
<b>Tabela 10</b> – Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	59
<b>Tabela 11</b> – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	59
<b>Tabela 12</b> – Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	60
<b>Tabela 13</b> – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	61
<b>Tabela 14</b> - Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	63
<b>Tabela 15</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em <i>spray-dryer</i> .....	64
<b>Tabela 16</b> - Parâmetros para secagem em <i>spray-dryer</i> da polpa de acerola em condições ótimas .....	65
<b>Tabela 17</b> - Valores de rendimento, higroscopicidade e umidade obtidos no planejamento experimental para secagem em liofilizador.....	66

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 18</b> - Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	67
<b>Tabela 19</b> – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	67
<b>Tabela 20</b> – Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	68
<b>Tabela 21</b> – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	69
<b>Tabela 22</b> – Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	69
<b>Tabela 23</b> – Análise de variância (ANOVA) para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.....	70
<b>Tabela 24</b> - Parâmetros para secagem em liofilizador da polpa de acerola.....	71
<b>Tabela 25</b> - Caracterização físico-química da polpa integral e polpas em pó obtidas por nebulização (secador tipo <i>spray-dryer</i> ) e por liofilização.....	72
<b>Tabela 26</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável umidade.....	81
<b>Tabela 27</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável higroscopicidade.....	84
<b>Tabela 28</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável grau de <i>caking</i> .....	87
<b>Tabela 29</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável solubilidade.....	89
<b>Tabela 30</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável Teor de ácido ascórbico.....	92
<b>Tabela 31</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável colorimétrica L*.....	94
<b>Tabela 32</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável colorimétrica a*.....	96

**LISTA DE TABELAS**

<b>Tabela 33</b> – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em <i>spray-dryer</i> e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável colorimétrica b*.....	98
<b>Tabela 34</b> – Resultados dos ajustes das isothermas de adsorção do pó da polpa de acerola.....	100

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>20</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>23</b>
3.1. Produção e exportação de frutas.....	23
3.2. Acerola ( <i>Malpighiaemarginata</i> , D.C) .....	24
3.2.1. Características físicas, físico-químicas e nutricionais .....	25
3.2.2. Produtos da acerola .....	27
3.3. Secagem de alimentos.....	28
3.3.1. Secagem por Aspersão em Spray-dryer .....	31
3.3.2. Secagem por Liofilização .....	33
3.4. Características de pós de frutas .....	35
3.5. Adjuvantes de secagem e a maltodextrina .....	36
3.6. Isotermas de adsorção.....	37
3.6.1. Modelo de BET .....	39
3.6.2. Modelo de GAB.....	40
3.6.3. Modelo de HENDERSON.....	40
3.6.4. Modelo de OSWIN.....	41
3.7. Microscopia eletrônica de varredura, Difração de Raio-X e Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR).....	41
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>46</b>
4.1. Produto.....	46
4.2. Caracterização físico-química da polpa.....	46
<i>Umidade</i> .....	46
<i>pH</i> .....	47
<i>Acidez total titulável</i> .....	47
<i>Açúcares redutores, não-redutores e totais</i> .....	47

<i>Sólidos solúveis</i> .....	47
<i>Ácido Ascórbico (Vitamina C)</i> .....	47
<i>Cor</i> .....	48
4.3. Planejamento experimental das secagens .....	48
4.4. Experimentos de Secagem .....	50
4.5. Avaliação da estabilidade do pó .....	51
4.6. Higroscopicidade .....	52
4.7. Grau de <i>Caking</i> .....	52
4.8. Solubilidade.....	53
4.9. Rendimento .....	53
4.10. Caracterização morfológica .....	53
<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i> .....	53
<i>Difração de Raios-X (DRX)</i> .....	54
<i>Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR)</i> ...	54
4.11. Determinação das isotermas de adsorção dos pós .....	55
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>58</b>
5.1. Resultado do planejamento experimental da secagem em <i>spray-dryer</i> .....	58
5.2. Resultado do planejamento experimental da secagem em liofilizador.....	65
5.3. Caracterização físico-química da polpa integral e polpas em pó .....	72
5.3.1. <i>pH</i> .....	72
5.3.2. <i>Sólidos solúveis</i> .....	73
5.3.3. <i>Acidez total titulável</i> .....	73
5.3.4. <i>Açúcares totais e redutores</i> .....	74
5.3.5. <i>Umidade</i> .....	75
5.3.6. <i>Ácido Ascórbico (Vitamina C)</i> .....	76
5.3.7. <i>Cor</i> .....	77
5.3.8. <i>Higroscopicidade</i> .....	78

5.3.9. <i>Grau de caking</i> .....	79
5.3.10. <i>Solubilidade</i> .....	79
5.4. Estabilidade físico-química da polpa de acerola em pó.....	80
5.4.1. <i>Umidade</i> .....	80
5.4.2. <i>Higroscopicidade</i> .....	83
5.4.3. <i>Grau de Caking</i> .....	86
5.4.4. <i>Solubilidade</i> .....	88
5.4.5. <i>Ácido Ascórbico</i> .....	91
5.4.6. <i>Análise de cor</i> .....	93
5.4.6.1. <i>Parâmetro colorimétrico L*</i> .....	93
5.4.6.2. <i>Parâmetro colorimétrico a*</i> .....	95
5.4.6.3. <i>Parâmetro colorimétrico b*</i> .....	98
5.5. Isotermas de adsorção dos pós de polpa de acerola .....	100
5.6. MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura).....	107
5.7. Difração de Raios-x (DRX).....	110
5.8. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR)	111
<b>6. CONCLUSÃO</b> .....	<b>115</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>117</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O Brasil produz cerca de 43 milhões de toneladas de frutas ao ano, proporcionando ao país uma diversidade na produção de frutos tropicais, subtropicais e de clima temperado. Essa condição confere ao Brasil um destaque no mercado mundial de frutas frescas e processadas, sendo o terceiro maior produtor de frutas, perdendo apenas para China e Índia (IBRAF, 2012).

A acerola é um fruto tropical de grande potencial econômico e nutricional, cujo interesse agroindustrial deve-se, principalmente, ao seu alto conteúdo de vitamina C, que associada com os carotenóides e antocianinas presentes destacam este fruto no campo dos alimentos funcionais, uma vez que estes compostos capturam os radicais livres no organismo humano (MESQUITA; VIGOA, 2000). Além disso, pode-se destacar o seu fácil cultivo, o sabor e aroma agradáveis e a grande capacidade de aproveitamento industrial, que viabiliza a elaboração de vários produtos (FREITAS *et al*, 2006).

O nordeste brasileiro apresenta aspectos de clima e solo que propiciam o cultivo da acerola, destacando-se assim, como a região de maior produção de acerola no Brasil, sendo o estado da Paraíba detentor da maior produção e Pernambuco o segundo maior exportador de acerola (CARVALHO, 2000). O consumo deste fruto pode ser na forma *in natura*, congelada, polpas, sucos, geleias e compotas (FREITAS *et al*, 2006); utilizada ainda em pó no enriquecimento de sucos e outros alimentos dietéticos e na forma de alimento nutracêutico (CARPENTIERI-PIPOLO *et al*, 2002). Devido ao crescimento do consumo e produção de acerola nos últimos anos e a sua alta perecibilidade, torna-se essencial o conhecimento de processos de transformação e conservação desse fruto.

Os principais problemas no setor da acerola são a elevada perecibilidade dos frutos após a colheita e durante o processo de comercialização, além da necessidade da preservação das características sensoriais e nutricionais tanto da fruta “*in natura*” como de seus derivados durante o período de armazenamento (TANAKA, 2007). Assim, a secagem é um dos processos disponíveis para a aplicação na indústria de polpas de frutas, concentrando os princípios da matéria-prima e habilitando o produto para o armazenamento por longos períodos sob condições de transporte, armazenamento e embalagem adequada, para que se mantenham as características obtidas na secagem do produto (GOMES *et al*, 2004).

A secagem prolonga a vida de prateleira dos alimentos por meio da redução da atividade de água, inibindo o crescimento microbiano e a atividade enzimática, oferecendo um produto conveniente para o consumidor e/ou ingredientes mais facilmente manuseados para os processadores de alimentos (FELLOWS, 2006). A secagem ocorre por meio de aplicação de calor, como é o caso da secagem em *spray dryers*, ou ainda pode-se obter um efeito conservante semelhante com a remoção de água sem aquecimento do alimento, na liofilização. Ambas as tecnologias permitem processar a fruta na forma de pó.

Segundo Gomes *et al* (2002), o pó produzido pela secagem resulta em um material com características distintas da polpa líquida que o gerou, necessitando ser analisado suas propriedades quanto a qualidade e ao valor nutricional, pois estas influenciarão as etapas de processamento, embalagem e no armazenamento do pó. Dentre as propriedades dos pós que podem ser determinadas temos o conteúdo de ácido ascórbico, o teor de umidade, o pH, acidez, açúcares, higroscopicidade, grau de *caking*, isothermas de adsorção/dessorção, dentre outros.

Os estudos sobre as curvas de adsorção do pó de acerola são escassos. Estas auxiliam quanto à predição do tempo de secagem, da vida de útil em uma determinada embalagem e dos requisitos básicos necessários para que se possa embalar um produto, e ainda a caracterização de um produto, no equilíbrio, quando o mesmo é constituído por componentes de atividade de água ( $a_w$ ) diferentes (PENA *et al*, 2000). Ainda permite a descoberta das condições de formulação (adição do adjuvante maltodextrina) e de armazenamento (quanto à umidade relativa e temperaturas).

Apesar da existência de grande variedade de frutas tropicais, poucas são destinadas ao processamento em escala comercial. Isso se deve muitas vezes pela falta de conhecimento técnico sobre seu manuseio, condições de processo, temperaturas e umidades relativas de armazenamento adequadas, aspectos estes importantes para a conservação desses produtos. Os estudos sobre a estabilidade de polpas e sucos de acerola são diversos, porém quase nenhum estudo sobre a estabilidade da acerola em pó. Portanto, pesquisas sobre técnicas de processamento de frutas são um importante instrumento para melhorar as exportações brasileiras no setor, uma vez que visam assegurar um maior valor agregado ao produto e a busca de novos mercados.

O objetivo principal desta pesquisa é obter e avaliar a influência dos métodos de secagem (aspersão em *spray-dryer* e liofilização) sobre os parâmetros de qualidade do pó

obtido a partir de polpa de acerola integral. A fim de verificar as diferenças físico-químicas do pó de acerola entre dois métodos de secagem (Aspersão em *Spray-dryer* e Liofilização); avaliar a adição de um agente adjuvante de secagem (maltodextrina); estudar a estabilidade desse pó, através de análises físico-químicas, destacando-se o comportamento de vitamina C e ganho de umidade do pó ao longo da estocagem com três diferentes condições de embalagem; determinar as isotermas de sorção, utilizando modelos matemáticos encontrados na literatura, tais como, GAB, BET, Henderson e Oswin; obter melhores condições de armazenamento com relação à umidade relativa, temperatura do ar ambiente; e descrever por microscopia, difração de raio X e infra-vermelho as diferenças estruturais dos pós adicionados de maltodextrina e submetidos aos diferentes métodos de secagem.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Produção e exportação de frutos e acerola no Brasil

A produção mundial de frutas se caracteriza pela grande diversidade de espécies cultivadas e tem apresentado um crescimento contínuo. A presença brasileira no mercado externo se dá com oferta de frutas tropicais e de clima temperado durante boa parte do ano, o que é possível pela extensão territorial do país, posição geográfica e condições de clima e solo privilegiadas. Com isso, o Brasil ocupa a terceira colocação no “ranking” da produção mundial de frutas e é responsável por 5,5% do volume colhido, perdendo apenas para China e Índia (ANDRADE, 2012).

As frutas têm apresentado importância crescente no país, tanto no mercado interno como no externo. Em 2012, o valor das exportações de frutas frescas foi de U\$ 910 milhões, quase 50,0% maior do que o valor de 2011, que foi de U\$ 634,5 milhões (BRASIL, 2013). Mas, este ano, de janeiro a setembro, as vendas foram 10% menores do que no mesmo período do ano passado (AGRICULTURA RURAL, 2014).

Grande parte da produção é destinada ao mercado interno, com grande potencial a ser explorado, de maneira que o mercado externo consumidor de frutas é promissor, no entanto, é cada dia mais exigente (OLIVEIRA; FILHO, 2012). Diversas são as causas que explicam o fato de pequena parcela das frutas serem destinadas a exportações, tais como: os altos requisitos de qualidade; restrições fitossanitárias; barreiras protecionistas; assimetria de informações; falta de coordenação dos produtores; pouco incentivo em divulgação e em pesquisa e; falta de apoio do Governo (LACERDA *et al*, 2004).

O nordeste possui excelentes condições de clima e solo para a produção de frutas tropicais, além de localização estratégica para grandes centros consumidores mundiais de fruta fresca (OLIVEIRA; FILHO, 2012). Isso fez do Ceará, em 2013, o 4º produtor brasileiro de frutas e 3º exportador brasileiro de frutas (US\$ 108,1 milhões) com uma área total plantada de 545,2 mil hectares e produção total de 2.296,0 mil t/ano (ADECE, 2013).

Os primeiros plantios comerciais de acerola no Brasil foram instalados na década de 80, amparados pelo mercado japonês que despontou o interesse pela fruta no mercado nacional, absorvendo a produção de polpas e frutos congelados (TANAKA, 2007).

Atualmente a área cultivada no Brasil é estimada em cerca de 10.000 ha, com destaque para a Bahia, Ceará, Paraíba e Pernambuco, que juntos detêm mais de 60% da produção nacional (CEPLAC, 2012). O Ceará em 2013 produziu 16.527 toneladas de acerola, a partir de uma área plantada de 2.854 (ha) e área colhida de 2.844 (ha), gerando um rendimento médio de 5.811 (kg/ha), proporcionado ao estado um valor bruto de R\$ 20.542.580 (ADECE, 2013). Maior parte desta produção é absorvida pelas indústrias de processamento e exportada para diversos países da Europa, Japão, Estados Unidos e Antilhas, na forma de polpa ou frutos congelados e suco integral (RITZINGER; RITZINGER, 2011).

### **3.2. Acerola (*Malpighiaemarginata*, D. C.)**

A aceroleira é uma frutífera originada das Ilhas do Caribe, América Central e Norte da América do Sul. O Brasil teve a acerola introduzida no estado de Pernambuco, pela Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE), em 1955, por meio de sementes oriundas de Porto Rico, de onde se espalhou para o Nordeste e para outras regiões do País (RITZINGER; RITZINGER, 2011).

A acerola é comercialmente cultivada no Brasil, Porto Rico, Cuba e Estados Unidos (URATA, 1994). A maior dificuldade na difusão e comercialização de acerola *in natura* é sua curta vida útil, visto que a transição entre o desenvolvimento e a senescência envolve produção autocatalítica de etileno, aumento na respiração e condução do amadurecimento. Portanto, durante todo o período pós-colheita, os frutos mantêm os processos fisiológicos ativos sofrendo reações metabólicas, tais como elevação da taxa respiratória, síntese de etileno, degradação de clorofila e desenvolvimento de pigmentos carotenoides e flavonoides, que causarão modificações na pigmentação; solubilização de pectinas e hidrólise de polissacarídeos da parede celular e de reservas, que levará a modificações na textura, interconversão de açúcares, síntese de compostos voláteis (aromáticos), modificando sabor e aroma, além de se observar um decréscimo de vitamina C. O conhecimento dessas reações irá auxiliar no emprego de técnicas adequadas de manuseio e aplicação de tecnologias adequadas na cadeia de comercialização, que permitam melhoramento da qualidade (externa e interna) do produto e seu comportamento com relação ao armazenamento adequado, objetivando prolongamento da vida útil (CHITARRA; CHITARRA, 2005).

### 3.2.1 Características físicas, físico-químicas e nutricionais da acerola.

Os frutos da aceroleira são drupas, com epicarpo (casca) fino, mesocarpo (polpa) carnoso e suculento, e endocarpo constituído de três caroços triangulares, alongados, com textura de pergaminho e superfície reticulada, podendo ou não conter uma semente cada. A forma do fruto pode ser redonda, oval ou achatada, e o peso pode variar de 3 a 16 g. A cor da casca do fruto varia de acordo com a maturidade, quando imaturo normalmente apresenta-se verde, alvacenta ou verde-arroxeadada. Em frutos maduros, a cor da casca pode apresentar-se vermelho-amarelada, vermelho-alaranjada ou vermelho a vermelho-púrpura. A cor da polpa varia entre amarela, alaranjada e vermelha (RITZINGER; RITZINGER, 2011).

Segundo Freitas *et al.* (2006), a acerola é um fruto climatérico, com elevado pico da taxa respiratória (900 mL CO<sub>2</sub> kg<sup>-1</sup>.h), mas com uma baixa taxa no pico de produção de etileno (3 µL C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> kg<sup>-1</sup>.h). A Tabela 1 apresenta os valores médios de pH, sólidos solúveis totais (SST) e acidez total titulável (ATT) de acerolas, segundo diferentes autores. Na qual podemos observar que o pH é um parâmetro de baixa variabilidade em acerolas, e os teores de sólidos solúveis totais e acidez titulável possuem uma ampla faixa de variação, devido a localização dos pomares, variedade, e as plantas possuírem hábito de crescimento diferenciado e produção de frutas quantitativa e qualitativamente heterogênea.

**Tabela 1** - Valores de pH, sólidos solúveis totais (SST) e acidez total titulável (ATT) de acerolas, segundo diferentes autores.

<b>Autores</b>	<b>pH</b>	<b>SST (° Brix)</b>	<b>ATT (%)</b>
MATSUURA <i>et al.</i> (2001)	3,08 a 3,57	6,0 a 11,6	0,69 a 1,65
LIMA <i>et al.</i> (2002)	3,11 a 3,41	7,00 a 8,43	1,04 a 1,87
FRANÇA & NARAIN (2003)	3,18 a 3,53	5,70 a 6,50	-
CHAVES <i>et al.</i> (2004)	3,4 a 3,6	6,5 a 7,10	1,08 a 1,65
GODOY <i>et al.</i> (2009)	3,29 a 3,60	7,88 a 8,84	0,83 a 1,35
MACIEL <i>et al.</i> (2010)	2,9 a 3,5	6,33 a 11,46	-
SILVA <i>et al.</i> (2011)	3,32 a 3,40	6,63 a 7,05	1,47 a 1,73

O principal atrativo da acerola é o seu elevado teor de vitamina C, a fruta é também rica em outros nutrientes como carotenoides, precursores da vitamina A, tiamina, riboflavina e niacina, ácido pantotênico, cálcio, ferro e magnésio (SCHIMIDT *et al.*, 2012). Destaca-se também pela presença de antocianinas, tornando o produto interessante do ponto

de vista de alimento funcional, uma vez que estes compostos capturam os radicais livres no organismo humano (MESQUITA; VIGOA, 2000).

Além disso, é um alimento de baixo valor calórico, características que têm valorizado o produto no mercado e provocado aumento de consumo (RITZINGER; RITZINGER, 2011). Como fonte de vitamina C, a acerola supera frutos como a goiaba, a laranja, o limão e o caju (KNIGHT, 1980). Como fonte nutricional é capaz de suprir as necessidades diárias de vitamina C de uma pessoa adulta normal (45mg), com apenas 3 frutos médios (BLISKA; LEITE, 1995). Segundo Aranha *et al* (2004), foi observado que o consumo de acerola, 500 mg de vitamina C, durante 20 dias foi satisfatório na normalização dos níveis séricos desta vitamina em idosos.

Os valores de vitamina C na acerola podem apresentar grandes variações de acordo com a variedade (aspecto genético), o estágio de maturação do fruto, a época do ano da colheita, os métodos culturais, a fertilidade e disponibilidade de nutrientes do solo e o clima (temperatura, precipitação pluvial, insolação) do local de cultivo (MATSUURA *et al.*, 2001). A Tabela 2 reporta alguns resultados encontrados na literatura para este parâmetro.

**Tabela 2** – Teor de vitamina C por autores.

<b>Autores</b>	<b>Vitamina C (mg de ácido ascórbico .100 g<sup>-1</sup>)</b>
MATSUURA <i>et al.</i> (2001)	835 a 1820
LIMA <i>et al.</i> (2002)	1066,66 a 1845,79
CHAVES <i>et al.</i> (2004)	1021 a 1822
GODOY <i>et al.</i> (2009)	911, 96 a 1191,90
MACIEL <i>et al.</i> (2010)	750 a 1678
SILVA <i>et al.</i> (2011)	2789,89 a 3151, 91

Segundo Braga *et al* (2010), a vitamina C inibe a síntese química de nitrosaminas, importante fator de risco para câncer do estômago. A inibição ocorre no conteúdo gástrico, mas a inibição não é completa até que a ingestão atinja cerca de 1.000 mg. Estudos epidemiológicos e ensaios clínicos sugerem que uma ingestão de vitamina C muito maior do que a recomendação de 60 a 90 mg por dia, pode reduzir o risco de doenças crônicas como problemas cardíacos e câncer, especialmente quando combinados com alta ingestão de vitamina E.

### 3.2.2 Produtos da acerola

A acerola é uma excelente fruta do ponto de vista industrial, podendo ser aplicado em diversos produtos. Pode ser consumida na forma de geleias e compotas; utilizada no enriquecimento de sucos e outros alimentos dietéticos, na forma de alimento nutracêutico, tal como, cápsulas ou comprimidos, bebidas para esportistas, etc. (CARPENTIERI-PIPOLO *et al*, 2002). Ainda, segundo Mata *et al*. (2005), a acerola em pó também pode ser utilizada na elaboração de produtos como doces, biscoitos e pães. Além de poder ser consumida inclusive na forma de suco (integral, concentrado, liofilizado), licor, *soft drink*, bombons, goma de mascar, néctares, purê, sorvetes, cobertura de biscoitos, refrigerantes, etc. No entanto, as formas mais comuns de comercialização da acerola são o fruto *in natura*, a polpa congelada e o suco engarrafado (FREITAS, *et al*, 2006).

Durante o processamento e armazenamento dos produtos de acerola ocorrem perdas de ácido ascórbico, variando de acordo com o processo e equipamentos utilizados. No entanto, mesmo após o processamento da acerola os produtos obtidos ainda, retém um alto conteúdo de vitamina C, desde que a matéria prima utilizada seja rica nesta vitamina (FREITAS *et al*, 2006).

A acerola em pó desidratada por meio do calor apresenta uma concentração final de vitamina C da ordem de 14%-17%, em base seca, com valores de mercado na ordem de US\$ 30 o quilograma, valorizando o produto, o que permite atingir novos mercados (ROSA *et al*, 2006).

Pimentel *et al* (2001) realizaram um estudo de estabilidade da vitamina C em polpas de acerola congeladas e mantidas sob temperatura de -20°C, polpas com tratamento térmico (90°C por 15 minutos) e polpas com aditivo (0,08% benzoato de sódio); após seis meses de armazenamento houve perda desta vitamina de 14,93% na polpa congelada, 28,97% da que sofreu tratamento térmico e 33,77% naquela com aditivo.

A estabilidade desses produtos vai depender das alterações físicas, químicas, microbiológicas, nutricionais ocorridas durante o processamento, estocagem e distribuição do alimento, quando este está exposto a várias condições tais como temperatura, umidade, oxigênio, luz, que podem levar a sua degradação. Assim, é importante o estudo que se determine o período de tempo em que as interações químicas, enzimáticas e microbiológicas não comprometam a qualidade do produto causando alterações sensoriais, microbiológicas e

nutricionais indesejáveis, mantendo assim a estabilidade do produto. Além da identificação e quantificação dos atributos que se alteram durante o armazenamento a fim de monitorar a perda de qualidade (MOURA, 2010).

### 3.3. Secagem de alimentos

Dentre os métodos primitivos de preservação de alimentos, a secagem foi uma das primeiras utilizadas pelo homem (TANAKA, 2007). O objetivo principal da secagem é prolongar a vida útil através da redução da atividade de água, inibindo o crescimento de microrganismos e atividade enzimática. A diminuição da massa dos produtos, pela redução do conteúdo de água, reduz os custos de transporte, embalagem e armazenamento (FELLOWS, 2006). Em muitos casos o alimento seco torna-se uma questão de conveniência, facilitando seu manuseio e preparo.

A secagem é um processo que pode ser aplicado na indústria de polpas de frutas, concentrando os princípios da matéria-prima e habilitando o produto para o armazenamento em condições ambientais por longos períodos (GOMES *et al*, 2004). Além disso, a secagem das frutas pode significar uma redução nas perdas pós-colheita das mesmas aumentando seu tempo de conservação além do aumento do valor agregado ao produto.

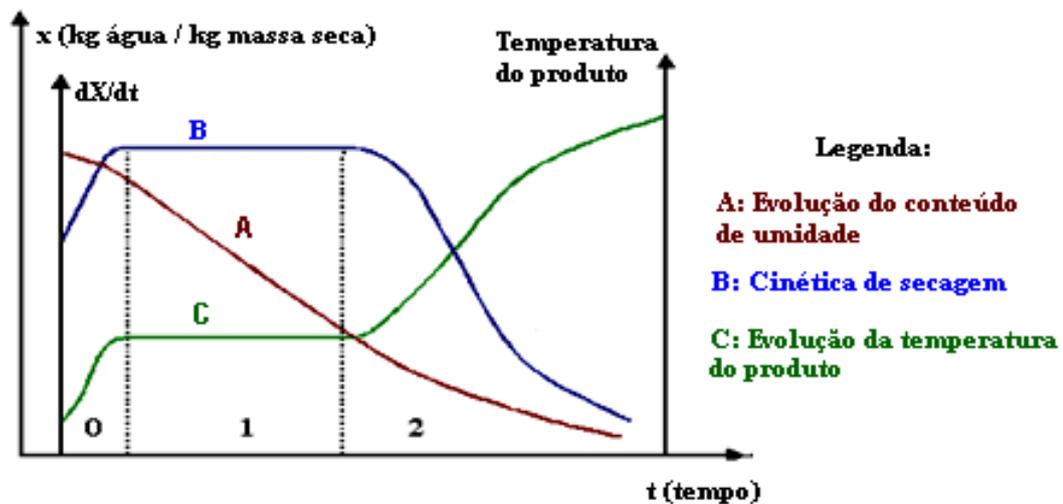
Contudo, o fenômeno da secagem não pode ser generalizado para materiais biológicos, pois possuem características próprias e propriedades que podem sofrer importantes alterações durante este processo. As características específicas de cada produto, associadas às propriedades do ar de secagem e ao meio de transferência de calor adotado, determinam diversas condições de secagem (PARK *et al*, 2001). A escolha adequada do equipamento de desidratação é fundamental, para a obtenção de produtos finais adequados, de boas características e estáveis quanto à conservação do mesmo (ROSA *et al*, 2012).

Segundo Ordóñez (2005), desidratação ou secagem é definido como a extração deliberada, sob condições controladas, a água que os alimentos contém, e segundo Fellows (2006), desidratação é a aplicação de calor sob condições controladas para remover, por evaporação, a maioria da água presente em um alimento, ou no caso da liofilização, por sublimação. No entanto, a maioria dos métodos de secagem de alimentos envolve a aplicação de calor tais como secagem por atomização (“*spray-dryer*”) e secagem em leito de jorro. A

escolha do método vai depender do tipo de alimento a ser desidratado, do nível de qualidade que se deseja obter e de um custo que possa ser justificado (MOURA, 2010).

Entretanto, a transferência de calor e de massa entre o ar de secagem e o produto é fenômeno comum a qualquer condição de secagem. O processo de secagem, baseado na transferência de calor e de massa, pode ser dividido em três períodos e representado por três curvas típicas, conforme mostrado na Figura 1. No período 0 (zero) temos a estabilização entre a superfície do produto e as condições do ar de secagem. Na etapa seguinte, temos o período 1, chamada etapa de equilíbrio, na qual a água sai do alimento na mesma proporção em que ocorre o aquecimento, a uma velocidade de secagem constante. Na etapa 2, temos o período de velocidade decrescente no qual a movimentação de água para a superfície do alimento cai, a pressão de vapor na superfície diminui e começa a secar.

Figura 1- Curvas típicas de secagem.



Fonte: o autor (2014)

A curva A representa a evolução do conteúdo de água durante a secagem, relacionando o conteúdo de umidade do produto em base seca ( $X$ ) com a evolução do tempo de secagem ( $t$ ), no qual temos a elevação da temperatura do produto e da pressão de vapor da água que resultam na diminuição do teor de água do produto com o decorrer do tempo. A curva B representa a velocidade (taxa) de secagem do produto, variação do conteúdo de umidade do produto ( $dX/dt$ ) em relação ao tempo ( $t$ ), na qual inicialmente se tem uma elevada taxa de secagem devido retirada de água da superfície do produto, alcançando, no trecho “1”, taxa de secagem constante na qual a água a superfície do produto é suficiente para acompanhar a evaporação, entrando em uma taxa decrescente no trecho “2”, no qual a

proporção de água que sai do produto é inferior ao aquecimento. A curva C representa a variação da temperatura do produto durante a secagem. Nela, a temperatura do produto aumenta, atingindo a temperatura do ar de secagem, a quantidade de água presente na superfície do produto é menor, reduzindo-se, portanto, a transferência de massa. Quando o produto atinge o ponto de umidade de equilíbrio em relação ao ar de secagem, o processo é encerrado (PARK *et al*, 2001).

Embora a secagem dos alimentos traga benefícios de conservação, devido à baixa atividade de água atingida, esses produtos necessitam nas fases de transporte e armazenamento, de embalagem adequada, que mantenham as características do produto obtidas na secagem (GOMES *et al*, 2004). Devido à alta concentração de vitamina C na acerola e, conseqüentemente, na forma de pó, torna-se necessário que o tipo de embalagem e as condições de armazenamento sejam ótimas, evitando ao máximo a degradação desta vitamina.

Tanaka (2006) diz que estudos realizados com o pó obido de suco de acerola desidratado a menos de 1% de umidade contém entre 10 e 30% de vitamina C, devendo ser armazenado em atmosfera seca (5 a 10% de umidade relativa), podendo ser armazenado por 12 meses à temperatura ambiente com perdas de vitamina C inferiores a 5%. O produto acondicionado em embalagem aluminizada e estocado sob condições ambientes, apresentou boa estabilidade quanto à cor e ao teor de vitamina C; após 6 meses as perdas verificadas para as ambas características foram da ordem de 10%. Em suco de acerola liofilizado, o conteúdo de vitamina C diminuiu com o aumento da temperatura e da atividade de água, na qual para a atividade de água a partir de 0,7 a perda de vitamina C é mais acentuada.

Tecnologias de secagem permitem processar a fruta na forma de pó, fazendo com que o fruto, que antes era consumido só em sua época de safra, hoje possa ser consumido em qualquer período do ano (MATA *et al*, 2005). Neste aspecto produtos em pó encontram larga aplicação em diversas formulações alimentícias de preparo instantâneo e são de fácil utilização em operação de adição e mistura em escala industrial (FELLOWS, 2006).

### 3.3.1. Secagem por Aspersão em Spray-Dryer

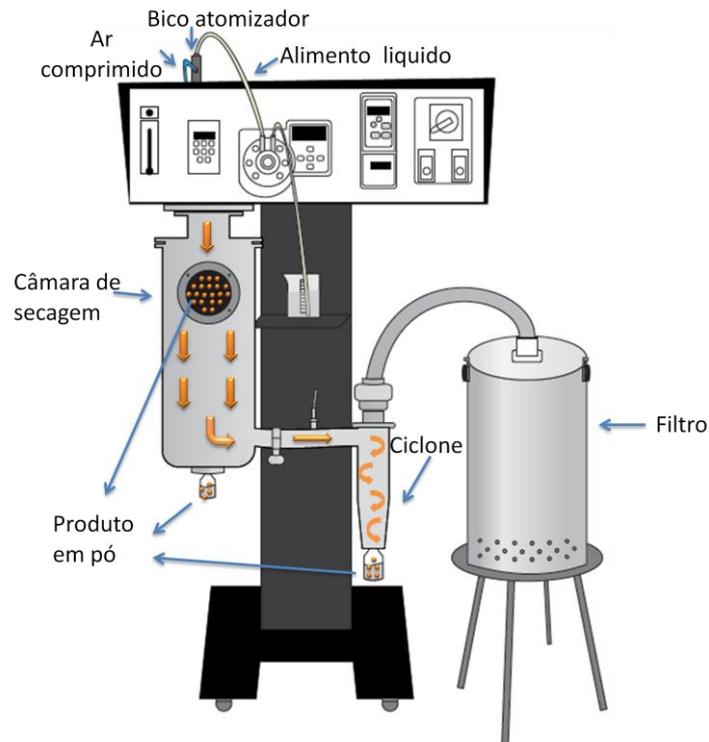
A secagem por "spray drying", teve seus primeiros passos na metade do século XVIII, quando foi patenteada a primeira operação de secagem de ovos (1865). Porém, o início de sua utilização como processo a nível industrial data da década de 20.

Sua eficácia está baseada no princípio do aumento de área de contato entre o material a ser seco e o agente dessecante, ou seja, o ar quente. Contudo, apenas uma boa área de contato não é suficiente para assegurar uma secagem eficiente, fazendo-se necessário fornecer energia para vaporização do líquido (água) e também dessecante (ar) suficiente para absorver toda a umidade. Este tipo de secagem possui o grande diferencial de possibilidade de obtenção dos produtos diretamente na forma de pó, eliminando as etapas posteriores de moagem que são típicas de outros equipamentos de secagem (ROSA *et al*, 2012).

Os desidratadores do tipo *spray-dryer* ou atomizadores são do tipo adiabático, no qual o calor é conduzido por meio de ar quente (TANAKA, 2007). O processo consiste basicamente na aspersão do líquido em um compartimento que recebe um fluxo de ar quente, em uma câmara de secagem, este fluxo pode ocorrer em contracorrente, concorrente ou corrente mista ao alimento. O pó seco é coletado e removido por parafuso transportador ou sistema pneumático com separador ciclone (FELLOWS, 2006).

A Figura 2 ilustra o esquema de funcionamento do *spray-dryer*. Neste tipo de equipamento a secagem se faz por aspersão, no qual um líquido é transformado em produto em pó seco, a um tempo de secagem mais curto que nos outros secadores, cerca de 1 a 10 s (FELLOWS, 2006). A rápida evaporação da água permite manter baixa a temperatura das partículas, de maneira que a alta temperatura do ar de secagem não afete demasiadamente o produto (TANAKA, 2007). Assim, o "*spray-dryer*" é ideal para a secagem de produtos sensíveis ao calor, sendo utilizado na indústria alimentícia para elaboração de leite em pó, café solúvel, suco de frutas desidratado, entre outros, onde a escolha do sistema e da operação é a chave para se obter o máximo de qualidade no pó (ROSA *et al*, 2012). Desta forma, a preservação da acerola por meio da desidratação pelo processo de aspersão (*spray drying*) permite a obtenção de polpa de acerola desidratada com teor de vitamina C pouco afetado pelo processo.

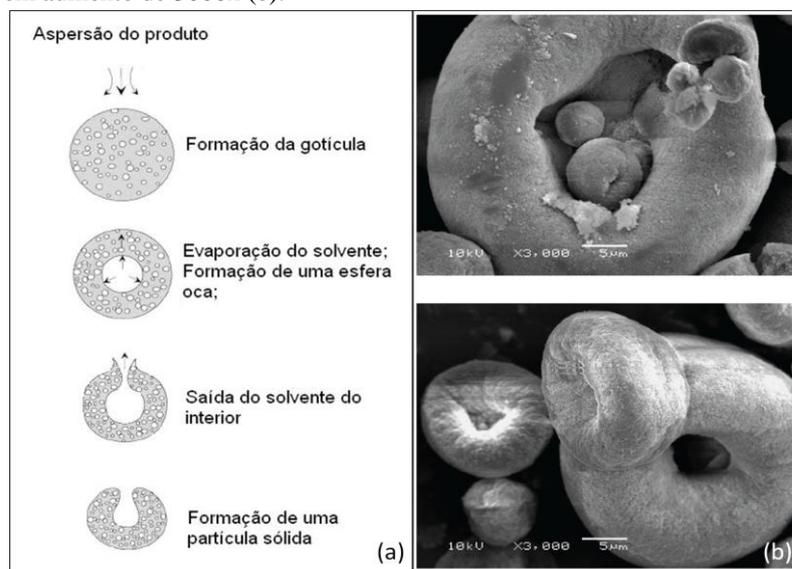
**Figura 2**-Representação esquemática de funcionamento do *spray dryer*.



Fonte: Adaptado de Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem de Alimentos (2014)

O processo de secagem por aspersão consiste na dispersão de fluido como gotículas, produzindo uma grande área superficial, que entram em contato com uma corrente de ar aquecido, havendo transferência de calor, evaporação do solvente e formação de uma partícula sólida (Figura 3 a) (OLIVEIRA E PETROVICK, 2009).

**Figura 3** – Formação de partícula por secagem por aspersão (a); Fotomicrografias de produto seco de *Maytenusilicifolia* em aumento de 3000x (b).



Fonte:Oliveira e Petrovick (2009).

Estas partículas geralmente apresentam o mesmo tamanho e forma da gotícula que as originou. A evaporação superficial da gotícula conduz à formação de uma camada de material seco externa. Através desta camada, o líquido situado no interior da gotícula propaga-se para o exterior. Dependendo da elasticidade e da permeabilidade da crosta, serão produzidos distintos materiais secos como esferas intactas, com superfície imperfeita ou fragmentada, sólidas ou ocas (Figura 3 b) (OLIVEIRA E PETROVICK, 2009).

O secador tipo *spray-dryer* é um equipamento que apresenta muitas vantagens na secagem de alimentos devido à baixa degradação/alteração de nutrientes, aroma, sabor, cor e etc.; alta produtividade e capacidade; efetivo controle das variáveis; alta eficiência energética; produz materiais diretamente na forma de pó, com forma, tamanho e densidades controlados pelas condições de processo; capacidade de microencapsulação de aromas (ROSA *et al*, 2012).

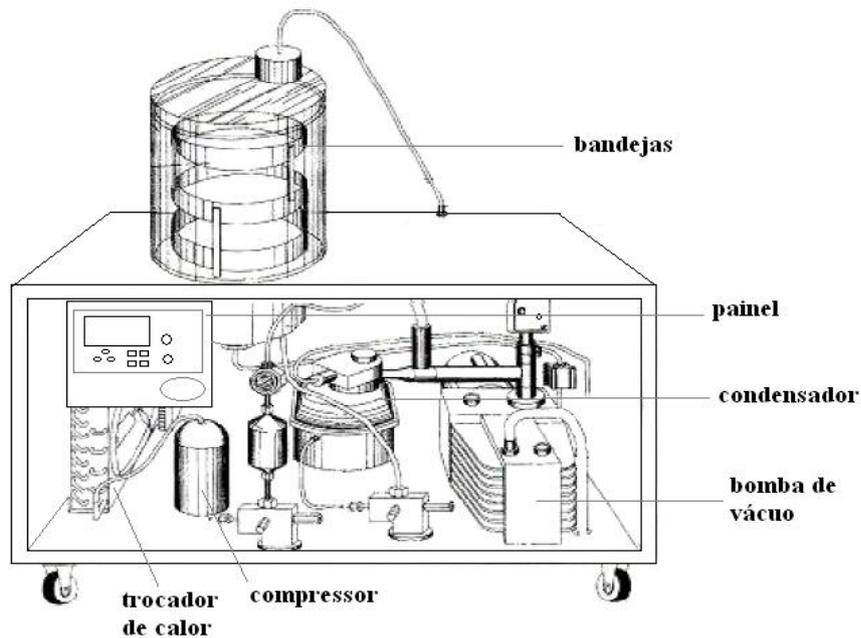
A microencapsulação consiste na inclusão de uma substância ativa, em uma matriz sólida de polímero formando uma microesfera com a função de preservar a substância ativa de intempéries, evitando perdas nutricionais, inibindo reações com outros agentes, etc. (ROSA *et al*, 2012). Portanto, o processo de microencapsulação é de extrema importância no processo de secagem de acerola a fim de evitar perda de vitamina C, aroma e cor.

### **3.3.2. Secagem por liofilização**

O processo de secagem por liofilização permite uma redução da atividade de água no produto alimentício sem expô-lo as altas temperaturas e, como resultado, maior preservação da qualidade nutricional e características sensoriais (FELLOWS, 2006).

Este método baseia-se na sublimação da água congelada do material colocado câmara de secagem onde a pressão é abaixo do ponto tríplice da água. A energia requerida para a mudança de estado da água é geralmente suprida por radiação ou condução de bandejas aquecidas a taxas nas quais a temperatura do material não ultrapasse o valor de 0°C. A água sublimada se condensa em placas refrigeradas localizadas em uma câmara do secador longe do material ou em um condensador separado, conforme mostrado na Figura 4 (ANSELMO *et al*, 2006).

**Figura 4**-Esquema do sistema de um liofilizador de bancada.



Fonte: o autor (2014)

O processo da liofilização consiste em fazer com que a água contida no produto, passe do estado sólido (produto congelado) para o estado gasoso sem passar pelo estado líquido, ocorrendo desta forma, o processo de sublimação. Dá-se primeiramente em congelar o produto para fazer com que as suas características de sabor, aroma e constituintes químicos, sejam preservadas. Na etapa seguinte, o material congelado é submetido a um vácuo parcial, e o material obtido, sólido e desidratado, é submetido a uma moagem até atingir tamanhos de partículas desejáveis à industrialização (MATA, *et al*, 2005).

A secagem no processo de liofilização é obtida em dois estágios: primeiramente, por sublimação e no final do processo, por evaporação (dessorção) da água não-congelada, obtida pela elevação da temperatura no secador até próximo da temperatura ambiente mantendo-se a baixa pressão (FELLOWS, 2006).

Ainda segundo Fellows (2006), em alguns alimentos como sucos de frutas, pode ocorrer a formação de um estado vítreo no congelamento causando dificuldade na transferência do vapor, taxa de secagem e característica do pó.

Os pós de frutas obtidos pelo processo de liofilização a partir de sucos e polpas de frutas são caracterizados por uma alta higroscopicidade. A higroscopicidade é a capacidade do pó alimentício de absorver água a partir de um ambiente de umidade relativa superior à de

equilíbrio. Esta por sua vez promove aparecimento de um fenômeno definido como *caking*, além de outros efeitos indesejáveis. Isso porque os sucos são em sua maioria constituídos por soluções aquosas ricas em carboidratos (como sacarose, glicose e frutose) que compõem cerca de 95% dos sólidos dissolvidos. Portanto, altos teores de açúcares determinam o caráter higroscópico atribuído ao estado amorfo desses pós obtidos por liofilização de sucos e polpas de frutas (CARLOS *et al*, 2005).

*Caking* é um fenômeno pelo qual pó de fluxo livre se transforma em aglomerados, em seguida, aglomerado sólido e, em última análise num material pegajoso, que resulta na perda de funcionalidade e redução da qualidade do pó, podendo também ocorrer como um resultado de recristalização, ou depois de solubilização em superfícies de cristal, pelo aumento da umidade de equilíbrio (AGUILERA *et al*, 1995).

### **3.4. Características de pós de frutas**

Produtos desidratados em pó, em especial os liofilizados, se caracterizam por possuírem um alto teor de sólidos solúveis com uma porção apreciável no estado amorfo (vítreo), que os torna altamente higroscópicos e sujeitos as mudanças físicas indesejáveis (FELLOWS, 2006).

A alta higroscopicidade dos pós constitui dificuldade de utilização do produto pela alta afinidade por água e em razão da sua composição complexa. No caso de pós de frutas, os açúcares (sacarose, glicose e frutose) são responsáveis por fortes interações com a molécula de água em razão dos terminais polares presentes nessas moléculas. Esses açúcares podem interagir fortemente com vapor de água em seu ambiente em consequência da sua natureza hidrofílica (CARLOS *et al*, 2005).

O estado amorfo é obtido pela rápida remoção de umidade do material e é caracterizado por um estado metaestável em não equilíbrio mostrando um alto grau de higroscopicidade, influenciando as características do material desidratado, como a tendência de formar aglomerados e o fenômeno de *caking* (BARBOSA, 2010).

O grau de *caking* é expresso como porcentagem de pó, que permanecerá em uma peneira de malha com tamanho definido, depois de passar por nova secagem e peneiração do pó aglomerado formado na higroscopicidade teste (JAYA; DAS, 2004).

A capacidade de reidratação de produtos secos é de fundamental importância para caracterizar a qualidade de produtos que serão reconstituídos, de maneira que a absorção deve ser rápida e em maior volume possível, a fim de aumentar o rendimento dos produtos. Esse processo é composto de três etapas simultâneas, que são a embebição do material seco em água, o inchaço dos componentes hidrofílicos e a lixiviação de sólidos solúveis; sendo a absorção de água maior durante a fase inicial, nos estágios seguintes a taxa diminui gradualmente, uma vez que o teor de umidade do produto se aproxima do equilíbrio, quando a água preenche quase todos os poros, e os produtos de frutas recuperam uma percentagem considerável do seu teor de umidade (SOUZA, *et al*, 2011).

### **3.5. Adjuvantes de secagem e a maltodextrina**

Para evitar problemas, como a aglomeração e higroscopicidade; a adição de auxiliares de secagem é essencial para obter pó de fluxo livre (JAYA; DAS, 2004). Também denominados carreadores ou material de parede, podem ser carboidratos (amidos, maltodextrina, dextranas, etc.), celuloses, gomas, lipídios e proteínas (BARBOSA, 2010). Eles devem promover proteção contra luz, temperatura, umidade e oxigênio; redução da taxa de transferência de massa; promoção de uma fácil manipulação do núcleo através da diminuição da higroscopicidade, de modo a manter o escoamento constante; facilidade de manuseio e estocagem do ingrediente e retenção de compostos voláteis de sabor e aroma (TANAKA, 2007).

Os produtos a base de amido parcialmente hidrolisado são bastante utilizados como agente carreador de secagem na elaboração de produtos em pó. Esses polímeros possuem sabor neutro, ausência de odor e são facilmente digeríveis, sendo geralmente classificados quanto ao seu grau de hidrólise, expressado como dextrose equivalente (DE) (BARBOSA, 2010).

A maltodextrina é o encapsulante mais utilizado na secagem por aspersão, devido seu baixo custo, e baixa higroscopicidade, evitando a aglomeração de partículas. Esse material tem também efeito antioxidante e uma ótima retenção de substâncias voláteis na ordem de 65 a 80 %. Sua eficácia é maior, principalmente nas de baixa dextrose equivalente (DE), menor que 20, devido à propriedade encapsulante e baixa difusividade de umidade (ANSELMO, *et al*, 2006; BARBOSA, 2010). E ainda possuem propriedades físicas bem definidas e são

solúveis em água, o que tem popularizado sua utilização como um aditivo na indústria alimentar (MOSQUERA *et al*, 2010).

Sierra *et al* (2013), avaliando a influência da maltodextrina sobre atividade, higroscopicidade, dispersibilidade, grau de aglomeração, molhabilidade, umidade, cor, e aceitabilidade sensorial de pó de fruta, reportaram que a maltodextrina 20 DE (dextrose equivalente), apresenta melhores resultados nas análises físicas quando comparada a maltodextrina 10 DE, e ainda, uma menor concentração de estabilizante no produto final produz uma polpa em pó de melhor qualidade sem alteração perceptível das características sensorial das polpas.

### **3.6. Isotermas de sorção**

As estabilidades física, química e microbiológica dos alimentos dependem substancialmente do conteúdo de água, sua disponibilidade e de sua interação com os outros componentes do alimento. Numa temperatura constante, o teor de umidade de um alimento modifica-se até que atinge uma situação de equilíbrio com o vapor d'água do ambiente no qual se encontra. Esta umidade corresponde à umidade de equilíbrio do alimento (COSTA, 1989).

A relação entre o teor de água de um determinado produto e a umidade relativa de equilíbrio para uma temperatura específica pode ser expressa por meio de equações matemáticas denominadas isotermas ou curvas de equilíbrio higroscópico (RESENDE *et al*, 2006). Gomes *et al* (2002) ao estudarem polpa de acerola, observaram que a umidade de equilíbrio aumentou com o aumento da atividade de água e, na maioria dos casos, com o aumento da temperatura.

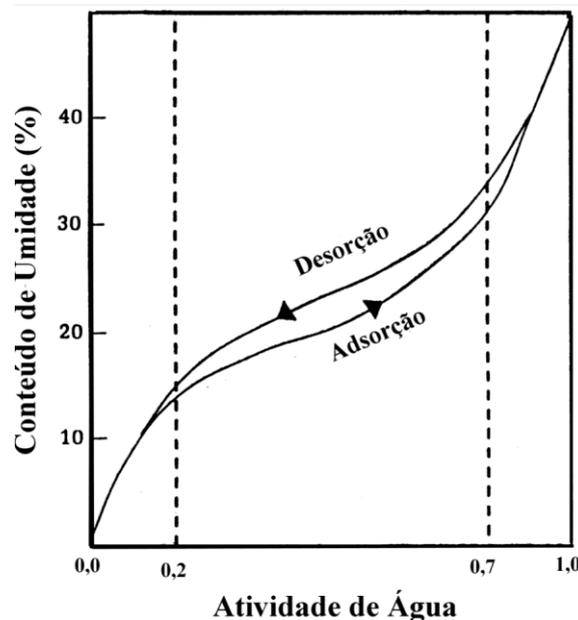
Para determinação experimental da umidade de equilíbrio torna-se necessário um ambiente com umidade relativa controlada. O método de controle de umidade relativa mais usado é o que utiliza compostos químicos, tais como soluções aquosas de ácido sulfúrico e soluções de sais. Cada solução apresenta um grau de ajuste de umidade relativa que pode ser obtido variando-se a concentração das soluções a diferentes temperaturas (PARK *et al*, 2001)

Uma vez produzida a fruta em pó, uma das informações mais importantes são as isotermas de equilíbrio higroscópico do produto (ANSELMO *et al.*, 2006), pois através dela

pode-se estudar o potencial de conservação de alimentos desidratados, fazer um projeto adequado de embalagens permeáveis, estabelecer o teor de umidade que resulta em vida de prateleira mais longa, etc. (COSTA, 1989). Portanto, o conhecimento destas curvas de sorção é indispensável para determinar o teor de água final necessário para estabilizar um produto, visto que a pressão de vapor de água representa a disponibilidade de água para o crescimento de micro-organismos, além de outras reações que alteram o produto.

Um ponto importante a ser lembrado é que esta representação gráfica das curvas pode ser de adsorção ou dessorção, dependendo da determinação da umidade do produto a ser feita, segundo o processo de umidificação ou secagem. Quando estas curvas não coincidem, esta diferença entre as isotermas é conhecida como o fenômeno de histerese, como mostrado na Figura 5 (PARK *et al*, 2007).

**Figura 5 - Histerese das isotermas de sorção**



Fonte: PARK, *et al.*, 2007

O potencial de sorção d'água em alimentos é um fenômeno complexo e multifatorial, o qual está relacionado com as características intrínsecas do produto e condições ambientais a qual o mesmo está exposto. A movimentação do vapor d'água do alimento para a atmosfera, ou vice-versa, que o envolve depende do teor de umidade, composição do alimento, temperatura e umidade do ar (JARDIM; GERMER, 1997). Assim haverá uma isoterma específica para cada produto.

A adsorção d'água nos alimentos desidratados é causada, principalmente, pela própria natureza química dos componentes orgânicos do produto, tais como a presença de açúcares, principalmente nos frutos, a existência de forças intermoleculares do tipo Van der Waals, da capacidade de grupos hidroxílicos – OH para formar ligações com moléculas de água e do tipo de processo usado na desidratação.

Dentre os modelos matemáticos mais utilizados para isotermas de adsorção destacam-se:

### 3.6.1. Modelo de BET:

É o modelo mais amplamente utilizado em sistemas alimentares. A equação BET (Equação 1) representa uma base na interpretação de multicamadas de sorção isotérmicos e ele tem sido aplicado na adsorção de gases e vapor poroso em superfícies e de sólidos, bem como em água, especialmente na adsorção de vapor, por polímeros homogêneos e outros materiais (ANDRADE *et al*, 2011).

O teor de umidade de monocamada, ( $X_m$ ), representa o teor de umidade no qual a água ligada a cada grupo polar e iônico começa a comportar-se como uma fase líquida.  $C$  é a energia constante relacionada com o líquido de absorção de calor, que é relacionado com a diferença entre as moléculas que a energia da bomba de adsorção da primeira camada e as outras camadas restantes (ANDRADE *et al*, 2011).

$$X_e = \frac{X_m \cdot C \cdot a_w}{(1 - a_w)} \cdot \left[ \frac{1 - (n + 1) \cdot (a_w)^n + n \cdot (a_w)^{n+1}}{1 - (1 - C) \cdot a_w - C \cdot (a_w)^{n+1}} \right] \quad (1)$$

Onde,

$a_w$  - atividade de água, adimensional;  $X_e$  - umidade de equilíbrio, base seca (b.s.);  $n$  - número de camadas moleculares;  $X_m$ - conteúdo de umidade na monocamada molecular, g.g<sup>-1</sup> e  $C$  - constante de ajuste do modelo.

Esta equação tem dois importantes casos especiais: quando  $n = 1$ , ela fica reduzida a equação de Langmuir e quando  $n$  tende ao infinito, ela se reduz a equação de BET linearizável (OLIVEIRA, 2011). Park *et al* (2008), descreve ainda que  $n = 1$  corresponderia a região de baixa atividade de água,  $a_w < 0,35$ , e  $n = \infty$  corresponderia a de alta atividade de água.

### 3.6.2. Modelo de GAB:

A equação de GAB é um refinamento das teorias de adsorção física do Langmuir e BET e tem um parâmetro a mais,  $K$ , que mede a diferença do potencial químico padrão entre as moléculas desta segunda fase e os do estado líquido puro, sendo assim capaz de aproximar bem a maioria das isotermas experimentais para atividade de água até cerca de 0,9. Assim, verificou-se como sendo adequado para a análise de mais de 50 % de frutos, carne e vegetais (BLAHOVEC, 2004; ANDRADE *et al*, 2011).

O modelo de GAB é apresentado na Equação 2.

$$X_e = \frac{X_m \cdot C \cdot K \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C \cdot K \cdot a_w)} \quad (2)$$

Onde,

$a_w$  - atividade de água, adimensional;  $X_e$  - umidade de equilíbrio, base seca (b.s.);  $X_m$  - conteúdo de umidade na monocamada molecular,  $g \cdot g^{-1}$ ;  $C$  e  $K$  - constantes de adsorção.

De acordo com o modelo descrito  $C$  e  $K$  são constantes de adsorção relacionados com as interações energéticas entre as moléculas da monocamada e as subsequentes, num dado sítio de sorção. Quando  $K = 1$ , a equação de GAB fica reduzida à equação de BET linearizável (PARK *et al*, 2008).

As principais vantagens do modelo de GAB são as seguintes: ele tem uma opção de base teórica viável, uma vez que é um aperfeiçoamento das teorias físicas da adsorção de Langmuir e BET; fornece uma boa descrição do comportamento de sorção de quase todos os produtos alimentares ( $a_w$  0- 0,9); seus parâmetros têm um significado físico em termos de processos de sorção, e que descreve a maioria dos efeitos da temperatura sobre isotermas por meio da equação de Arrhenius (ANDRADE *et al*, 2011).

### 3.6.3. Modelo de HENDERSON:

É um dos modelos mais empregados e descreve bem o comportamento de alimentos com uma ampla faixa de atividade de água (0,1 a 0,75), como grãos cereais e frutas (OLIVEIRA 2012). O modelo é descrito na Equação 3:

$$X_e = \left[ \frac{-\ln(1 - a_w)}{b} \right]^{\frac{1}{a}} \quad (3)$$

Onde,

$a_w$  - atividade de água, adimensional;  $X_e$  - umidade de equilíbrio, base seca (b.s.);  $a$  e  $b$  - constantes de ajustes dos modelos.

#### 3.6.4. Modelo de OSWIN

É um modelo empírico que consiste em uma expansão da série de curvas de forma sigmóide e foi desenvolvido por Oswin. É utilizado para relacionar o teor de umidade de leite em pó e chá liofilizado até uma atividade de água de 0,5, bem como para vários alimentos (ANDRADE *et al*, 2011). Apresenta algumas vantagens sobre os modelos cinéticos de BET e GAB: apenas duas constantes de fácil linearização (PARK *et al*, 2008). É descrito na Equação 4:

$$X_e = a \cdot \left[ \frac{a_w}{1 - a_w} \right]^b \quad (4)$$

Onde,

$a_w$  - atividade de água, adimensional;  $X_e$  - umidade de equilíbrio, base seca (b.s.);  $a$  e  $b$  - constantes de ajustes dos modelos.

### 3.7. Microscopia eletrônica de varredura, Difração de Raio-X e Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR).

A microestrutura dos materiais cristalinos é constituída de defeitos, tais como vazios, trincas, contornos de grãos, falhas de empilhamento, defeitos puntiformes e de constituintes microestruturais, tais como fases e inclusões. O conhecimento da estrutura, morfologia, assim como a natureza, densidade e distribuição dos defeitos são de extrema valia para o entendimento, e às vezes, até para a previsão das propriedades dos materiais (PADILHA; AMBROZIO FILHO, 2004). A estrutura dos materiais pode ser caracterizado por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de Raio-x (XRD) ou até mesmo espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR-ATR).

O MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise de características microestruturais de objetos sólidos. A principal razão de sua utilidade é a alta resolução que pode ser obtida quando as amostras são observadas; valores da ordem de 2 a 5 nm são geralmente apresentados por instrumentos comerciais, enquanto instrumentos de pesquisa avançada são capazes de alcançar uma resolução menor que 1 nm. Outra característica importante do MEV é a aparência tridimensional da imagem das amostras, resultado direto da grande profundidade de campo (DEDAVID *et al*, 2007).

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. Por um sistema de bobinas de deflexão, o feixe pode ser guiado de modo a varrer a superfície da amostra segundo uma malha retangular. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação (DEDAVID *et al*, 2007).

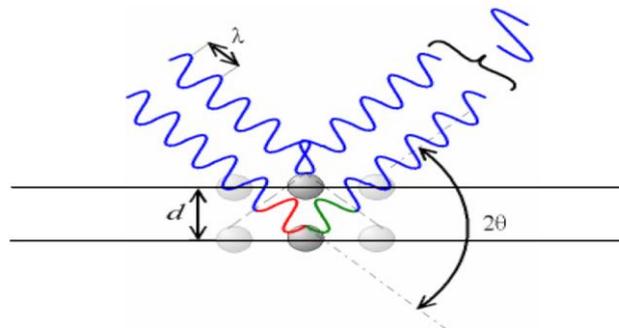
Pela técnica do MEV, os elétrons são acelerados numa coluna e atingem a superfície da amostra. O feixe de elétrons produzido pelo filamento de tungstênio, é emitido da fonte e acelerado por uma tensão de -0,5 a -30Kv, o que forma um pequeno feixe de cruzamento (*crossover*). O feixe passa por lentes condensadoras e pela lente objetiva. A formação de imagens do MEV depende da aquisição de sinais produzidos pela interação entre o feixe de elétrons e a amostra. Na microscopia eletrônica de varredura, os sinais de maior interesse para formação da imagem são os elétrons secundários e os retroespalhados. À medida que o feixe de elétrons primários vai varrendo a amostra, estes sinais vão sofrendo modificações de acordo com as variações da superfície. Os elétrons secundários fornecem uma imagem de topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução (DEDAVID *et al*, 2007). As amostras que não são metálicas precisam ser “metalizadas” para se tornarem boas condutoras de elétrons e assim, transmitir o espalhamento de elétrons do feixe (CHERIEGATE, 2012).

A técnica da difração de Raios-X está baseada na difração de radiação eletromagnética de comprimentos de onda na ordem de  $10^{-10}$  a  $10^{-12}$  m, por materiais cristalinos ou policristalinos. Medidas com essa técnica permitem determinar parâmetros estruturais dos sólidos e a distância entre os planos cristalinos. A caracterização da estrutura

de materiais por meio desta tem sido usada para caracterizar materiais na forma de pós, filmes finos e amostras espessas. Não apenas na determinação da cristalinidade e de análise estrutural, mas também no estudo da estrutura de agregados policristalinos, análise quantitativa de fases (CHERIEGATE, 2012).

A difração de Raio-X depende da medição do padrão de difração gerado quando um material encapsulado é irradiado com um feixe de raio-x monocromático e uma rede de átomos do material age como uma grade de difração tridimensional, causando um feixe de raio-x difratado em ângulos específicos (Figura 6) (CHERIEGATE, 2012).

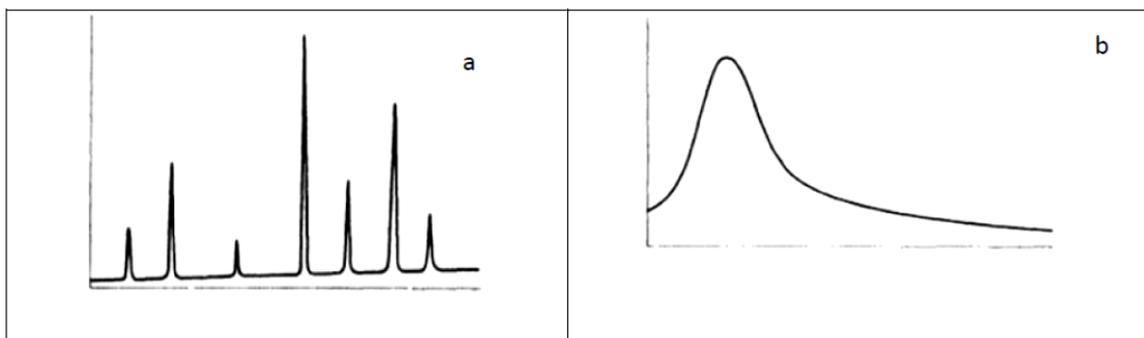
**Figura 6** -Representação da difração de raios-x por dois planos paralelos de átomos separados por uma distância  $d$ .



Fonte: CHERIEGATE, 2012.

A forma das curvas obtidas, a medida dos perfis, isto é, a intensidade e os ângulos correspondentes, permitem determinar parâmetros estruturais do material cristalino (Figura 7).

**Figura 7** - Ilustração de difratogramas: a) difratograma típico de estrutura cristalina; b) difratograma típico de produto amorfo ou líquido.



Fonte: CHERIEGATE, 2012.

A espectroscopia de infravermelho é um método de análise bastante rápido e não invasivo que se baseia na observação das vibrações de moléculas que são excitadas por um

feixe de radiação na zona do infravermelho. A radiação no infravermelho é dividida em três tipos: infravermelho longínquo (50 – 1000  $\mu\text{m}$ ), infravermelho médio (2,5 – 50  $\mu\text{m}$ ) e infravermelho próximo (0,70 – 2,5  $\mu\text{m}$ ), sendo esta última a mais utilizada em alimentos. A espectroscopia de infravermelho com transformadas de Fourier é baseada na interação da luz de infravermelho com a matéria. Cada grupo funcional diferente absorve radiação em certas frequências, originando bandas de absorção características (Tabela 3) (MOREIRINHA, 2009).

**Tabela 3** - Valores de absorção de diferentes grupos funcionais no infravermelho (MOREIRINHA, 2009).

Número de onda (cm-1)	Grupo Funcional
3640 – 3610	O-H (livre)
3500 – 3070	N-H
2960 – 2850	C-H alifáticos
1750 – 1740	C=O de ésteres (gordura)
1740 – 1720	C=O de aldeídos
1720 – 1700	C=O de cetonas
1675 – 1645	C=C
$\approx$ 1650	Amida I
1590 – 1550	NH <sub>2</sub>
$\approx$ 1550	Amida II
1470 – 1430	CH <sub>2</sub>
1390 – 1370	CH <sub>3</sub>
1420 e 1300 – 1200	C-O de ácidos carboxílicos
1300 – 1020	C-O de ésteres
1200 – 1050	C-O de álcoois e fenóis
1155 – 1150	C-O de hidratos de carbono
1024 – 998	C-OH de hidratos de carbono

A espectroscopia de infravermelho próximo e médio, aliada à utilização de uma análise multivariada dos dados, tem mostrado ser bastante útil na indústria alimentar. É um método pouco dispendioso, pois o custo inerente é praticamente apenas o da aquisição do aparelho (MOREIRINHA, 2009).

Este método provou ser bastante vantajoso em estudos de qualidade e composição de diversos alimentos, bem como de adulterações dos mesmos. Estudos onde se analisaram os teores de diferentes açúcares (glucose, frutose e sacarose) em suco de fruta mostraram que a espectroscopia de infravermelho com transformadas de Fourier permite detectar diferenças entre todos os tipos de açúcar, bem como os níveis em que estes se encontravam presentes nas bebidas (RODRIGUES-SAONA *et al*, 2001).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Produto

As polpas de acerola utilizada nos experimentos foram adquiridas em comércio da região de Fortaleza-CE. Após serem acondicionadas em caixas térmicas e transportadas ao laboratório de Refrigeração do Departamento de Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, foram armazenadas em freezer à temperatura de -18 °C até o momento das análises. As polpas encontravam-se embaladas em saco plástico com peso líquido de 1 kg com porções de 100 g. A polpa utilizada é especificada como sendo 100% natural, não fermentado, não alcoólico, sem conservantes, lactose ou glúten e devidamente registrado no MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento).

Foi utilizado como adjuvante de secagem na formulação da polpa de acerola a maltodextrina com dextrose equivalente (DE) 20.

### 4.2. Caracterização físico-química da polpa

As análises físico-químicas da polpa de acerola integral foram realizadas nos Laboratórios de Controle de Qualidade de Alimentos e Secagem da Universidade Federal do Ceará. Todas as análises foram realizadas em triplicata e os resultados analisados pelo teste de diferença de Tukey a 5% de significância.

A caracterização físico-química da polpa de acerola integral compreendeu as seguintes análises:

**Umidade:** Determinada por dessecação em estufa a vácuo segundo item 013/IV do Instituto Adolfo Lutz (2008), que consiste pesar 2,0g da amostra em capsula, tarada previamente uma hora antes em estufa a 105°C, e aquecer durante 6 horas em estufa a vácuo a 70°C, sob pressão reduzida  $\leq 100$  mm de mercúrio (13,3 kPa), e após resfriar em dessecador até a temperatura ambiente, pesar até peso constante. A umidade foi expressa em porcentagem e calculada através da Equação 5:

$$\text{Umidade(\%)} = \frac{(\text{peso da cápsula} + \text{peso da amostra úmida}) - (\text{peso da capsula} + \text{peso amostra seca}) \times 100}{\text{peso da amostra úmida}} \quad (5)$$

**pH:** Foi determinado segundo norma analítica 017/IV para determinação eletrométrica do pH do Instituto Adolfo Lutz (2008), utilizando potenciômetro, previamente calibrado. Para os produtos em pó, foi realizada uma diluição de 1,0 g da amostra para 10,0mL de H<sub>2</sub>O destilada, e após homogeneização das partículas suspensas foi efetuada a leitura.

**Acidez total titulável:** Determinada por titulometria segundo norma 016/IV do Instituto Adolfo Lutz (2008), no qual aproximadamente 1,0g da amostra é acrescentada de 50,0mL de água destilada e 2-3 gotas de fenolftaleína 1% em erlenmeyer de 100,0mL e então titulada com NaOH 0,1 N até coloração levemente rósea. O calculo é efetuado por meio da Equação 6:

$$\% \text{ Acidez} = \frac{\text{Fator do ácido} \times \text{Fator do NaOH} \times \text{Vol. de NaOH gasto (mL)} \times 10}{\text{peso da amostra (g)}} \quad (6)$$

**Açúcares redutores e totais:** Determinado segundo método calorímetro do 3,5-Dinitrosalicílico (DNS), descrito segundo Miller, 1995.

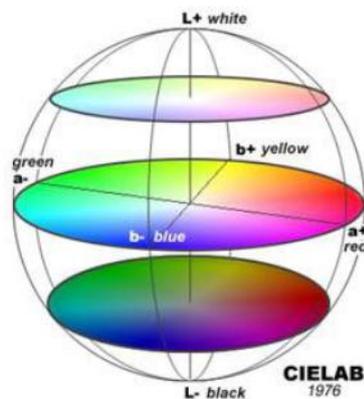
**Sólidos solúveis:** Realizado por meio de refratometria, segundo normas analíticas 315/IV para frutas e produtos de frutas do Instituto Adolfo Lutz (2008); no qual para leitura do produto em pó foi realizada uma diluição de 1,0 g da amostra para 10,0mL de H<sub>2</sub>O destilada, e homogeneização das partículas suspensas.

**Ácido Ascórbico:** Determinada pelo método de Tillman conforme Strohecker e Henning (1967), no qual aproximadamente 1,0 g da amostra foi pesada em um becker e adicionada de ácido oxálico (0,5%) logo após o conteúdo do becker foi transferido para um balão de 100,0mL e o volume completado com ácido oxálico (0,5%). Uma alíquota de 5,0mL foi transferida para um erlenmeyer e adicionou-se 45,0mL de água destilada para então titular

com 2,6 – diclorofenolindol (DFI), de concentração 0,02%, até coloração rósea persistente. Os resultados foram expressos em mg de ácido ascórbico/100 g em base seca.

**Cor:** A determinação dos parâmetros colorimétricos da polpa de acerola integral e em pó obtida pelos diferentes métodos de secagem foi realizada usando um colorímetro Konica Minolta spectrophotometer modelo CR410, com determinação no modo CIE lab mostrado na figura 8, conforme orientação do fabricante.

**Figura8-** Coordenadas do sistema CIE lab de cor.



Fonte: Hunter Lab (1976)

Segundo Alves (2008) a coordenada  $L^*$  representa a luminosidade da amostra, cujos valores oscilam do 0 (preto) a 100 (branco). A coordenada de cromaticidade  $a^*$  pode assumir valores de -80 (verde) a +100 (vermelho), a coordenada de cromaticidade  $b^*$  pode variar de -50 (azul) a +70 (amarelo). Para  $H^*$ , o 0 representa vermelho puro; o 90, amarelo puro; o 180, verde puro; e o 270, azul puro. Com relação ao “chroma”, quanto mais alto o valor de  $c^*$  mais forte é a cor observada.

### 4.3. Planejamento experimental das secagens

Os planejamentos experimentais foram realizados a fim de se obter o ponto ótimo para a secagem por liofilização e aspensão (*spray-dryer*), de acordo com as variáveis dependentes avaliadas, e a partir deste ponto ótimo ser produzido pó em quantidade suficiente para a caracterização e avaliação da estabilidade dos pós.

Antes das secagens foi adicionado maltodextrina (DE 20) as polpas de acerola em proporções que variaram de 4,9 a 19,1% em massa. Após homogeneização, foram submetidas às secagens e o pó obtido foi acondicionado em embalagem laminada.

Para o uso do liofilizador as amostras foram submetidas ao congelamento e um planejamento experimental do tipo fatorial completo de dois níveis ( $2^2$ ) foi realizado, variando os níveis dos parâmetros de tempo de liofilização e concentração de maltodextrina, admitidos como variáveis independentes, apresentando pontos centrais (nível 0) e pontos axiais (níveis  $\pm \alpha$ ), o que permitirá o estudo de 5 níveis, conforme Tabela 4.

**Tabela 4** - Níveis do planejamento da polpa de acerola para secagem por liofilização.

Variáveis independentes:	Níveis				
	-1,42	-1	0	+1	+1,42
Tempo de Liofilização (horas) – $X_1$	15,48	18	24	30	32,52
Concentração de Maltodextrina (%) – $X_2$	4,9	7	12	17	19,1

Para o uso do *spray-dryer* foi realizado um planejamento experimental do tipo fatorial completo de dois níveis ( $2^2$ ), variando os níveis dos parâmetros de temperatura de secagem e concentração de maltodextrina, admitidos como variáveis independentes, apresentando pontos centrais (nível 0) e pontos axiais (níveis  $\pm \alpha$ ), o que permitirá o estudo de 5 níveis, conforme Tabela 5.

**Tabela 5** - Níveis do planejamento da polpa de acerola para secagem em *spray-dryer*.

Variáveis independentes:	Níveis				
	-1,42	-1	0	+1	+1,42
Concentração de Maltodextrina (%) – $X_1$	4,9	7	12	17	19,1
Temperatura de Secagem (°C) – $X_2$	111,8	120	140	160	168,2

Os valores adotados nos níveis de planejamento das variáveis independentes, em ambas as secagens, tiveram como referencia estudos realizados anteriormente e os limites de utilização apresentados pelos equipamentos.

Para a realização do planejamento experimental de secagem da polpa de acerola, para ambos os processos foram realizados 11 ensaios, sendo quatro ensaios fatoriais (combinações entre os níveis  $\pm 1$ ), três centrais (duas variáveis independentes no nível 0) e quatro axiais (uma variável independente no nível  $\pm \alpha$  e outra em 0), gerando um modelo

quadrático, a fim de se obter o valor das variáveis dependentes (rendimento, higroscopicidade e umidade) a partir da combinação dos pontos axiais das variáveis independentes (maltodextrina e temperatura), conforme mostrado na Tabela 6.

O efeito dos tratamentos sobre as variáveis dependentes em função das variáveis independentes foi avaliado por meio da análise de variância (ANOVA), do método de superfície de resposta e curva de contorno. A seleção do ajuste foi realizada com base na melhor correlação ( $R^2$ ), valor de F, desvio padrão, os quais foram obtidos pela utilização do software Statistica versão 7.0, que também foi utilizado para elaboração dos modelos.

**Tabela 6** - Planejamentos Fatoriais completo  $2^2$  mais pontos axiais para secagem em *spray-dryer* e liofilizador.

Ensaio	Variáveis independentes		<i>Spray-dryer</i>		Liofilizador	
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Maltodextrina	Temperatura	Tempo de liof. (h)	Maltodextrina
			(%)	(°C)		(%)
<b>1</b>	+1	+1	17	160	30	17
<b>2</b>	-1	+1	7	160	18	7
<b>3</b>	+1	-1	17	120	30	17
<b>4</b>	-1	-1	7	120	18	7
<b>5</b>	0	0	12	140	24	12
<b>6</b>	0	0	12	140	24	12
<b>7</b>	0	0	12	140	24	12
<b>8</b>	-1,42	0	4,9	140	15,48	12
<b>9</b>	1,42	0	19,1	140	32,52	12
<b>10</b>	0	-1,42	12	111,8	24	4,9
<b>11</b>	0	1,42	12	168,2	24	19,1

Buscou-se determinar através da análise da superfície de resposta e curvas de contorno os menores valores para as variáveis dependentes: rendimento, higroscopicidade e umidade.

#### 4.4. Experimentos de Secagem

Na liofilização, a polpa de acerola foi acondicionada em bandejas de aço inox (18 cm de diâmetro), congelada por 24 horas em ultrafreezer vertical da empresa Terroni

Equipamentos Científicos até temperatura  $-38\text{ }^{\circ}\text{C}$  e, posteriormente, liofilizada em liofilizador modelo LS3000, da empresa Terroni Equipamento Científicos Ltda. Os experimentos foram conduzidos em um delineamento casualizado.

Na secagem em *spray-dryer* a polpa foi desidratada utilizando as condições de vazão de alimentação do produto 0,5 L/h, vazão do ar de secagem 3,5 L/s e vazão de ar comprimido 30 L/min. Os experimentos foram conduzidos em um delineamento casualizado.

#### **4.5. Avaliação da estabilidade do pó**

Após a determinação da melhor condição para a secagem por liofilização e aspersão (*spray-dryer*) foram realizadas secagens para se obter pó em quantidade suficiente para avaliação da estabilidade dos pós, os quais foram distribuídos em sachês para cada tempos de análise da estabilidade e de acordo com as embalagens estudadas. Os processos de secagem, embalagem, acondicionamento e análise dos pós foram conduzidos de maneira mais uniforme possível para que não houvesse diferença entre as condições de obtenção dos sachês.

A avaliação da estabilidade dos pós obtidos, após os dois tipos de secagens, foi realizada nos Laboratórios de Controle e Secagem de Alimentos da Universidade Federal do Ceará. Todas as análises foram realizadas em triplicata a cada 15 dias por um período de 90 dias de armazenamento e os resultados foram analisados por ANOVA e teste de diferença de Tukey a 95% de confiança. A avaliação compreendeu análises de teor de ácido ascórbico; umidade; higroscopicidade; grau de *caking*; solubilidade e cor, descritas nos itens 4.2, 4.6, 4.7, 4.8.

A fim de avaliar a qual embalagem proporciona melhor estabilidade da acerola em pó e como influenciam os parâmetros estudados, foram estudadas três formas distintas de acondicionamento em embalagens, que consistiram em:

- Embalagem plástica transparente modelo BR 2205, composta por uma combinação de material de polietileno (PE) e poliamida (PA) de gramatura 100 g/m<sup>2</sup>;
- Embalagem Laminada ESA 038, cor ouro sanfonada, de estruturada com materiais Pet + Alumínio + Poli, e de gramatura 122 g/m<sup>2</sup>;

- Embalagem Laminada ESA 038, descrita acima, submetida a vácuo.

O pó avaliado na estabilidade foi acondicionado nas embalagens e armazenado a temperatura ambiente.

#### 4.6. Higroscopicidade

A análise de higroscopicidade foi determinada por meio da pesagem de 1,0 g de pó posteriormente espalhado uniformemente sobre uma placa de Petri colocada em dessecador por 90 min, segundo Goula e Adamopoulos (2008), sob condições de 24 °C e 75% de umidade relativa utilizando solução saturada de NaCl. É calculada por meio da Equação 7:

$$H = \frac{X}{U \cdot a} \cdot 100 \quad (7)$$

Onde,  $H$  = higroscopicidade (g de água absorvida/100g de sólidos);  $X$  = massa de água absorvida (g);  $U$  = umidade do pó em base seca (g/g);  $a$  = massa da amostra (g).

#### 4.7. Grau de *caking*

Após a determinação de higroscopicidade, a amostra úmida foi levada à estufa a vácuo de 70 °C, com pesagens até peso constante. Após o resfriamento em dessecador, a amostra foi pesada e transferida para peneira com abertura de 500 µm e agitada por 5 min em agitador de peneiras eletromagnético da empresa Bertel sob agitação média. O peso do pó retido na peneira foi pesado e o grau de *caking* calculado segundo Goula e Adamopoulos (2008), conforme Equação 8:

$$GC = \frac{100 \cdot a}{b} \quad (8)$$

Onde,  $GC$  é o grau de *caking* (%),  $a$  é a massa do pó que ficou retido na peneira após agitação (g), e  $b$  é a massa de pó utilizado na peneiração(g).

#### 4.8. Solubilidade

A solubilidade foi determinada segundo Cano-Chauca (2005). O método consiste em adicionar 1,0 g da amostra em 100,0 mL de água destilada sob agitação de 2000 rpm em agitador magnético durante 5 min. A solução foi colocada em tubos e centrifugada a 3000 rpm durante 5 min. Uma alíquota de 25,0 mL do sobrenadante foi transferida para placa de Petri e imediatamente seca em estufa a 105 °C durante 5 horas. Em seguida, a solubilidade (%) foi calculada por diferença de peso.

#### 4.9. Rendimento

Foi calculado por meio da razão entre a massa dos sólidos presentes no pó coletado ao final da secagem e a massa de sólidos presentes na polpa destinada a secagem. Para o cálculo do rendimento foi utilizada a Equação 9:

$$R = \frac{(1 - U_{pó}) \cdot m_{pó}}{(1 - U_{polpa}) \cdot m_{polpa}} \cdot 100 \quad (9)$$

Onde,  $R$  = Rendimento do processo (%);  $U_{pó}$  = umidade do pó obtido na secagem (g/g);  $U_{polpa}$  = umidade da polpa submetida a secagem (g/g);  $m_{pó}$  = massa do pó obtido na secagem (g);  $m_{polpa}$  = massa da polpa submetida a secagem (g).

#### 4.10. Caracterização morfológica

##### *Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)*

As análises para avaliar a morfologia e superfície dos pós foram realizadas em Microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss, modelo DSM940A. Os pós foram depositados sobre fita adesiva dupla face, fixada em suporte metálico. A placa metálica foi recoberta com platina em metalizadora da marca Emitech, modelo K 550, operando a 5m e 10 kV, fornecendo uma cobertura de aproximadamente 25  $\mu$ m. As imagens foram capturadas e digitalizadas.

O estudo da microestrutura do pó realizado por MEV foi aplicado ao pó de polpa de acerola obtido por aspersão em *spray-dryer*, com adição de 17,13% de maltodextrina e desidratada utilizando temperatura do ar de secagem de 154°C; e sem adição do adjuvante de secagem maltodextrina (DE 20) ao pó da polpa de acerola (integral) desidratado a temperatura de 170°C; e também foi aplicado ao pó obtido em Liofilizador por um período de 24 horas, com adição de 19,1% de maltodextrina sem adição de adjuvante.

### ***Difração de Raios-x (DRX)***

As amostras secas foram fixadas em suporte de vidro, para que as leituras fossem realizadas em um difratômetro de raios-x (D8Advance, Bruker), com radiação de cobre (Cu  $K\alpha=1.5406 \text{ \AA}$ ), operando à 40 kV e 25 mA; monocromador de grafite pirolítico curvo, posicionado entre a amostra e o detector de cintilação. A região de varredura do ângulo de difração ( $2\theta$ ) foi de 5-50°, a 0,05°/ min.

Esta análise foi aplicada ao pó de polpa de acerola obtido por aspersão em *spray-dryer*, com e sem adição do adjuvante de secagem maltodextrina (DE 20), e ao pó obtido por liofilização, com e sem adição de adjuvante, conforme condições citadas no item anterior.

### ***Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR)***

As amostras foram fixadas em uma superfície de cristal de seleneto de zinco, e submetidos a leitura no Espectrofotômetro vibracional na região do infravermelho Espectrômetro FTIR VERTEX 70v, com módulo Raman RAMII BRUKER. As amostras foram analisadas na região do infravermelho médio (4000-400  $\text{cm}^{-1}$ ) no modo de reflectância total atenuada (ATR). A área de leitura foi de 700-4000 nm e os espectros obtidos em absorbância.

Realizou-se esta análise nos pós de polpa de acerola obtido por aspersão em *spray-dryer*, com e sem adição do adjuvante de secagem maltodextrina (DE 20), e obtido por liofilização, com e sem adição de adjuvante, conforme condições descritas na análise de MEV.

#### 4.11. Determinação das isotermas de adsorção dos pós

Na determinação das isotermas de adsorção de umidade foi empregado o método gravimétrico estático, descrito por Wolf, Spiess e Jung (1985), utilizando-se soluções saturadas de sais tais como  $\text{CH}_3\text{COOK}$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaBr}$ ,  $\text{SnCl}_2$ ,  $\text{KCl}$  e  $\text{BaCl}_2$  (Tabela 7).

**Tabela 7-** Atividade de água de soluções salinas saturadas a  $21 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

SOLUÇÕES SALINAS	Atividade de água ( $a_w$ )
$\text{CH}_3\text{COOK}$	0,21
$\text{K}_2\text{CO}_3$	0,44
$\text{NaBr}$	0,58
$\text{SnCl}_2$	0,76
$\text{KCl}$	0,84
$\text{BaCl}_2$	0,90

As soluções de sais foram preparadas e colocadas em recipientes de vidro temperado fechados com silicone, denominados de células, conforme Figura 9.

**Figura 9** – Célula de solução salina das isotermas de adsorção contendo amostras de pós de acerola, colocadas em B.O.D.



Fonte: Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem de Alimentos (2014)

As determinações das isotermas de adsorção foram realizadas com a pesagem das amostras, em triplicata, com aproximadamente 1,0 g de cada amostra em cadinhos de alumínio previamente tarados. Foi utilizado cadinho de diâmetro externo de 36 mm e interno de 24 mm. Em seguida, os cadinhos com as amostras foram colocados sobre o suporte contido dentro das células, as quais continham as soluções saturadas. Assim, as células foram colocadas em B.O.D para que fossem estudadas as temperaturas de 25, 35 e 45°C (Figura 9). Permaneceram a cada temperatura até atingirem o equilíbrio, ou seja, até que não houvesse mais variação de massa, detectada através de pesagem numa balança analítica modelo B-TEC- 210A marca Tecnal. O processo foi realizado com pesagens a cada 24 horas até atingirem o equilíbrio. Posteriormente, os cadinhos foram levados ao aparelho para medição da atividade de água (AQUALAB 4 TEV), e a leitura foi realizada conforme orientação do fabricante do equipamento.

A umidade de equilíbrio ( $X_0$ ) foi calculada pela diferença entre a massa que a amostra apresentou no equilíbrio e sua massa seca, conforme Equação 10, utilizada também por Moreira *et al.*,(2013):

$$X_0 = \frac{M_{eq} - M_s}{M_s} \quad (10)$$

Onde:  $X_0$  = umidade de equilíbrio (g de água por g de sólidos secos);  $M_{eq}$  = massa da amostra no equilíbrio (g);  $M_s$  = massa da amostra seca (g).

Para o ajuste matemático dos dados experimentais das isotermas dos pós alimentícios foram utilizados modelos matemáticos de GAB, BET, Henderson e Oswin representados, respectivamente, pelas equações presentes na Tabela 8.

**Tabela 8** - Modelos matemáticos utilizados para o ajustamento dos dados experimentais das isotermas de adsorção.

Modelos	Fórmulas
GAB	$X_0 = \frac{X_m \cdot C \cdot K \cdot A_w}{(1 - K) \cdot A_w \cdot (1 - K \cdot A_w + C \cdot K \cdot A_w)}$
BET	$X_0 = \frac{X_m \cdot C \cdot A_w}{1 - A_w} \left[ \frac{1 - (n + 1) \cdot (A_w)^2 + n \cdot (A_w)^{n+1}}{1 - (1 - C) \cdot A_w - C \cdot (A_w)^{n+1}} \right]$
Henderson	$X_0 = \left[ \frac{-\ln(1 - a_w)}{b} \right]^{\frac{1}{a}}$
Oswin	$X_0 = a \cdot \left[ \frac{a_w}{1 - a_w} \right]^b$

Em que:  $A_w$  = atividade de água;  $X_m$  = conteúdo de umidade na monocamada molecular (g de água por g de sólidos secos);  $X_0$  = conteúdo de umidade de equilíbrio expresso em (g de água por g de sólidos secos);  $C$ ,  $K$  = constante de sorção da camada molecular;  $a$ ,  $b$  = parâmetros de ajuste.

Na seleção do melhor modelo para prever a umidade de equilíbrio foram considerados: a magnitude do coeficiente de determinação ajustado ( $R^2$ ) e o erro médio relativo ( $E$ ), definido como a média da porcentagem de diferença relativa entre valores experimentais e predito pela Equação 11, utilizada por Rodvalho (2008).

$$E = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|(M_i - Mp_i)|}{M_i} \quad (11)$$

Onde,  $E$  - erro médio relativo;  $M_i$  - valores obtidos experimentalmente;  $Mp_i$  - valores preditos pelo modelo;  $n$  - número de dados experimentais.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Resultado do planejamento experimental da secagem em *spray-dryer*

Os ensaios realizados para a secagem em *spray-dryer* utilizando como variáveis independentes a concentração de maltodextrina (%) na polpa de acerola e temperatura de secagem (°C) apresentaram resposta sobre as variáveis dependentes rendimento, higroscopicidade e umidade, conforme os resultados mostrados na Tabela 9.

**Tabela 9** - Valores de rendimento, higroscopicidade e umidade obtidos no planejamento experimental para secagem em *spray-dryer*.

Ensaio	Variáveis independentes		Variáveis Dependentes		
	Maltodextrina (%)	Temperatura (°C)	Rendimento (%)	Higroscopicidade (g/100g)	Umidade (%)
1	17	160	32,5	8,09	2,40
2	7	160	34,7	6,55	6,04
3	17	120	23,1	4,65	3,23
4	7	120	24,8	5,68	7,37
5	12	140	20,9	7,07	3,44
6	12	140	20,1	7,62	3,46
7	12	140	24,3	6,86	3,05
8	4,9	140	25,3	5,44	8,94
9	19,1	140	17,2	5,89	2,28
10	12	111,8	22,0	6,11	4,97
11	12	168,2	37,9	8,18	3,24

A variação da concentração de maltodextrina a polpa de acerola bem como a temperatura de secagem afetou o rendimento do processo gerando valores que foram desde 17,2 até 37,9 %. Os resultados para a higroscopicidade apresentaram porcentagens entre 4,65 e 8,18%, enquanto para a umidade os valores variaram entre 2,28 e 8,94 %. Ferrari *et al* (2012), em seu estudo sobre a secagem em *spray-dryer* de amora preta usando maltodextrina como agente carreador, encontrou valores inferiores de umidade, entre 0,55 e 3,05 %, quando variou as temperaturas de entrada de 160 a 180 °C e concentrações de maltodextrina entre 5 e 25 %.

A partir dos resultados obtidos modelos de regressão foram gerados e avaliados

com a finalidade de descrever o comportamento das variáveis independentes sobre as variáveis respostas.

#### *Análise da variável resposta rendimento*

A Tabela 10 indica o efeito estimado, erro padrão e a significância das variáveis concentração de maltodextrina e temperatura sobre a variável rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

**Tabela10**– Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

Fator	Efeito estimado	Erro padrão	Grau de significância (p)
Conc. Maltodextrina (L)	-3,86	5,10	0,528
Conc. Maltodextrina (Q)	-3,28	6,05	0,641
Temperatura (L)	8,87	5,12	0,225
Temperatura (Q)	3,21	6,12	0,652
Conc. Maltodextrina x Temperatura	-0,308	7,23	0,970

\*Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

Analisando os dados da Tabela 10 foi possível verificar o rendimento não pode ser explicado pelas variáveis analisadas (concentração de maltodextrina e temperatura do ar de secagem) dentro do intervalo estudado, uma vez que, não houve significância dos efeitos em nenhuma variável estudada a um nível de confiança de 95%.

Os resultados da análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão gerado pelo Statistica são mostrados na Tabela 11.

**Tabela 11** – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

	SQ	GL	QM	F <sub>calc</sub>	F <sub>tab</sub>	R <sup>2</sup> (%)
Regressão	216,9	5	43,38	1,448	5,05	59,15
Resíduo	149,7	5	29,96			
Falta Aj.	45,09	3	15,03	0,2871	19,16	
Erro puro	104,7	2	52,35			

Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

SQ = soma quadrática; GL = Grau de Liberdade; QM = Média Quadrática.

Observou-se na tabela que o modelo de regressão gerado não foi significativo para a variável rendimento, visto que se o  $F_{cal}$  foi inferior ao  $F_{tab}$ , apresentando valores respectivos de 1,448 e 5,05. Desta maneira, o rendimento não foi uma variável relevante para a determinação do ponto ótimo de trabalho no *spray-dryer*, dentro dos pontos analisados para as variáveis independentes escolhidas.

#### *Análise da variável resposta higroscopicidade*

De acordo com o estudo dos efeitos das variáveis estudadas para higroscopicidade final da polpa de acerola em pó descrito na Tabela 12, o efeito quadrático (Q) da concentração de maltodextrina, bem como o efeito linear da temperatura do ar de secagem e a interação entre esses fatores apresentaram significância estatística sobre a higroscopicidade em um nível de 90% de confiança. Tal nível de confiança foi escolhido, pois a 95 % de confiança possuíamos dois pontos significativos, mas a 90% de confiança mais um ponto foi acrescentado, dando aos resultados uma maior justificativa estatisticamente.

**Tabela 12** – Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

Fator	Efeito estimado	Erro padrão	Grau de significância (p)
Maltodextrina (L)	0,281	0,279	0,420
Maltodextrina (Q)	-1,59	0,331	0,0408*
Temperatura (L)	1,81	0,280	0,0231*
Temperatura (Q)	-0,125	0,335	0,744
Maltodextrina x Temperatura	1,28	0,396	0,0832*

\*Significativo a 90% de confiança ( $p < 0,01$ ).

O parâmetro linear (L) da variável temperatura apresentou significância sobre a variável dependente higroscopicidade, apresentando um efeito positivo que indica que o aumento da temperatura aumenta a higroscopicidade do pó de acerola obtido por aspersão, dentro dos intervalos estudados. Ferrari *et al* (2012) também observou que valores de higroscopicidade significativamente maiores foram observados nas amostras produzidas a temperaturas mais elevadas, visto que temperaturas de secagem mais altas resultam em pós com umidades mais baixas e maior facilidade em adsorver água, ou seja, mais higroscópicos. O parâmetro quadrático (Q) da variável concentração de maltodextrina (%) apresentou efeito negativo sobre a higroscopicidade, o que indica que o aumento desse fator contribui para

diminuição da higroscopicidade final da polpa de acerola liofilizada. Isto se deve ao fato da maltodextrina apresentar baixa higroscopicidade confirmando sua eficácia como adjuvante de secagem no sentido de reduzir a higroscopicidade dos alimentos desidratados. Lancha *et al*, (2012) em seu trabalho com pitanga e jabuticaba em spray-dyer encontrou que as partículas mais higroscópicas foram obtidas nos ensaios com menor concentração maltodextrina, o que comprova sua eficácia como agente carreador. Segundo Barbosa (2010), o uso da maltodextrina promove o aumento da temperatura de transição vítrea (Tg) e conseqüente redução do comportamento pegajoso e higroscopicidade dos pós, que geralmente está atribuída à elevada concentração de açúcares e baixa temperatura de transição vítrea Tg.

A Tabela 13 mostra os resultados da análise de variância para a higroscopicidade na qual a porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ) é muito boa, cerca de 95,17%, indicando um bom ajuste aos dados experimentais. Segundo Barros Neto, Scarminio, Bruns (2001), quanto mais próximo de 1 o valor de  $R^2$  menor o erro e melhor o ajuste do modelo, assim, o coeficiente encontrado para o modelo para higroscopicidade da polpa de acerola, pode ser utilizada para fins preditos.

**Tabela 13** – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

	SQ	GL	QM	F <sub>calc</sub>	F <sub>tab</sub>	R <sup>2</sup> (%)
Regressão	11,98	5	2,396	19,72	3,45	95,17
Resíduo	0,6076	5	0,1215			
Falta de Ajuste	0,2942	3	0,09808	0,6259	9,16	
Erro puro	0,3134	2	0,1567			
Total	12,59	10				

Significativo a 90% de confiança ( $p < 0,1$ ).

SQ = soma quadrática; GL = Grau de Liberdade; QM = Média Quadrática.

Observou-se ainda que do  $F_{cal}$  de 19,72 é superior ao  $F_{tab}(3,45)$  o que a torna o modelo de regressão gerado significativo a um nível de confiança de 90% para a higroscopicidade. Com a validação do modelo, deu-se prosseguimento com a construção da superfície de resposta para a higroscopicidade da polpa de acerola em pó.

O modelo estatístico ajustado aos dados experimentais testados para a higroscopicidade da polpa de acerola, esta representado pela equação 15:

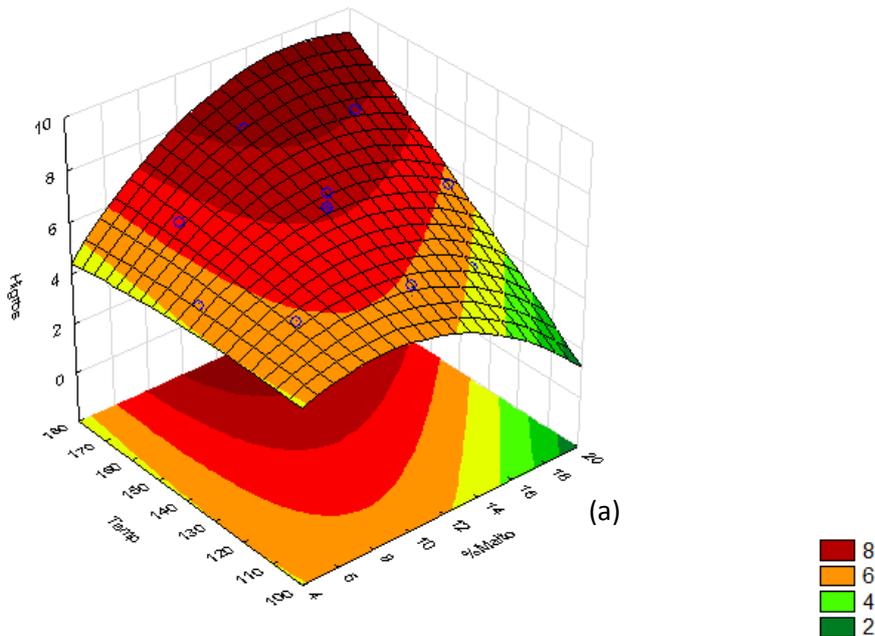
$$h = 3,659537 - 0,109515x_1 + 0,012024x_2 - 0,031749x_1^2 - 0,000157x_2^2 + 0,006426x_1 \cdot x_2 \quad (15)$$

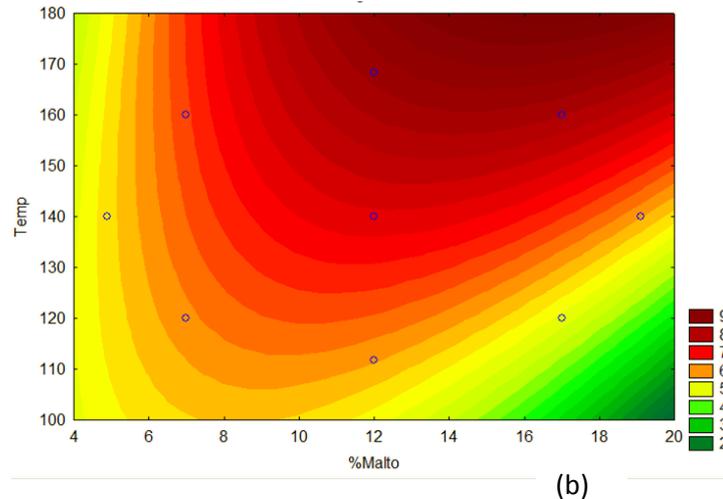
Onde:  $h$  = higroscopicidade;  $x_1$  = concentração de maltodextrina (%);  $x_2$  = temperatura (°C)

A Figura 10 apresenta a superfície de resposta e curva de contorno da variável higroscopicidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*. Através dessa Figura foi possível acompanhar como os menores valores de higroscopicidade foram obtidos com maiores concentrações de maltodextrina na polpa e em maiores temperaturas do ar secagem. Efeito semelhante foi encontrado por Ferrari *et al.*,(2012) que observou uma menor higroscopicidade em pós de amora-preta nebulizadas com maiores concentrações de maltodextrina. Este resultado está associado ao fato de a maltodextrina ser um material com baixa higroscopicidade, reduzindo a capacidade de adsorção de água dos produtos desidratados em *spray-dryer*. Tonon *et al.*,(2009) estudando a influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó percebeu que a temperatura de secagem não exerce grande influência sobre a capacidade de adsorção de água do produto gerado, embora tenha havido diferença entre as temperaturas utilizadas, a variação entre os resultados foi muito pequena.

Embora tenha sido observada a significância da higroscopicidade e a influência das variáveis independentes sobre este parâmetro, não foi possível determinar um ponto ótimo, ou seja, uma condição de menor higroscopicidade, visto que a região com as menores higroscopicidades encontra-se fora do intervalo estudado.

**Figura 10** – Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) da variável higroscopicidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.





Fonte: o autor (2014)

#### Análise da variável resposta umidade

No estudo sobre as variáveis que possuem efeito sobre a umidade a Tabela 14 mostra que os efeitos lineares (L) e quadráticos (Q) do fator concentração de maltodextrina (%) são significativos a um grau de confiança de 95%. Temos ainda um efeito negativo da variável linear que indica que o aumento da concentração de maltodextrina diminui a umidade da polpa de acerola obtida por *spray-dryer*.

O modelo estatístico ajustado aos dados experimentais testados para a umidade da polpa de acerola obtida por *spray-dryer*, esta representado pela equação (16):

$$u = 35,05790 - 1,56597x_1 - 0,25216x_2 + 0,04011x_1^2 + 0,00075x_2^2 + 0,00125x_1 \cdot x_2 \quad (16)$$

Onde:  $u$  = umidade;  $x_1$  = concentração de maltodextrina (%);  $x_2$  = temperatura (°C).

**Tabela 14** - Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

Fator	Efeito estimado	Erro padrão	Grau de significância (p)
Maltodextrina (L)	-4,29	0,371	0,00741*
Maltodextrina (Q)	2,00	0,440	0,0448*
Temperatura (L)	-1,09	0,372	0,0990
Temperatura (Q)	0,600	0,445	0,310
Maltodextrina x Temperatura	0,249	0,526	0,682

\*Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

A análise (ANOVA) da variável umidade (Tabela 15) indica que este é um modelo representativo, pois, o  $F_{\text{calc.}} > F_{\text{tab.}}$ , a falta de ajuste não foi significativa e o valor da porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ) foi elevado.

**Tabela 15** - Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.

	SQ	GL	QM	$F_{\text{calc}}$	$F_{\text{tab}}(95\%,5,5)$	$R^2(\%)$
Regressão	45,62	5	9,125	50,35	5,05	98,05
Resíduo	0,9062	5	0,1812			
Falta de Ajuste	0,3532	3	0,1177	0,4258	19,16	
Erro puro	0,5530	2	0,2765			

Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

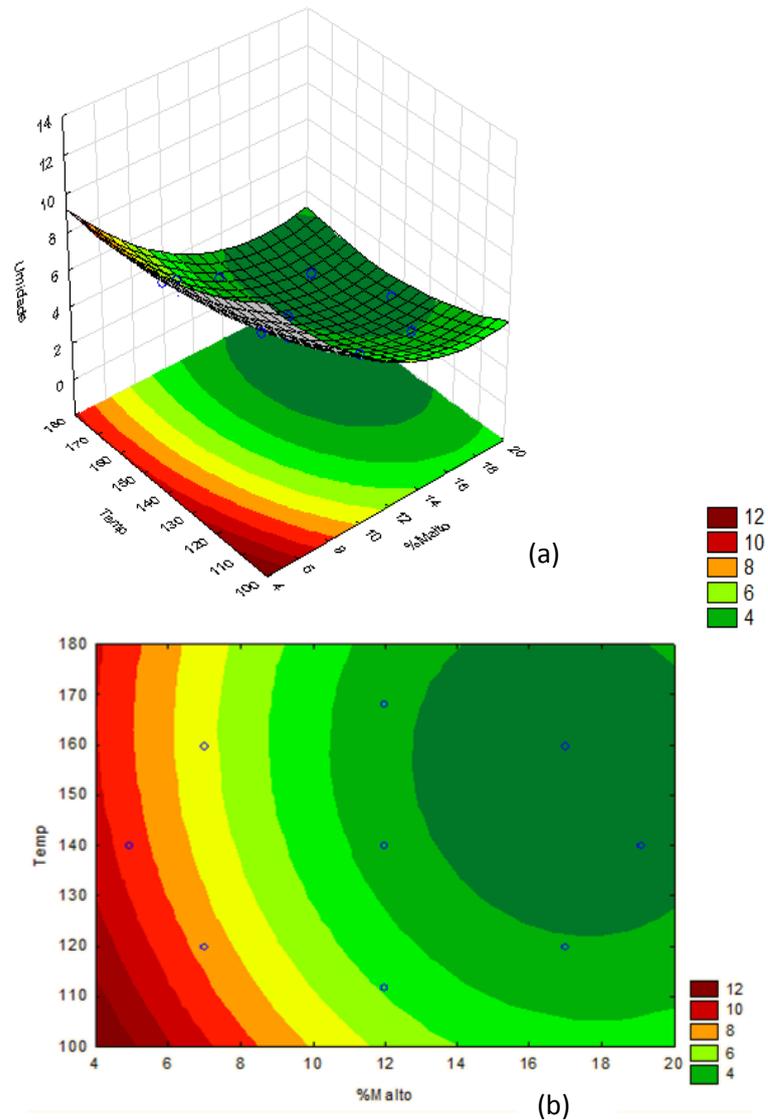
SQ = soma quadrática; GL = Grau de Liberdade; QM = Média Quadrática.

A partir da validação do modelo de regressão construiu-se a superfície de resposta e curva de contorno para a variável umidade, conforme apresentado na Figura 10, por meio da qual podemos verificar a ocorrência da diminuição da umidade do pó de acerola obtido por *spray-dryer* à medida que se há um aumento da concentração de maltodextrina, com uma tendência ao mesmo resultado quando se aumenta a temperatura do ar de secagem (Figura 11), segundo apresentado na Tabela 14. Ferrari *et al.*,(2012) também verificou que o aumento da temperatura do ar de secagem e da concentração de maltodextrina resulta na diminuição da umidade das amostras. Segundo Queket *al.*,(2007) em seu estudo sobre as propriedades físico-químicas do pó de melancia, a adição de maltodextrina aumenta o conteúdo de sólidos totais da mistura a ser alimentada no *spray-dryer*, reduzindo a quantidade de água a ser evaporada, o que acarreta na diminuição da umidade dos pós produzidos.

A Figura 11 (b) acima mostra claramente uma região de menor umidade na qual estão inseridos dois pontos dentre os 11 estudados no planejamento experimental, esta zona compreende valores de concentração de maltodextrina entre 12 e 20 % e temperaturas entre 125 e 180 °C.

A partir do ajuste dos dados do modelo de regressão para polpa de acerola em pó desidratada em *spray-dryer*, foi possível definir as melhores condições de secagem para a polpa de acerola para uma menor umidade. As condições ótimas para secagem em *spray-dryer* da polpa de acerola estão apresentadas na Tabela 16.

**Figura 11**– Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) da variável umidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em *spray-dryer*.



Fonte: o autor (2014)

**Tabela 16** - Parâmetros para secagem em *spray-dryer* da polpa de acerola em condições ótimas

Condições ótimas	
Maltodextrina (%)	17,1
Temperatura (°C)	154

## 5.2. Resultado do planejamento experimental da secagem em liofilizador

Os resultados do planejamento considerando as variáveis dependentes rendimento, higroscopicidade e umidade, para definir a condição ótima de trabalho no

liofilizador a partir das variáveis independentes concentração de maltodextrina (%) e tempo de liofilização (horas) são mostrados na Tabela 17.

**Tabela 17** - Valores de rendimento, higroscopicidade e umidade obtidos no planejamento experimental para secagem em liofilizador.

Ensaio	Variáveis independentes		Variáveis dependentes		
	Tempo de liofilização (horas)	Maltodextrina (%)	Rendimento (%)	Higroscopicidade (g/100g)	Umidade (%)
1	30	17	95,0	8,11	3,45
2	18	7	97,4	7,90	3,93
3	30	17	92,2	8,90	7,06
4	18	7	92,1	11,0	7,96
5	24	12	94,8	9,99	4,44
6	24	12	92,9	8,28	4,87
7	24	12	93,3	8,69	5,09
8	15,48	12	94,4	9,89	3,58
9	32,52	12	95,2	7,04	4,37
10	24	4,9	93,5	8,29	7,87
11	24	19,1	93,2	8,36	3,10

O processo de secagem por liofilização obteve elevados valores de rendimento, dentro da faixa de 92,1 % a 97,4 %. Enquanto a higroscopicidade da polpa de acerola em pó liofilizada apresentou valores entre 7,90 % e 11,0 %, sendo estes superiores as médias obtidas para a higroscopicidade do pó obtido por *spray-dryer*. Comportamento semelhante foi encontrado por Carparino *et al* (2012), em seu estudo sobre o efeito de diferentes métodos de secagem sobre as propriedades e microestrutura do pó de manga, no qual a higroscopicidade do pó obtido por liofilização foi superior ao submetido a secagem em *spray-dryer*, relatou ainda numa análise da microestrutura dos pós que poros externos foram desenvolvidos dentro dos poros internos de uma única partícula de pó de manga seca por liofilização, isto explica por que há uma maior porosidade do material seco por liofilização quando comparado com outros métodos de secagem. Esta maior porosidade pode proporcionar uma maior interação dos componentes do pó com as partículas de água, elevando sua capacidade de absorção e, conseqüentemente, maior higroscopicidade.

A determinação da umidade no pó da polpa de acerola obtida por liofilização gerou resultados da ordem de 3,10 a 7,96 %. Souza (2011) avaliando o efeito da liofilização sobre a qualidade do pó da polpa de cupuaçu encontrou teores de umidade de 7,35 %, valor

semelhante ao maior valor encontrado neste delineamento.

#### *Análise da variável resposta rendimento*

A Tabela 18 apresenta os valores correspondentes aos efeitos estimados para o rendimento da polpa de acerola em pó liofilizada, e o grau de significância (p) ao nível de 5 % de probabilidade.

**Tabela 18** - Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

Fator	Efeito estimado	Erro padrão	Grau de significância (p)
Tempo de Liof. (L)	-0,280	0,697	0,727
Tempo de Liof. (Q)	1,15	0,827	0,296
Maltodextrina (L)	1,91	0,697	0,111
Maltodextrina (Q)	-0,305	0,827	0,748
Tempo de Liof. X Maltodextrina	-1,21	0,988	0,346

Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

De acordo com análise dos efeitos das variáveis utilizadas para o rendimento da polpa de acerola em pó não podemos explicar este parâmetro pelas variáveis dependentes utilizadas visto que o efeito de nenhuma das variáveis foi significativo, nem nos quadráticos ou na interação dos fatores a um nível de confiança de 95 %.

A análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para o rendimento, mostrado na Tabela 19 revela que não há significância no modelo gerado, pois o valor do  $F_{cal}$  foi inferior ao do  $F_{tab}$ , a 95 % de confiança.

**Tabela 19** – Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para o rendimento do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

	SQ	GL	QM	$F_{calc}$	$F_{tab}$	$R^2(\%)$
Regressão	11,0244	5	2,20487	0,864877	5,05	46,37716
Resíduo	12,7467	5	2,549346			
Falta de Ajuste	10,7936	3	3,597855	3,684132	19,16	
Erro puro	1,9532	2	0,976582			

Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

SQ = soma quadrática; GL = Grau de Liberdade; QM = Média Quadrática.

A falta de ajuste do modelo gerado para o rendimento também não foi

significativa, já que  $F_{cal.} < F_{tab.}$ . Portanto, diante da falta de um modelo preditivo para o rendimento não foram geradas superfícies de resposta nem curvas de contorno para a variável independente estudada, visto que esta não pode ser explicada pelas variáveis dependentes analisadas.

#### *Análise da variável resposta higroscopicidade*

O efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador é mostrado na Tabela 20.

**Tabela 20** – Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

<b>Fator</b>	<b>Efeito estimado</b>	<b>Erro padrão</b>	<b>Grau de significância (p)</b>
Tempo de Liof. (L)	-1,48902	0,630025	0,141891
Tempo de Liof. (Q)	-0,23233	0,747260	0,785284
Maltodextrina (L)	-0,95150	0,630025	0,270063
Maltodextrina (Q)	-0,37281	0,747260	0,667318
Tempo de Liof. X Maltodextrina	1,17122	0,892815	0,319931

Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

Observa-se que a higroscopicidade não pode ser justificada pelas variáveis analisadas (tempo de liofilização e concentração de maltodextrina) visto que apresentaram grau de significância  $p > 0,05$  para todos os efeitos, ou seja, nenhuma das variáveis teve um efeito preditivo.

A Tabela 21 apresenta o modelo de regressão para a variável higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador gerado pelo Statística. Por meio dela é possível observar que a higroscopicidade obteve uma baixa porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ), além de  $F_{cal.} < F_{tab.}$ , indicando que o modelo de regressão gerado pelo Statística não foi significativo, impossibilitando que o gráfico de superfície de resposta e a curva de contorno fossem gerados.

**Tabela 21**– Análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a higroscopicidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

	SQ	GL	QM	F <sub>calc</sub>	F <sub>tab</sub>	R <sup>2</sup> (%)
Regressão	7,9179	5	1,583584	1,625301	5,05	61,90913
Resíduo	4,8717	5	0,974332			
Falta de Ajuste	3,2774	3	1,092475	1,370529	19,16	
Erro puro	1,5942	2	0,797119			

Significativo a 95% de confiança ( $p < 0,05$ ).

SQ = soma quadrática; GL = Grau de Liberdade; QM = Média Quadrática.

#### *Análise da variável resposta umidade*

A Tabela 22 mostra que o a concentração de maltodextrina (%) na polpa exerce efeito significativo sobre a umidade do pó de acerola gerado pelo processo de liofilização. A umidade mostrou-se preditiva a 90 %, que confere aos resultados maior valor estatístico devido o ganho de mais um ponto significativo.

**Tabela 22**– Efeito estimado, erro padrão e grau de significância estatística para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

Fator	Efeito estimado	Erro padrão	Grau de significância (p)
Tempo de Liof. (L)	-0,0634	0,230	0,809
Tempo de Liof. (Q)	-0,392	0,273	0,288
Maltodextrina (L)	-3,59	0,230	0,00410*
Maltodextrina (Q)	1,10	0,273	0,0560*
Tempo de Liof. X Maltodextrina	0,206	0,327	0,593

\* Significativo a 90% de confiança ( $p < 0,1$ ).

Os parâmetros lineares e quadráticos da concentração de maltodextrina apresentaram efeito significativo sobre a variável umidade (%), e ainda observa-se um efeito linear negativo do fator concentração de maltodextrina (%) sobre a umidade, ou seja, a medida que se aumenta a quantidade de adjuvante na polpa temos uma diminuição da umidade. Este fato se deve ao aumento de sólidos causado pela adição do adjuvante de secagem na solução a ser desidratada por liofilização restando, portanto, um menor teor de água livre a ser retirado pelo processo, o que conseqüentemente acaba gerando um produto com menor teor de umidade.

Os resultados mostrados na Tabela 23 para a análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão para a variável umidade indicam que este há uma significância ( $p < 0,1$ )

do modelo sobre a variável estudada, visto a superioridade do valor de  $F_{\text{calc}}$  sobre  $F_{\text{tab}}$ , a baixa falta de ajuste e a elevada porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ).

**Tabela 23**– Análise de variância (ANOVA) para a umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

	SQ	GL	QM	$F_{\text{calc}}$	$F_{\text{tab}}(90\%,5,5)$	$R^2(\%)$
Regressão	27,88	5	5,576	10,61	3,45	91,38
Resíduo	2,629	5	0,5257			
Falta de Ajuste	2,415	3	0,8051	7,545	9,16	
Erro puro	0,2134	2	0,1067			
Total	30,51	10				

Significativo a 90% de confiança ( $p < 0,1$ ).

O modelo estatístico ajustado aos dados experimentais testados para a umidade da polpa de acerola, esta representado pela equação 17:

$$u = 10,27762 + 0,21476x_1 - 0,97202x_2 - 0,00544x_1^2 + 0,02212x_2^2 + 0,00343x_1 \cdot x_2 \quad (17)$$

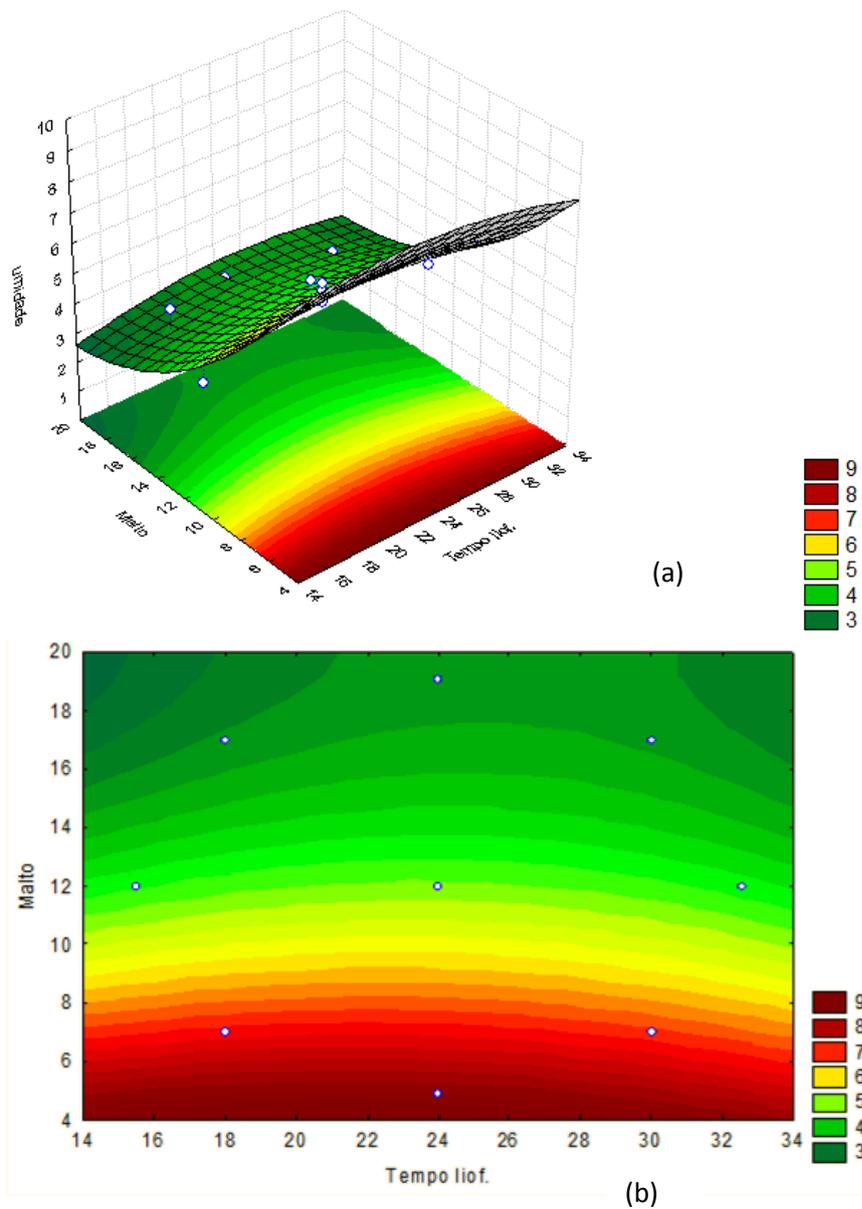
Onde:  $u$  = umidade (%);  $x_1$  = tempo de liofilização (h);  $x_2$  = concentração de maltodextrina (%).

Uma elevada porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ) para a umidade leva a avaliação do efeito das variáveis independentes sobre o pó obtido como produto final do processo. Com isso, gerou-se a Figura 12 que mostra a superfície de resposta e a curva de contorno da variável umidade do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.

Através da Figura 12 (a) é possível perceber que os menores teores de umidade são obtidos com maiores concentrações de maltodextrina na polpa de acerola, confirmando a análise dos efeitos conforme a Tabela 22. Contudo, observa-se por meio da Figura 12 (b) que não houve a formação de uma zona de menor umidade, ou seja, os pontos estudados no planejamento para uso do liofilizador fornecem valores que se encontram fora de uma região que irá gerar um pó com menor umidade.

Portanto, a análise estatística do planejamento não pôde gerar valores críticos para que pudessem ser utilizados como condições ótimas de trabalho. Desta forma, dentre os pontos da curva de contorno, escolheu-se o ensaio 11, cujos valores estão dispostos na Tabela 24, para se adotar como ponto ótimo do experimento, pois forneceu um pó com menor teor de umidade.

**Figura 12**– Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) da variável umidade (%) do pó da polpa de acerola obtido por secagem em liofilizador.



Fonte: o autor (2014)

**Tabela 24** - Parâmetros para secagem em liofilizador da polpa de acerola.

Condições de liofilização	
Maltodextrina (%)	19,1
Tempo de liofilização (horas)	24

### 5.3. Caracterização físico-química da polpa integral e polpas em pó.

A polpa integral foi analisada quanto aos parâmetros físico-químicos assim como as polpas em pó obtidas nas condições ótimas para cada processo. Os resultados obtidos para cada análise se encontram dispostos na Tabela 25, que traz a caracterização quanto ao pH, sólidos solúveis (°Brix), acidez, açúcares totais e redutores, umidade (%), teor de ácido ascórbico (mg de ácido Ascórbico/ 100g b.s) e ainda os parâmetros colorimétricos L\*, a\* e b\* e físicos de higroscopicidade, solubilidade e grau de *caking*.

**Tabela 25** - Caracterização físico-química da polpa integral e polpas em pó obtidas por aspersão (secador tipo *spray-dryer*) e por liofilização.

	<b>Polpa integral</b>	<b>Pó <i>spray-dryer</i></b>	<b>Pó liofilizado</b>
pH	3,44 <sup>c</sup> ± 0,005	3,83 <sup>a</sup> ± 0,021	3,47 <sup>b</sup> ± 0,005
SS(°Brix)	5,76 <sup>a</sup> ± 0,057	96,00 <sup>b</sup> ± 1,73	97,00 <sup>b</sup> ± 2,00
Acidez (% ác.cítrico)	0,638 <sup>a</sup> ± 0,050	2,64 <sup>b</sup> ± 0,101	2,74 <sup>b</sup> ± 0,061
Açúcar Redutor (%)	3,46 <sup>c</sup> ± 0,100	28,7 <sup>b</sup> ± 0,118	33,3 <sup>a</sup> ± 0,230
Açúcar Total (%)	4,12 <sup>c</sup> ± 0,296	36,0 <sup>b</sup> ± 0,138	46,2 <sup>a</sup> ± 0,230
Umidade (%)	92,43 <sup>a</sup> ± 0,195	2,10 <sup>c</sup> ± 0,221	2,70 <sup>b</sup> ± 0,038
AA (mg de ácido Ascórbico/100g b.s)	12256,56 <sup>a</sup> ± 323,0	2490,92 <sup>b</sup> ± 16,9	2448,24 <sup>b</sup> ± 29,0
L*	49,30 <sup>c</sup> ± 0,015	61,36 <sup>a</sup> ± 0,056	60,91 <sup>b</sup> ± 0,179
a*	15,46 <sup>a</sup> ± 0,036	0,20 <sup>b</sup> ± 0,015	-0,27 <sup>c</sup> ± 0,069
b*	36,43 <sup>a</sup> ± 0,040	10,96 <sup>c</sup> ± 0,010	12,92 <sup>b</sup> ± 0,307
Higroscopicidade (g/100g)	-	5,18 <sup>b</sup> ± 0,079	5,96 <sup>a</sup> ± 0,152
Grau de <i>Caking</i> (%)	-	3,67 <sup>a</sup> ± 1,56	14,12 <sup>a</sup> ± 9,10
Solubilidade (%)	-	94,88 <sup>a</sup> ± 0,839	94,08 <sup>a</sup> ± 0,735

-: variável não analisada. Médias seguidas por mesma letra, na mesma linha, não diferem estatisticamente entre si ( $p \geq 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

Todos os parâmetros avaliados na polpa integral sofreram variação após os métodos de secagem, diferindo estatisticamente a um nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey dos pós gerados pelos processos de aspersão (secador tipo *spray-dryer*) e liofilização. Estes por sua vez diferiam apenas quanto ao pH, açúcares totais e redutores, umidade, parâmetros colorimétricos e higroscopicidade.

#### 5.3.1. pH

A análise do pH da polpa de acerola integral apresentou o valor de 3,4, que encontrou-se de acordo com o exigido pela legislação brasileira no que se refere aos padrões

de identidade e qualidade para polpa de acerola de, no mínimo, 2,80 (BRASIL, 2000). A polpa em pó obtida em *spray-dryer* apresentou pH de 3,83, valor bem semelhante ao encontrado por Gomes (2002), de 3,82. Da mesma maneira, o produto gerado por liofilização apresentou pH de 3,47, sendo portanto, classificados como muito ácidos (pH<4,0) segundo Gava (2009), assim como a polpa integral e a obtida por aspensão. Observa-se que embora tenha havido diferença significativa ( $p \leq 0,05$ ) entre a polpa integral e os pós obtidos pelos diferentes métodos de secagem, este é um parâmetro de pequena variação.

### 5.3.2. Sólidos Solúveis

Os teores médios de sólidos solúveis para a polpa integral foram de 5,77 °Brix, valor que, segundo Maciel *et al.*, (2010) está dentro da média das polpas de acerolas do nordeste, que podem variar de 5 até um máximo de 12 °Brix. O processo de secagem aumentou o teor de sólidos da polpa de acerola em pó obtida em *spray-dryer* e por liofilização para, respectivamente, 96,00 e 97,00 °Brix, não havendo entre eles diferença significativa a um nível de 95 % de confiança. Comportamento semelhante foi encontrado por Oliveira (2011) em seu trabalho com sapoti liofilizado, no qual observou um aumento de sólidos de 15,67 para 65,50 °Brix em sapoti após a liofilização. O aumento dos sólidos nos produtos da secagem se deve a adição da maltodextrina como adjuvante de secagem na polpa assim como também da concentração dos constituintes provocadas pela retirada de água pelo processo de secagem. Segundo Chitarra e Chitarra (2005), o teor de sólidos solúveis totais é um importante fator de qualidade quanto ao sabor dos produtos, pois à medida que os teores de açúcares vão se acumulando, os teores sólidos solúveis totais aumentam.

### 5.3.3. Acidez Total

Avaliando a acidez total da polpa (0,63 % ácido cítrico), este parâmetro apresentou um nível abaixo do exigido pela legislação brasileira, que determina um mínimo de 0,8% de acidez total expressa em ácido cítrico na polpa de acerola (BRASIL, 2000). Temóteo *et al.*, (2012) em seu estudo sobre polpas comercializadas em Alagoas observou acidez de 0,94 % ácido cítrico para polpa de acerola, valores que estão de acordo com a legislação vigente e são superiores ao encontrado neste estudo. Notoriamente houve um

aumento da acidez das polpas em pó quando comparada a integral, também explicada pela concentração proporcionada pela desidratação. A polpa em pó obtida por *spray-dryer* apresentou acidez de 2,64 % ácido cítrico. Oliveira *et al*, (2006) observou para pitanga em pó obtida por mesmo processo, uma acidez de 0,737 % ácido cítrico, contudo houve uma redução da acidez total da pitanga em pó em relação à acidez da polpa integral (2,23 % ácido cítrico), comportamento este contrário ao observado neste estudo e semelhante ao observado por Oliveira (2012) que percebeu uma redução da acidez em decorrência adição do adjuvante de secagem para polpa de cajá obtida por liofilização que obteve acidez de 3,18 % de ácido cítrico, superior ao obtido para o a polpa de acerola em pó liofilizada neste trabalho (2,74% ácido cítrico).

#### 5.3.4. Açúcares Totais e Redutores

Os resultados mostraram haver diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os pós obtidos por aspersão em *spray-dryer* e liofilização. Houve acréscimo nos valores de açúcares totais para polpa em pó em relação à polpa integral, o que pode ser explicado em virtude da adição do adjuvante de secagem que contribui para elevação dos açúcares da amostra e concentração promovida pela retirada de água nos processos de secagem. O mesmo comportamento foi observado para os açúcares redutores. A polpa de acerola integral apresentou valores de açúcares totais e redutores de 4,12 e 3,46 %, respectivamente. Estes valores são superiores aos encontrados por Araújo (2013) para a polpa de acerola que foram de 2,88 e 1,44 % de açúcares totais e redutores, respectivamente. No entanto, comparado a outros frutos como a amora preta, a acerola apresenta teores inferiores de açúcar, visto que a amora possui teor de açúcares totais e redutores de 6,49 e 5,35 %, respectivamente, segundo encontrado por Ferrari *et al* (2012). O processo de secagem por aspersão em *spray-dryer* elevou os teores de açúcares totais e redutores para 36,0 e 28,7 %, respectivamente, enquanto a liofilização gerou um pó com quantidade de açúcares de 46,7 e 33,3 %. Estudos realizados para a acerola reportam níveis pouco superiores para o pó obtido em *spray-dryer* que são de 39,26 e 34,72 %, para açúcares totais e redutores segundo Moura (2010) e níveis inferiores de 25,81 e 19,72 % para o pó liofilizado segundo Araújo (2013).

Foi possível ainda observar que ao se comparar os pós obtidos por aspersão e liofilização, os teores de açúcares totais e redutores foram menores no pó obtido em *spray-dryer*. Tal fato pode estar relacionado às perdas do processo de aspersão. O processo de

secagem em *spray-dryer* apresenta alguns problemas operacionais que afetaram diretamente o rendimento como adesão do pó na parede da câmara de secagem e na tubulação do equipamento (NISH, *et al*, 2011). Esta adesão afeta não só o rendimento, mas pode causar também problemas operacionais e é justificada pela baixa temperatura de transição vítrea dos açúcares e ácidos de baixo peso molecular que com a temperatura da câmara de secagem tornam-se gomosas, gerando assim, diminuição do teor de açúcares que acabam aderindo às paredes do secador (OLIVEIRA, 2008).

### 5.3.5. Umidade

Os resultados da análise de umidade mostraram que a polpa de acerola é constituída principalmente de água, apresentando um teor de umidade de 92,43 %. Valores inferiores foram encontrados por Ferrari *et al*, (2012) para polpa de amora-preta (91,96 %) e por Gomes *et al*, (2002) que encontrou valor médio da umidade para polpa de acerola, de 90,97 %. No que concerne a umidade dos produtos em pó obtidos pelos diferentes métodos de secagem, foi identificado uma diferença estatística ( $p < 0,05$ ) entre as polpas obtidas em *spray-dryer* e por liofilização. O processo de secagem por aspersão gerou um pó com umidade de 2,10 %, valor bem abaixo do encontrado por Oliveira *et al*, (2006) que encontrou umidades de 8,12 e 7,64 % para pó de pitanga desidratada por *spray-dryer* e coletado da câmara de secagem e ciclone. Lancha *et al*, (2012) estudando a desidratação de polpa de pitanga e jabuticaba em *spray-dryer* obteve umidades que variaram de 1,08 a 2,62 % para pitanga e 1,81 a 3,64 % para a jabuticaba. O pó da polpa de acerola obtido por liofilização apresentou teor de umidade de 2,70 %, este valor é superior ao encontrado por Oliveira (2012) de 0,65 % para cajá em pó obtido por mesmo tipo de processo. Contudo, é bem inferior ao apresentado por Oliveira (2011) analisando sapoti liofilizado, cujo valor obtido para umidade foi de 12,30 %. Os resultados encontrados neste trabalho para a polpa de acerola em pó obtida por *spray-dryer* e liofilização encontram-se de acordo com o parâmetro de umidade exigido para produtos de frutas desidratados, estando ambos abaixo do limite máximo permitido de 25 % (BRASIL, 2005b).

Ainda relacionado à umidade, o processo de aspersão utilizando o secador tipo *spray-dryer* mostrou-se mais eficiente na retirada de água do produto e conseqüente formação de um pó com menor umidade, quando comparado ao método de liofilização. Comportamento contrário foi observado por Ormenese (2010) ao estudar a produção de farinha de banana por

diferentes métodos de secagem, observou que a liofilização gerou uma farinha com menor teor de umidade se comparada à obtida por *spray-dryer*, sendo os valores respectivos de 4,28 e 11,18%.

### 5.3.6. Teor de ácido ascórbico

O teor de ácido ascórbico na polpa integral foi 12256,56 mg de ácido ascórbico/ 100 g em base seca, diferindo das polpas desidratadas por aspersão (secador *spray-dryer*) e liofilização a um nível de confiança de 95 %. Embora tenha havido diferença entre o teor de ácido ascórbico da polpa integral e dos produtos em pó, não foi observado diferença estatística ( $p < 0,05$ ) entre os pós obtidos pelos diferentes métodos de desidratação. Dentre as possíveis razões para obtenção deste resultado temos que a rapidez do processo de secagem por aspersão pode compensar o uso de temperaturas elevadas e a liofilização pode promover uma possível oxidação visto que o material gerado é mais poroso, ficando mais exposto ao oxigênio, explicando a semelhança dos teores finais de ácido ascórbico obtidos nos pós.

A secagem em *spray-dryer* gerou um pó com teor de ácido ascórbico de 2490,92 mg de ácido ascórbico/ 100g em base seca; o que representa uma perda de 79,69 %, quando comparado a polpa integral. Tanaka (2007) em seu estudo sobre a influência da desidratação por *spray-dryer* sobre o teor de ácido ascórbico no suco de acerola verde observou que este tipo de processo gerou uma perda de 80,65 % sobre o teor de ácido ascórbico, valor semelhante ao obtido neste estudo. O processo de liofilização gerou um pó com teor de ácido ascórbico de 2448,24 mg de ácido ascórbico/ 100 g em base seca, isso representa um perda de 80,03 %. Marques (2008) afirma que o teor de umidade residual influencia a perda de vitamina C de maneira que produtos desidratados com menores teores de umidade apresentam menores taxas de reação degradativa do ácido ascórbico, assim, tendo a liofilização gerado um produto com maior umidade obteve também maior perda percentual desta vitamina.

Embora os processos de secagem tenham provocado perdas elevadas no teor de ácido ascórbico, os produtos finais ainda se caracterizam como boa fonte de vitamina C visto a dose recomendada de ingestão diária recomendada (IDR) para um adulto saudável exigida pela legislação brasileira de 45 mg (BRASIL, 2005a).

### 5.3.7. Análise de cor

A diferença entre a coloração dos produtos pode ser visualizada na Figura 13, na qual é perceptível visualmente a existência de uma alteração na cor provocada pelo processamento da polpa integral e pela influência do tipo de processo sobre os parâmetros colorimétricos dos pós.

**Figura 13-** Diferença colorimétrica entre a polpa de acerola integral e em pó obtida por diferentes métodos de secagem. (a) Polpa de acerola integral descongelada; (b) pó da polpa de acerola obtida em *spray-dryer*; (c) pó da polpa de acerola obtida por liofilização.



Fonte: o autor (2014)

A análise colorimétrica revelou que os resultados encontrados para luminosidade ( $L^*$ ) diferem estatisticamente dos produtos avaliados a um nível de confiança de 95 %. A polpa de acerola integral apresentou luminosidade de 49,30, enquanto o pó obtido em *spray-dryer* 61,36 e por liofilização 60,91, havendo, portanto, um aumento de  $L^*$  com a secagem da polpa. Este comportamento pode ser atribuído à adição do adjuvante de secagem que, segundo Ferrari *et al* (2012), dilui os pigmentos presentes na fruta, uma vez que a maltodextrina possui coloração branca e, desse modo, irá alterar a coloração, tornando-a mais clara.

A coordenada  $a^*$ , estabelece valores que caracterizam a região de coloração do vermelho ( $+a^*$ ) ao verde ( $-a^*$ ). A polpa de acerola apresentou valores médios para  $a^*$  de 15,46 enquanto a polpa de acerola em pó obtida em *spray-dryer* foi de 0,20, e por liofilização -0,27, diferindo estatisticamente pelo teste de Tukey a 5% de significância. Nota-se que houve uma redução deste parâmetro nas amostras avaliadas, o que já era esperado devido a adição de maltodextrina, no entanto, entre os pós ocorreu uma maior tendência a coloração vermelha naquele obtido em *spray-dryer*. Tal fato pode ser explicado devido ao aumento da

temperatura provocar um aumento da tonalidade vermelha, conforme verificado por Tonon *et al.*, (2012) em seu estudo com açaí em pó.

No caso do parâmetro  $b^*$  as amostras de acerola apresentam diferença estatística pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade, apresentando uma diminuição desta coordenada para as polpas de acerola em pó quando comparadas a integral, o que mostra uma redução da coloração amarela com a intensificação da coloração azul. A polpa de acerola integral utilizada neste experimento caracterizou-se por obter uma coloração mais amarelada apresentando valor de  $b^*$  de 36,43. O pó obtido por aspersão em *spray-dryer* obteve menor valor de  $b^*$  (10,96) revelando-se como o processo que provoca maior perda da coloração amarela. A liofilização gerou um pó com maior valor de  $b^*$  (12,92), mostrando-se mais eficiente na manutenção da cor da polpa integral utilizada para gerar o pó. Efeito semelhante foi observado por Caparino *et al.*, (2012) para pó de manga obtido por diferentes processos, na qual a desidratação por liofilização gerou maiores valores de  $b^*$ , quando comparado ao *spray-dryer*, com resultados respectivos de 40,99 e 36,64.

### 5.3.8. Higroscopicidade

As análises de higroscopicidade, grau de *caking* e solubilidade são aplicadas apenas para produtos em pó. Com isso os resultados correspondentes a higroscopicidade mostraram que houve diferença estatística a um nível de 95 % de confiança pelo teste de Tukey entre o pó obtido pelo processo de liofilização que apresentou valores de 5,96 g/100g e o resultado encontrado para secagem por aspersão em *spray-dryer* que apresentou higroscopicidade de 5,18 g/100g. A polpa de acerola desidratada por ambos processos empregados nesta pesquisa mostrou-se mais higroscópica que o tomate em pó obtido por *spray-dryer* por Goula e Adamopoulos (2008), que apresentou higroscopicidade de 0,2 g/100g. Segundo Tonon (2008), uma higroscopicidade maior pode ser observada em pós com menor umidade, devido à diferença do gradiente de concentração de água entre o produto e o ambiente, contudo este comportamento não foi verificado nos resultados obtidos, que mostram uma maior higroscopicidade no pó desidratado por liofilização cujo valor de umidade foi mais elevado. De acordo com Carlos *et al* (2005), uma maior higroscopicidade pode ser observada em produtos liofilizados, pois, durante a liofilização de sucos e extratos de frutas, são obtidos produtos com altos teores de açúcares amorfos e este estado favorece a alta higroscopicidade encontrada em pós liofilizados instantâneos.

### 5.3.9. Grau de *caking*

Uma alta higroscopicidade promove o fenômeno definido com *caking*, uma aglomeração que ocorre em alimentos desidratados em pó. Este efeito é atribuído a absorção de água na superfície das partículas, formando uma solução saturada e tornando assim as partículas pegajosas e capazes de formar pontes de hidrogênio, causando o fenômeno de *caking* (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008). Os resultados obtidos para esta variável mostraram que não houve diferença significativa entre os pós obtidos em *spray-dryer* e por liofilização, a um nível de confiança de 95 %. O grau de *caking* da acerola em pó obtida por aspersão apresentou valor de 3,67 %, inferior ao encontrado por Goula e Adamopoulos, (2008), que obteve valores acima de 8 %. Já o valor obtido para o pó de acerola gerado por liofilização foi de 14,12 %. Ambos se encontram dentro do desejável de até 34% para pós alimentícios, conforme descrito por Jaya e Das (2004).

### 5.9.10. Solubilidade

Referindo-se a solubilidade, a análise revelou não haver diferença estatística entre os pós de acerola obtidos pelos diferentes métodos de secagem a um nível de significância de 95 %. Caparino *et al*, (2012) em seu estudo para o pó de manga encontrou que a secagem em *spray-dryer* produziu um pó com maior solubilidade que o obtido por liofilização, possivelmente devido ao aumento da superfície de contato e a adição de maltodextrina, que é um material que serve como agente de revestimento, criando uma crosta nas partículas, desenvolvida durante pulverização de secagem, resultando num produto que é altamente solúvel. Os resultados encontrados pelo autor mencionado foram 95,31 % de solubilidade para o pó obtido por *spray-dryer* e 89,70 % para aquele obtido por liofilização. Para o pó de acerola, obtido nesta pesquisa, os respectivos processos de aspersão e liofilização geraram pós com 94,88 e 94,08 % de solubilidade, a elevada solubilidade do pó obtido por liofilização pode estar relacionada ao processo de congelamento e aplicação de vácuo, que podem ter rompido a estrutura da célula fazendo com que maiores quantidades de sólidos fossem dissolvidos para tornar-se parte do sobrenadante.

#### 5.4. Estabilidade físico-química da polpa de acerola em pó

As amostras da polpa de acerola em pó obtidas por aspersão em *spray-dryer* e por liofilização foram distribuídas em três tipos de embalagem: plástica transparente (A), laminada (B) e laminada sob vácuo (C); posteriormente armazenadas por um período de 90 dias a temperatura ambiente ( $28^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ). O armazenamento e a embalagem são importantes fatores que afetam a vida de um produto seco. Geralmente, o armazenamento do produto seco é realizado a temperatura ambiente e umidade relativa de 55 – 70 %. A embalagem deve ter barreira à umidade e ser capaz de impedir a transferência de oxigênio para o produto, que deve ter seus atributos de qualidade monitorados e avaliados para garantia da segurança e aceitação (JANGAN *et al*, 2010).

As amostras mantiveram-se na forma de pó, sem muitas alterações na textura por todo período de armazenamento, o que permitiu a realização das análises que constituíram a caracterização da estabilidade do pó que serão mostradas a seguir, sendo cada atributo de qualidade avaliado em intervalos de 15 dias.

##### 5.4.1. Umidade

Os resultados referentes à média das umidades dos pós durante os dias de armazenagem estão descritos na Tabela 26, e revelam a avaliação referente aos pós obtidos por diferentes processos e o comportamento da variável estudada ao longo dos dias sob diferentes tipos de embalagens.

No tempo de quinze dias de armazenagem não houve diferença estatística entre os pós obtidos pelos diferentes processos de desidratação assim como não houve distinção entre a umidade dos pós armazenados nas diferentes embalagens, a um nível de confiança de 95%. Avaliando cada período de armazenamento, verificou-se que a 30 e 45 dias os pós obtidos por aspersão e liofilização não diferem entre si significativamente ( $p < 0,05$ ) quando acondicionados em embalagens laminas com e sem vácuo, embalagens B e C, respectivamente. Nos períodos de armazenamento 30 e 75 dias, a umidade do pó da polpa de acerola liofilizada armazenada em embalagem transparente (embalagem A) plástica mostrou-se maior que a obtida em *spray-dryer*.

**Tabela 26** – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável umidade (%).

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	2,10 <sup>b,E</sup> ± 0,22	2,10 <sup>b,BC</sup> ± 0,22	2,10 <sup>b,C</sup> ± 0,22	2,70 <sup>a,E</sup> ± 0,04	2,70 <sup>a,A</sup> ± 0,04	2,70 <sup>a,A</sup> ± 0,04
15	2,71 <sup>a,F</sup> ± 0,04	2,30 <sup>a,AB</sup> ± 0,22	1,93 <sup>a,A</sup> ± 0,09	3,22 <sup>a,DE</sup> ± 0,52	2,15 <sup>a,AB</sup> ± 0,11	2,76 <sup>a,A</sup> ± 1,06
30	3,10 <sup>b,F</sup> ± 0,08	1,84 <sup>c,BC</sup> ± 0,26	2,02 <sup>c,C</sup> ± 0,13	3,74 <sup>a,D</sup> ± 0,07	2,01 <sup>c,B</sup> ± 0,28	2,12 <sup>c,A</sup> ± 0,36
45	4,11 <sup>a,D</sup> ± 0,35	2,10 <sup>b,BC</sup> ± 0,24	2,24 <sup>b,C</sup> ± 0,19	4,48 <sup>a,B</sup> ± 0,07	2,41 <sup>b,AB</sup> ± 0,05	1,97 <sup>b,A</sup> ± 0,12
60	5,70 <sup>c,B</sup> ± 0,07	2,98 <sup>a,A</sup> ± 0,11	1,10 <sup>b,BC</sup> ± 0,23	5,24 <sup>c,A</sup> ± 0,19	2,30 <sup>d,AB</sup> ± 0,10	1,98 <sup>d,A</sup> ± 0,27
75	4,98 <sup>b,C</sup> ± 0,05	1,49 <sup>d,C</sup> ± 0,02	1,11 <sup>d,B</sup> ± 0,12	6,61 <sup>a,C</sup> ± 0,13	2,51 <sup>c,AB</sup> ± 0,27	2,61 <sup>c,A</sup> ± 0,13
90	6,27 <sup>a,A</sup> ± 0,15	1,55 <sup>bc,BC</sup> ± 0,55	1,53 <sup>c,AB</sup> ± 0,07	6,87 <sup>a,C</sup> ± 0,20	2,29 <sup>bc,AB</sup> ± 0,41	2,36 <sup>b,A</sup> ± 0,14

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

Analisando o dia de armazenagem 60 observou-se uma diferença estatística significativa ( $p < 0,05$ ) entre o pó obtido em *spray-dryer* armazenado sob diferentes embalagens, diferindo entre cada uma delas. Ainda foi encontrado que o pó obtido por liofilização não distingue quanto às embalagens (B) e (C), contudo estas se apresentam com teores de umidade superiores as demais embalagens utilizadas para o pó obtido pelo processo de aspersão.

Avaliando individualmente as embalagens, notou-se que para o pó de acerola obtido por aspersão em *spray-dryer* armazenado em embalagem plástica transparente não apresentou diferença estatística significativa ( $p < 0,05$ ) para a umidade durante o período de armazenagem estudado, no qual se percebeu um aumento da umidade de 2,10 % no dia 0 para 6,27 %, ao final de 90 dias de armazenamento havendo diferenciação estatística significativa pelo teste de Tukey a 95 % de confiança para cada período analisado.

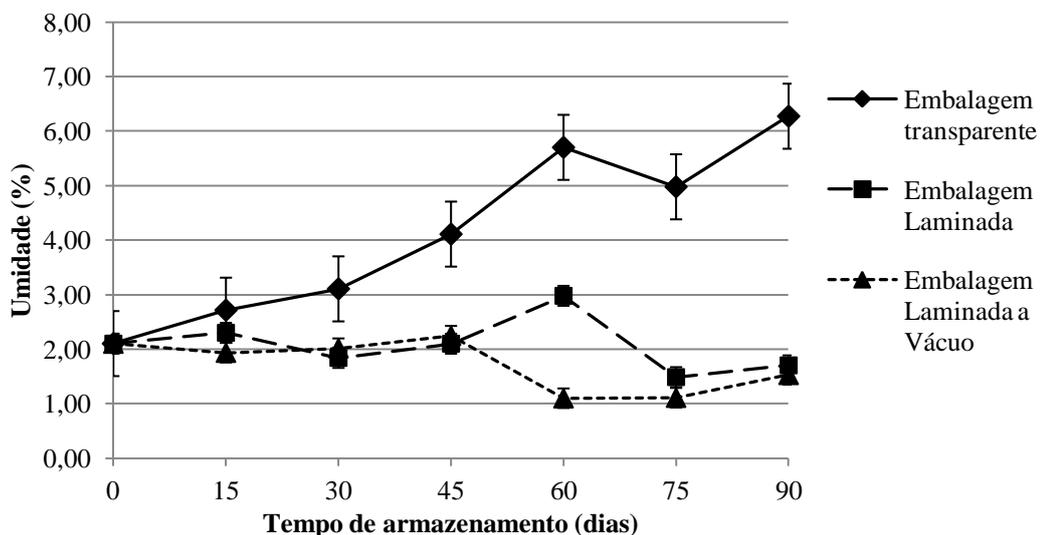
O mesmo pó quando armazenado em embalagem laminada sem vácuo apresentou diferença significativa para a umidade entre os dias 60 e 75, com valores respectivos de 2,98 e 1,10 %. Endo *et al* (2007), observaram um aumento de umidade em pós de acerola armazenados em embalagem de polietileno laminada, mostrando que embora a permeabilidade da mesma seja baixa e recomendada pela literatura para uso em alimentos

desidratados, a soldagem da mesma é difícil e pode comprometer a hermeticidade da embalagem, permitindo alguma absorção de água durante o armazenamento.

A polpa de acerola em pó obtida por *spray-dryer* e armazenada em embalagem laminada, sob vácuo, diferiu a umidade do produto a um nível de confiança de 95 % entre os dias 0, 30, 45 e 60, encontrando-se os valores de umidade entre 1,93 e 2,24 %. Ao final de 90 dias de armazenamento o teor de umidade final do pó armazenado na embalagem (C) não diferiu significativamente ( $p < 0,05$ ) do armazenado por 15 dias, indicando que a condição de embalagem empregada desempenhou boa barreira a vapor de água, auxiliando a estabilidade do produto final.

O comportamento da umidade do pó obtido em *spray-dryer* de acordo com as embalagens empregadas é mostrado no Gráfico 1, e revela que se um aumento mais elevado da umidade na embalagem transparente, tornando notório que esta não possui boa barreira a vapor de gases. As embalagens laminadas com e sem vácuo mostraram uma tendência a manter os níveis de umidade do pó embora tenha havido ponto de aumento e diminuição da variável os pontos iniciais e finais estão em nível semelhante.

**Gráfico 1**– Comportamento da variável umidade do pó de polpa de acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



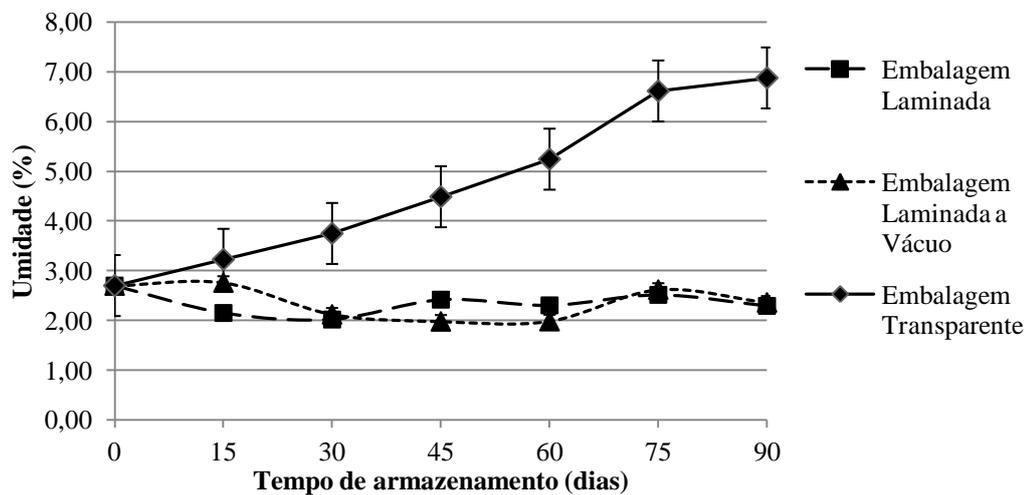
Fonte: o autor (2014)

No que concerne à polpa de acerola em pó obtida por liofilização, o produto armazenado nas embalagens laminadas com vácuo (C), não variou significativamente ( $p < 0,05$ ) quanto à umidade dos produtos durante o período armazenado. Aquelas

armazenadas em embalagem plástica transparente (A) mostraram visível aumento durante o período analisado. Tal comportamento pode ser verificado no Gráfico 2.

O gráfico confirma o comportamento mostrado na Tabela 26, no qual se tem um ganho de umidade maior no pó armazenado em embalagem plástica transparente, com uma similaridade nas geradas pelo produto acondicionado em embalagem laminada sem vácuo e com vácuo. Menezes *et al* (2009) em seu estudo sobre acerola verde liofilizada também verificou aumento significativo do teor de umidade do pó após 90 dias de armazenagem em comparação ao inicial.

**Gráfico 2**– Comportamento da variável umidade do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

#### 5.4.2. Higroscopicidade

A Tabela 27 traz os dados referentes à estabilidade da polpa de acerola em pó desidratada pelos métodos de aspersão e liofilização, armazenada em diferentes embalagens para a variável higroscopicidade.

Os resultados mostraram haver uma maior higroscopicidade relacionada ao pó obtido por liofilização, o qual não apresentou distinção ( $p < 0,05$ ) entre a armazenagem em diferentes embalagens no tempo de armazenamento de 15 dias.

No tempo 90 dias de armazenamento os produtos em pó obtidos tanto por liofilização como por aspersão, acondicionados em embalagem laminada (B) e embalagem laminada a vácuo (C) não diferiram entre si a um nível de 95% de confiança.

**Tabela 27**– Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável higroscopicidade (g/100g).

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	5,18 <sup>b,A</sup> ± 0,08	5,18 <sup>b,B</sup> ± 0,08	5,18 <sup>b,B</sup> ± 0,08	5,96 <sup>a,A</sup> ± 0,15	5,96 <sup>a,A</sup> ± 0,15	5,96 <sup>a,A</sup> ± 0,15
15	2,94 <sup>b,B</sup> ± 0,25	3,08 <sup>ba,C</sup> ± 0,34	3,75 <sup>a,CDE</sup> ± 0,25	4,55 <sup>c,B</sup> ± 0,19	5,25 <sup>c,ABC</sup> ± 0,27	5,07 <sup>c,BC</sup> ± 0,35
30	2,96 <sup>c,B</sup> ± 0,36	2,99 <sup>c,C</sup> ± 0,44	3,47 <sup>cb,DE</sup> ± 0,53	3,24 <sup>cb,C</sup> ± 0,69	5,17 <sup>a,ABC</sup> ± 0,53	4,78 <sup>ba,BC</sup> ± 1,01
45	3,01 <sup>b,B</sup> ± 0,27	2,85 <sup>c,C</sup> ± 0,12	3,05 <sup>b,E</sup> ± 0,11	3,27 <sup>b,C</sup> ± 0,24	4,69 <sup>a,BC</sup> ± 0,31	4,57 <sup>a,C</sup> ± 0,21
60	4,46 <sup>c,A</sup> ± 0,57	5,11 <sup>c,B</sup> ± 0,36	7,22 <sup>a,A</sup> ± 0,79	2,32 <sup>b,D</sup> ± 0,16	4,23 <sup>c,C</sup> ± 0,25	4,22 <sup>c,C</sup> ± 0,32
75	3,26 <sup>b,B</sup> ± 0,15	4,14 <sup>d,A</sup> ± 0,07	4,35 <sup>d,ABC</sup> ± 0,31	1,97 <sup>c,D</sup> ± 0,11	4,53 <sup>d,BC</sup> ± 0,13	6,83 <sup>a,A</sup> ± 0,28
90	3,39 <sup>a,B</sup> ± 0,16	4,55 <sup>c,AB</sup> ± 0,57	4,84 <sup>c,BC</sup> ± 0,22	1,73 <sup>b,D</sup> ± 0,02	5,15 <sup>c,ABC</sup> ± 0,58	5,25 <sup>c,BC</sup> ± 0,50

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

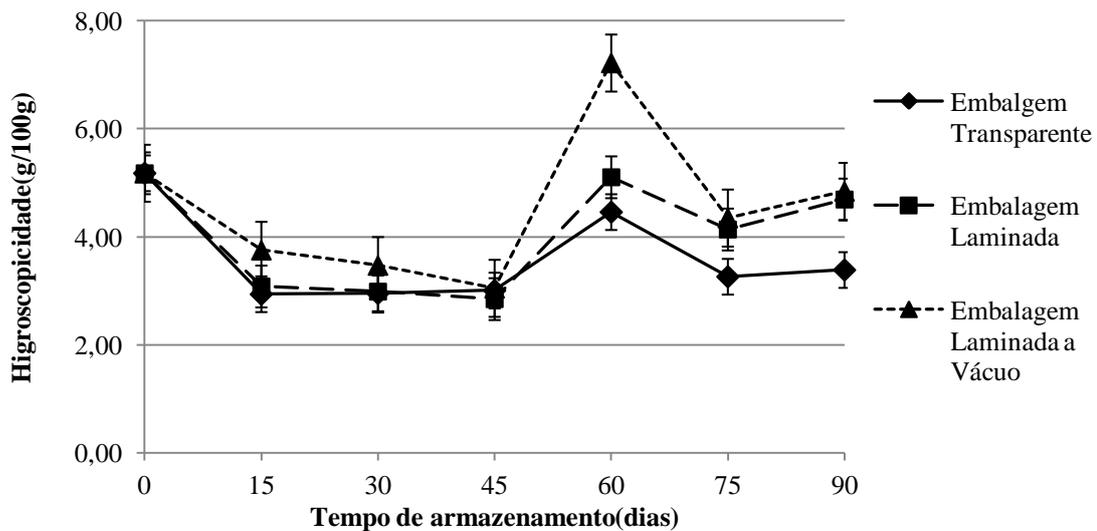
Ao longo do período de armazenamento a higroscopicidade variou ( $p < 0,05$ ) nos pós obtidos por liofilização e aspersão acondicionados nas diferentes embalagens, de modo que nenhuma das embalagens estudadas foram capazes de evitar uma variação na higroscopicidade do pó de acerola.

O comportamento da higroscopicidade para o pó obtido em *spray-dryer* acondicionado nas diferentes embalagens estudadas é mostrado no Gráfico 3. Por meio deste, notou-se uma menor higroscopicidade nos pós obtidos em *spray-dryer* acondicionados em embalagem transparente (A), enquanto a embalagem laminada a vácuo (C) apresentou maiores higroscopicidades. Este fato pode estar relacionado com a maior umidade apresentada pelo pó da embalagem (A) ao longo do armazenamento estudado, pois com uma maior umidade menos sítios estariam disponíveis para se ligar a moléculas de água do ambiente, utilizado para a análise de higroscopicidade.

Tonon *et al* (2009), afirmou que pós com umidades mais baixas tem maior facilidade em adsorver água, ou seja, são mais higroscópicos, o que está relacionado ao maior

gradiente de concentração de água existente entre o produto e o ambiente. Comportamento confirmado, nas retas geradas no Gráfico 3, que apresentou no pó acondicionado em embalagem laminada a vácuo uma maior higroscopicidade, visto que possuía uma menor umidade. Ainda foi possível perceber que as retas dos pós acondicionados nas diferentes embalagens ficaram em níveis bem próximos.

**Gráfico 3**– Comportamento higroscópico do pó de polpa de acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.

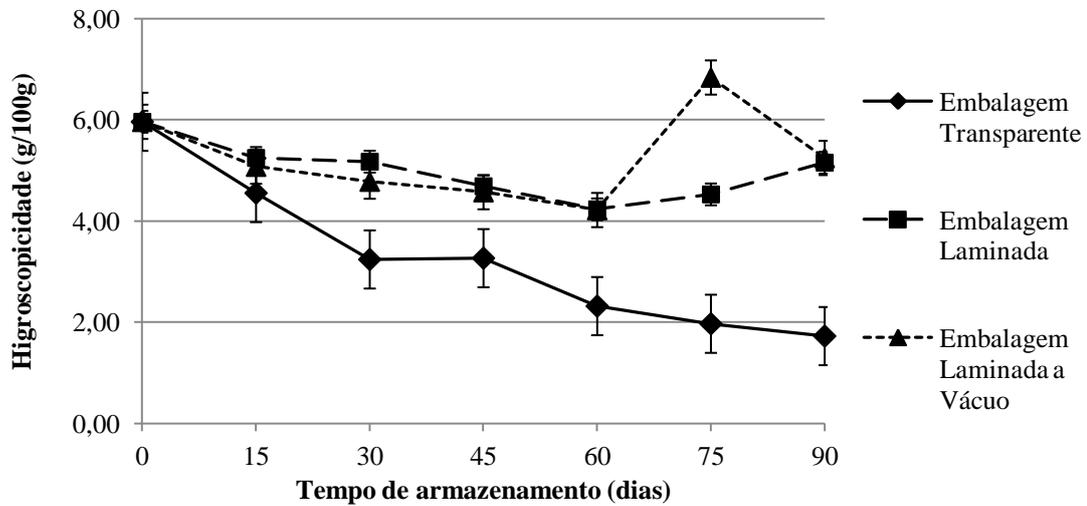


Fonte: o autor (2014)

Semelhante ao comportamento da higroscopicidade para o pó obtido em *spray-dryer*, as retas geradas para o pó obtido por liofilização armazenado nas embalagens laminada com e sem vácuo, respectivamente embalagens (B) e (C), apresentam valores e comportamento bem próximos. Uma menor capacidade de absorção de água foi observada no pó acondicionado em embalagem plástica transparente (A) decorrente de uma maior umidade apresentada por este pó em função do tempo de armazenamento estudado. Estes comportamentos foram verificados conforme mostrado no Gráfico 4.

Um pico de maior higroscopicidade foi observado no pó da embalagem laminada a vácuo (C) no dia 60, provavelmente decorrente de um erro experimental que pode ter sido provocado por perda de vácuo decorrente de uma selagem mal realizada, visto que se diferencia dos demais pontos analisados.

**Gráfico 4**– Comportamento higroscópico do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

#### 5.4.3. Grau de caking

No estudo da aglomeração do pó (grau de *caking*) durante o armazenamento da polpa de acerola em três embalagens distintas que houve variação significativa ( $p < 0,05$ ) do grau de *caking* nas embalagens utilizadas tanto para o pó obtido por aspersão em *spray-dryer* como para o obtido por liofilização, como mostra a Tabela 28. Apenas a polpa de acerola em pó liofilizada e armazenada em embalagem laminada (B) que não apresentou variação do grau de *caking* durante o período de armazenamento estudado.

Os resultados encontrados para o grau de *caking* mostraram valores mais elevados para o pó da polpa de acerola obtida em *spray-dryer* quando comparado ao obtido por liofilização. Comportamento contrário era esperado, pois segundo Carlos *et al* (2005), os pós de frutas obtidos por processo de liofilização são caracterizados pela alta higroscopicidade e *caking* devido o estado amorfo desses pós. Segundo Downton *et al* (1982), a aglutinação (*caking*) em alimentos em pó desidratado com alta concentração de açúcar pode ser atribuído a absorção de umidade. A progressiva absorção de água promove a mobilidade das moléculas de açúcar no estado amorfo, favorecendo a cristalização das mesmas, com simultânea liberação de água e formação de pontes líquidas entre as partículas, dando origem a aglomerados que, com o tempo de armazenamento, perdem água, formando pontes sólidas e aglomerados rígidos (ENDO *et al*, 2007).

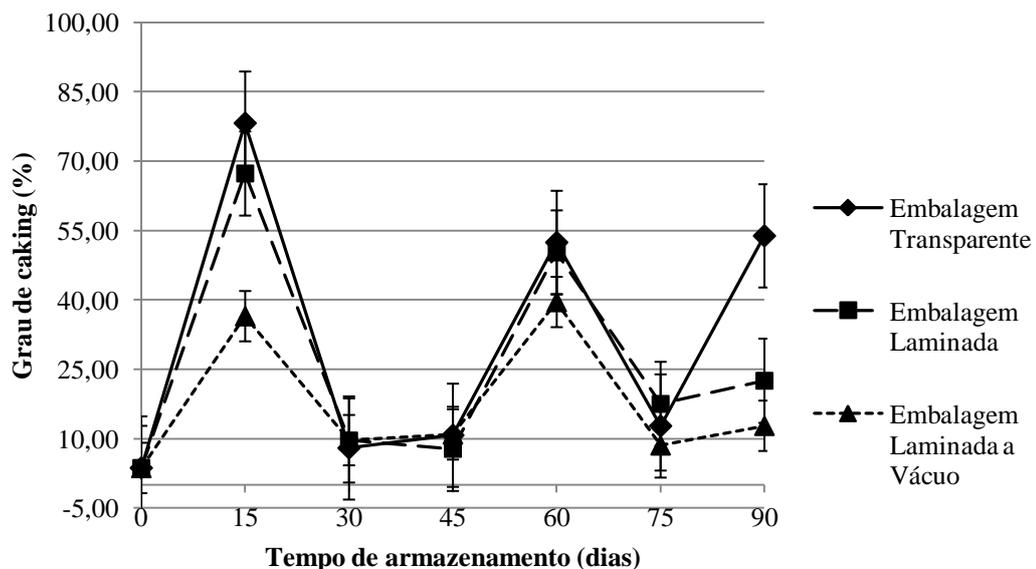
**Tabela 28** – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável grau de *caking* (%).

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	3,67 <sup>a,C</sup> ± 1,56	3,67 <sup>a,A</sup> ± 1,56	3,67 <sup>a,A</sup> ± 1,56	14,12 <sup>a,ABC</sup> ± 9,10	14,12 <sup>a,A</sup> ± 9,10	14,12 <sup>a,AB</sup> ± 9,10
15	78,22 <sup>a,A</sup> ± 3,91	67,34 <sup>a,B</sup> ± 13,93	36,48 <sup>b,B</sup> ± 9,59	22,07 <sup>bc,A</sup> ± 7,22	4,92 <sup>c,A</sup> ± 4,06	1,07 <sup>c,B</sup> ± 0,07
30	7,99 <sup>ac,C</sup> ± 3,00	9,61 <sup>c,A</sup> ± 2,68	9,68 <sup>c,A</sup> ± 0,71	3,88 <sup>cb,C</sup> ± 1,66	1,36 <sup>b,A</sup> ± 0,54	2,75 <sup>ba,B</sup> ± 2,78
45	10,73 <sup>a,C</sup> ± 4,85	7,79 <sup>ab,A</sup> ± 2,35	10,92 <sup>a,A</sup> ± 1,40	3,95 <sup>b,BC</sup> ± 0,95	3,27 <sup>b,A</sup> ± 1,03	2,47 <sup>b,B</sup> ± 1,53
60	52,44 <sup>a,B</sup> ± 8,17	50,26 <sup>a,B</sup> ± 8,40	39,55 <sup>a,B</sup> ± 13,37	6,82 <sup>b,BC</sup> ± 4,28	11,91 <sup>b,A</sup> ± 6,45	5,58 <sup>b,B</sup> ± 4,45
75	12,74 <sup>a,C</sup> ± 2,35	17,52 <sup>a,A</sup> ± 8,88	8,55 <sup>a,A</sup> ± 4,00	18,08 <sup>a,AB</sup> ± 3,11	11,51 <sup>a,A</sup> ± 3,18	25,44 <sup>a,A</sup> ± 10,93
90	53,85 <sup>a,B</sup> ± 11,88	18,24 <sup>b,A</sup> ± 2,70	12,78 <sup>b,A</sup> ± 3,82	15,67 <sup>b,ABC</sup> ± 3,79	7,29 <sup>b,A</sup> ± 5,21	9,37 <sup>b,AB</sup> ± 10,39

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

O comportamento da variável grau de *caking* para o pó de acerola obtido em *spray-dryer* no tempo de armazenamento, conforme Gráfico 5, mostrou padrão semelhante entre retas das embalagens estudadas, dentre as quais a embalagem transparente (A) promoveu maior grau de *caking*, enquanto menores valores foram obtidos no pó acondicionado em embalagem laminada a vácuo. Tal comportamento pode ser explicado pelo fato de a embalagem transparente (A) ter apresentado maiores valores de umidade.

**Gráfico 5**– Comportamento do grau de *caking* do pó de polpa de acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.

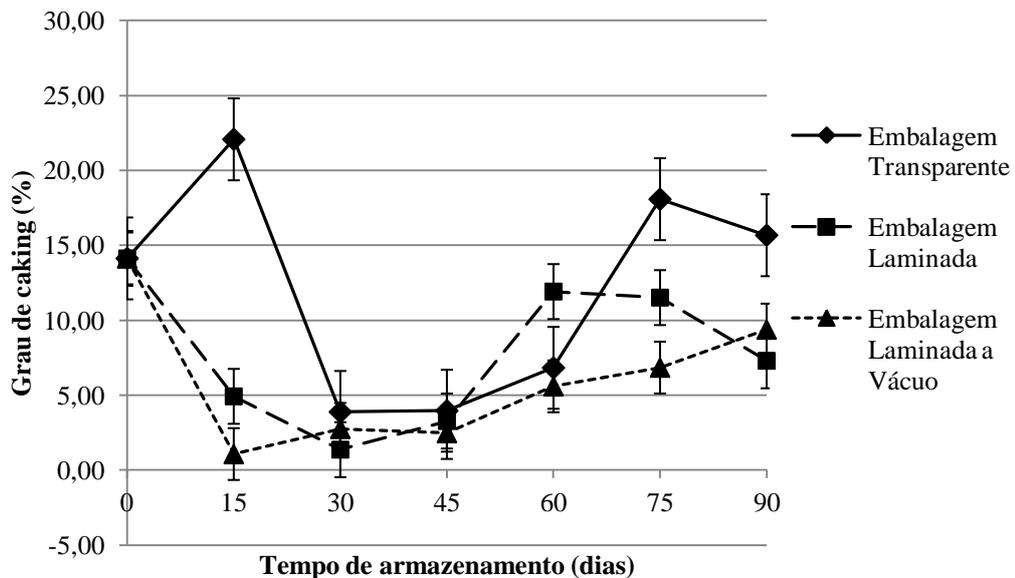


Fonte: o autor (2014)

Para o pó de acerola obtido por liofilização a avaliação do grau de *caking* não mostrou um comportamento similar nas entre as embalagens utilizadas. Através do Gráfico 6

é possível verificar que de uma maneira geral a embalagem transparente (A) proporcionou ao pó maior grau de *caking*, de maneira contrária a embalagem laminada a vácuo (C) deteve os menores valores da variável estudada.

**Gráfico 6**– Comportamento do grau de *caking* do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

Algumas variações foram observadas nos resultados do grau de *caking* dos pós obtidos tanto por liofilização como por aspensão, apresentando picos diferenciados e pontos de declínio. Estes resultados podem ser decorrentes de erro experimental ocasionado por alterações que ocorreram na manutenção da temperatura da estufa, por exemplo, ou mesmo por erros causados pela inadequação da própria metodologia escolhida.

#### 5.4.4. Solubilidade

Avaliando a solubilidade dos pós durante o armazenamento foi verificado por meio da Tabela 29 que esta é uma variável que não apresentou grandes mudanças durante o armazenamento. Barbosa (2010) afirmou que a solubilidade está associada com o conteúdo de umidade, aumentando com a diminuição no teor de umidade. Mesmo havendo diferença da umidade entre métodos de secagem notou-se que não houve diferença significativa ( $p < 0,05$ ) para solubilidade entre os pós obtidos por aspensão e liofilização nos tempos analisados, sendo observado alguma distinção apenas nos dias 60 e 75. As embalagens utilizadas não

causaram variação, ao nível de 95% de confiança, da solubilidade entre os tempos de armazenamento 15 e 90 dias tanto para produtos em pó obtidos em *spray-dryer*, como para aqueles obtidos por liofilização.

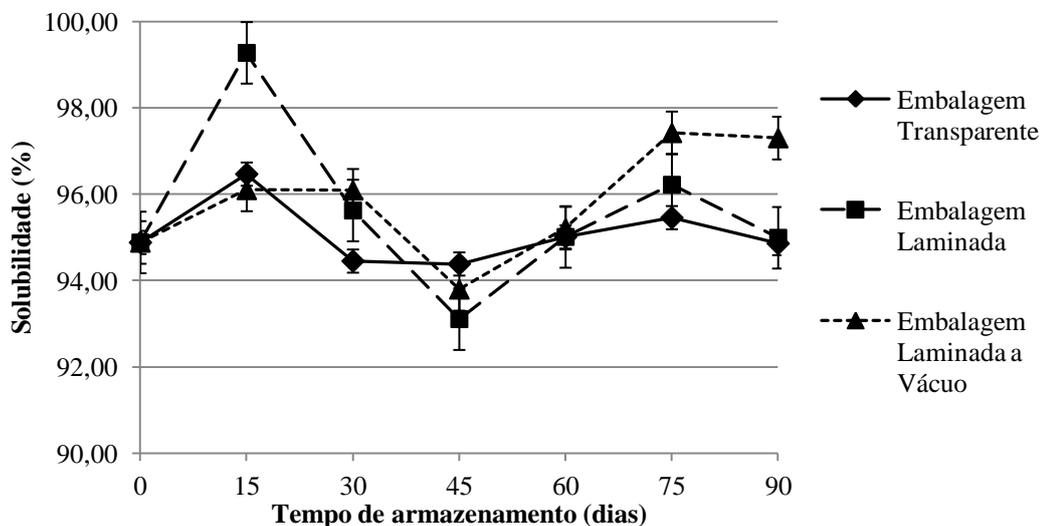
**Tabela 29** – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável solubilidade (%).

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	94,88 <sup>a,A</sup> ± 0,839	94,88 <sup>a,A</sup> ± 0,839	94,88 <sup>a,AB</sup> ± 0,839	94,08 <sup>a,B</sup> ± 0,735	94,08 <sup>a,A</sup> ± 0,735	94,08 <sup>a,A</sup> ± 0,735
15	96,46 <sup>a,A</sup> ± 0,17	99,27 <sup>a,A</sup> ± 5,50	96,10 <sup>a,AB</sup> ± 0,46	98,21 <sup>a,B</sup> ± 3,69	96,97 <sup>a,A</sup> ± 0,30	90,29 <sup>a,A</sup> ± 13,51
30	94,45 <sup>a,A</sup> ± 1,42	95,62 <sup>a,A</sup> ± 1,66	96,09 <sup>a,AB</sup> ± 0,97	95,35 <sup>a,B</sup> ± 0,36	95,82 <sup>a,A</sup> ± 0,21	94,94 <sup>a,A</sup> ± 0,92
45	94,38 <sup>a,A</sup> ± 1,90	93,10 <sup>a,A</sup> ± 1,06	93,79 <sup>a,B</sup> ± 0,77	94,43 <sup>a,B</sup> ± 0,57	95,93 <sup>a,A</sup> ± 9,09	95,20 <sup>a,A</sup> ± 0,59
60	95,01 <sup>ab,A</sup> ± 0,24	94,76 <sup>ab,A</sup> ± 0,17	95,21 <sup>b,AB</sup> ± 0,22	95,48 <sup>b,B</sup> ± 0,78	95,17 <sup>b,A</sup> ± 0,44	93,04 <sup>a,A</sup> ± 1,50
75	95,45 <sup>ca,A</sup> ± 0,35	96,21 <sup>c,A</sup> ± 0,28	97,42 <sup>b,A</sup> ± 1,68	88,46 <sup>b,A</sup> ± 1,61	89,42 <sup>b,A</sup> ± 1,46	92,90 <sup>a,A</sup> ± 0,29
90	94,86 <sup>a,A</sup> ± 1,21	94,95 <sup>a,A</sup> ± 0,63	97,30 <sup>a,AB</sup> ± 2,52	94,39 <sup>a,B</sup> ± 0,48	94,07 <sup>a,A</sup> ± 0,29	94,98 <sup>a,A</sup> ± 1,05

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

Embora não tenha havido diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre as embalagens, houve um comportamento diferente para a solubilidade de acordo com o processo pelo qual a polpa de acerola em pó foi obtida, conforme mostrado nos Gráficos 7 e 8.

**Gráfico 7**– Comportamento da solubilidade do pó de polpa de acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.

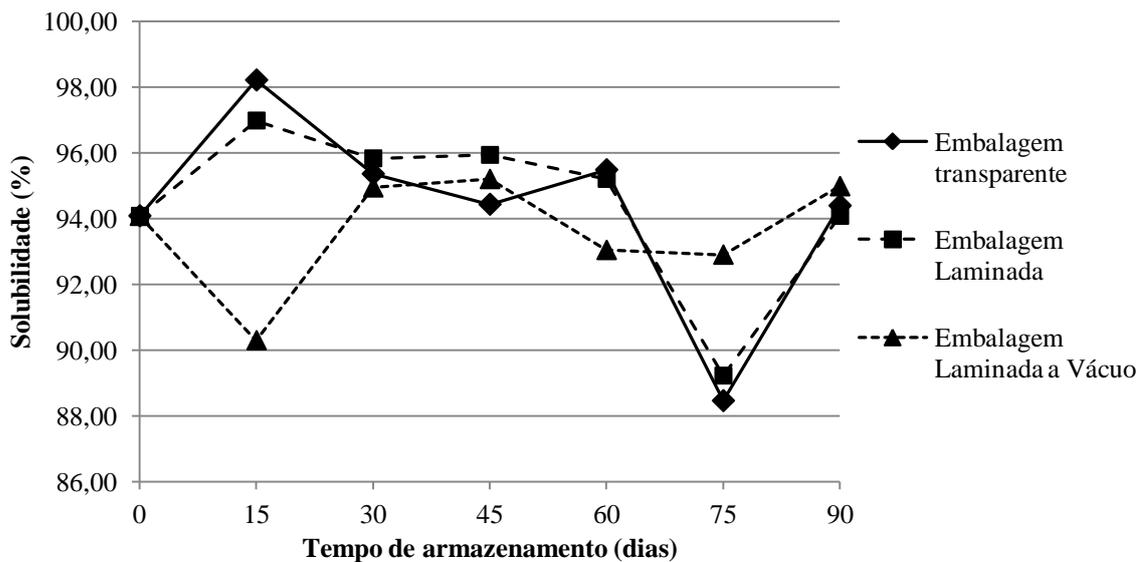


Fonte: o autor (2014)

Houve uma maior variação entre os valores de solubilidade obtidos para o pó obtido em *spray-dryer* armazenado em embalagem laminada. Uma menor variação entre a solubilidade no tempo 15 e 90 dias foi alcançada pelo pó armazenado em embalagem transparente. O dia de armazenamento 60 sugere que menores valores de solubilidade deveriam ter sido obtidos, pois apresentaram maiores grau de *caking*.

Para a polpa de acerola obtida por liofilização os valores obtidos de solubilidade foram um pouco menores comparado aos do obtido por *spray-dryer*, assim o comportamento da variável estudada mostrada no Gráfico 8 indica que houve maior variação nos valores apresentados pelo pó acondicionado em embalagem transparente, contrário ao observado para o *spray-dryer*.

**Gráfico 8**– Comportamento da solubilidade do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias armazenado em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

Comparando por meio do Gráfico 8 os resultados da solubilidade no dia 15 com aqueles obtidos para o grau de *caking*, esses deveriam ser menores para o pó armazenado na embalagem transparente e maiores para o pó acondicionado na embalagem laminada a vácuo. Este comportamento não foi considerado devido as variações apresentadas nos resultados de grau de *caking* que sugerem erro de metodologia.

### 5.4.5 Ácido Ascórbico

O estudo sobre a estabilidade do teor de ácido ascórbico nas polpas de acerola em pó sob diferentes métodos de secagem e embalagem mostrou, de acordo com a Tabela 30, haver diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre a polpa de acerola em pó obtida por aspersão em *spray-dryer* e por liofilização a partir do tempo de armazenamento 45 dias, no qual não se tem distinção entre as embalagens, apenas entre os métodos de secagem.

**Tabela 30**– Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável Teor de ácido ascórbico.

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	2490,92 <sup>a,C</sup> ± 16,9	2490,92 <sup>a,C</sup> ± 16,9	2490,92 <sup>a,C</sup> ± 16,9	2448,24 <sup>a,D</sup> ± 29,0	2448,24 <sup>a,D</sup> ± 29,0	2448,24 <sup>a,DB</sup> ± 29,0
15	2501,77 <sup>ab,C</sup> ± 78,14	2491,90 <sup>ab,C</sup> ± 26,22	2549,62 <sup>a,C</sup> ± 46,17	2418,42 <sup>b,D</sup> ± 12,94	2467,56 <sup>ab,D</sup> ± 25,03	2526,39 <sup>ab,D</sup> ± 55,65
30	2461,66 <sup>ab,C</sup> ± 21,21	2450,67 <sup>ab,C</sup> ± 21,84	2518,93 <sup>a,C</sup> ± 33,78	2412,85 <sup>b,D</sup> ± 23,61	2469,97 <sup>ab,D</sup> ± 62,09	2503,77 <sup>ab,D</sup> ± 21,94
45	2420,77 <sup>a,C</sup> ± 41,65	2470,58 <sup>a,C</sup> ± 53,89	2481,99 <sup>a,C</sup> ± 41,88	2011,01 <sup>b,C</sup> ± 47,83	2041,16 <sup>b,C</sup> ± 22,32	2126,89 <sup>b,A</sup> ± 45,33
60	2156,43 <sup>a,A</sup> ± 40,89	2180,38 <sup>a,A</sup> ± 20,94	2214,90 <sup>a,A</sup> ± 34,42	1807,86 <sup>a,A</sup> ± 19,83	1922,06 <sup>b,B</sup> ± 1,96	1971,90 <sup>b,C</sup> ± 24,19
75	1880,49 <sup>b,B</sup> ± 21,99	2059,65 <sup>c,B</sup> ± 0,54	2077,09 <sup>c,B</sup> ± 19,70	1673,06 <sup>a,B</sup> ± 105,58	2027,85 <sup>c,C</sup> ± 25,84	1988,43 <sup>bc,C</sup> ± 21,03
90	1871,43 <sup>d,B</sup> ± 21,20	2029,12 <sup>e,B</sup> ± 11,41	2118,75 <sup>c,AB</sup> ± 58,70	1961,48 <sup>e,C</sup> ± 22,20	2286,48 <sup>b,A</sup> ± 12,53	2404,17 <sup>a,B</sup> ± 25,49

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

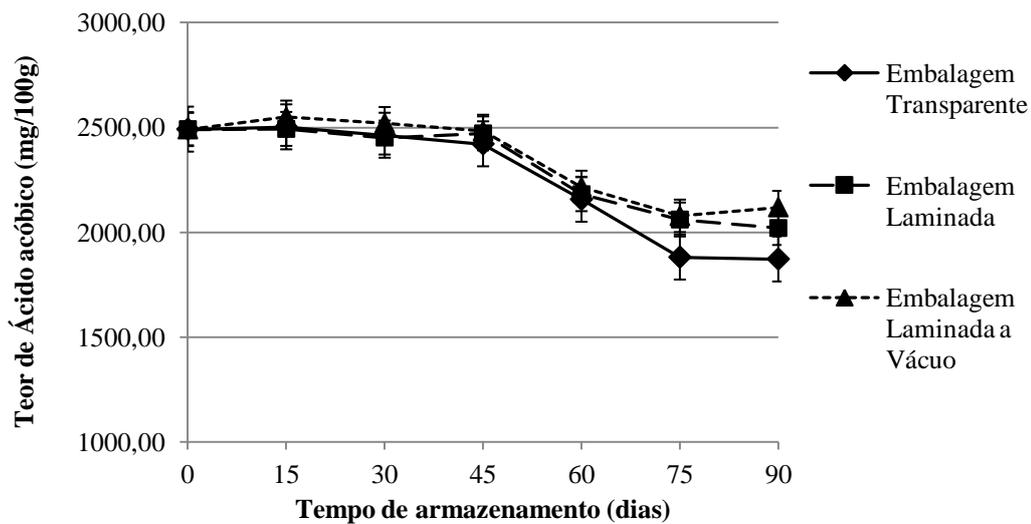
A partir de 75 dias de armazenamento foi verificado que não há diferença entre os pós armazenados nas embalagens laminada (B) e laminada com vácuo (C), havendo aos 90 dias diferença significativa entre os pós e entre as embalagens, a 95 % de confiança.

As embalagens utilizadas promoveram, para ambos os pós, uma queda nos teores de ácido ascórbico, sendo que os maiores níveis do teor foram alcançados na embalagem laminada a vácuo (C), tal fato pode estar relacionado à barreira da luz que o laminado produz e a menor taxa de oxigênio presente na embalagem a vácuo. Teixeira e Monteiro (2006) afirmaram que a embalagem influi na qualidade dos produtos devendo mantê-los protegidos do oxigênio, da luz e da umidade, que podem levar a mudanças sensoriais e à perda de

vitaminas. Ainda segundo os autores o oxigênio pode estar presente dissolvido no produto, no espaço livre da embalagem ou pode permear através do material da embalagem causando como efeitos adversos à degradação do ácido ascórbico, e no que concerne ao efeito da luz sobre a retenção de ácido ascórbico afirmam que tem sido pouco investigado e os resultados encontrados têm sido contraditórios.

No Gráfico 9 fica evidente a diminuição do teor de ácido ascórbico que ocorre no armazenamento de 90 dias para o pó da polpa de acerola desidratada por aspersão em *spray-dryer*. Nele o comportamento das embalagens mostra-se bem similar com uma maior diminuição dos teores de ácido ascórbico para a embalagem transparente, 25,13 %; enquanto a embalagem laminada (B) provou redução de 18,57 % do ácido ascórbico e a laminada a vácuo (C) 16,90 %.

**Gráfico 9**– Comportamento do Teor de ácido ascórbico do pó de polpa de acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.

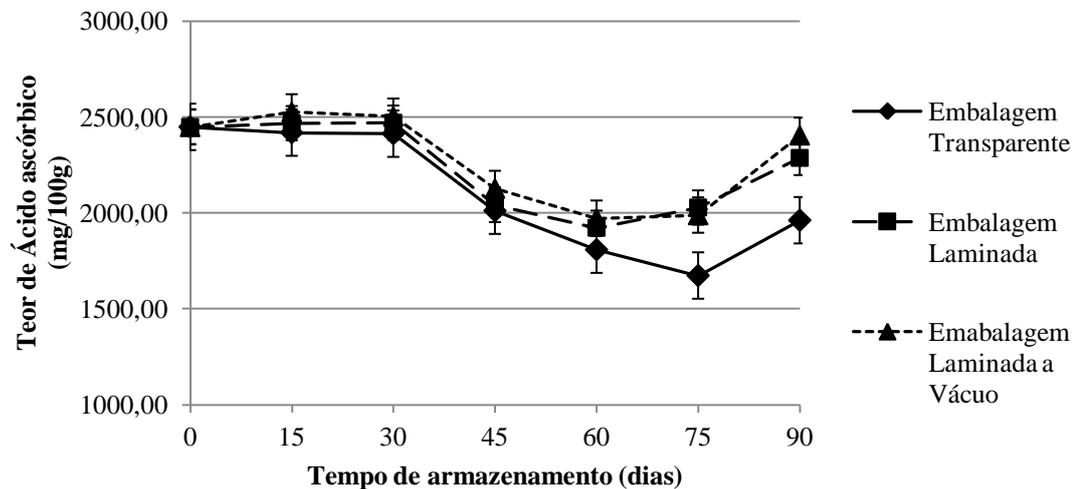


Fonte: o autor (2014)

O comportamento do teor de ácido ascórbico no pó de polpa de acerola liofilizada foi semelhante à obtida em *spray-dryer*, conforme Gráfico 10, no qual foi possível observar uma diminuição do teor de ácido ascórbico. Menezes *et al* (2009), encontrou uma redução média de 26,60 % do teor de ácido ascórbico da acerola verde em pó armazenada por 90 dias. Esses valores são bem superiores aos encontrados nesta pesquisa que encontrou uma diferença maior entre o pó de polpa de acerola liofilizada acondicionado em embalagem transparente (A) relacionado às outras embalagens e ao pó obtido pelo outro método. A

embalagem transparente (A) provocou redução de 18,89 % do teor de ácido ascórbico no período de 90 dias, enquanto a laminada (B) apenas 7,34 % e a laminada a vácuo 4,84 %.

**Gráfico 10** – Comportamento do Teor de ácido ascórbico do pó de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

Os resultados mostrados no Gráfico 10 indicaram um erro na análise do dia 90, pois se tem um aumento nos valores de ácido ascórbico, este pode ter sido provado pelo uso do reagente DFI (2,6 – diclorofenolindo), cujo preparo pode ter influenciado a análise.

Um maior decréscimo de ácido ascórbico foi observado a partir do tempo de armazenamento de 45 dias para o pó de acerola obtido em *spray-dryer* e para o obtido por liofilização este decréscimo acentuado foi observado a partir de 30 dias de armazenamento, o que sugere uma maior estabilidade do pó obtido em *spray-dryer*.

#### 5.4.6. Análise de cor

##### 5.4.6.1. Parâmetro colorimétrico L\*

A análise do parâmetro colorimétrico L\* mostrada na Tabela 31 expressa que a luminosidade do pó obtido em *spray-dryer* é maior que o pó obtido por liofilização, havendo diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os pós para os dias analisados. Abonyi *et al* (2002) em seu estudo com sistema de *Refractance Window*<sup>TM</sup>, um método de secagem que utiliza a água entre 95 a 97 °C como condutor de energia para o produto a ser desidratado, semelhante a secagem em tambor, no entanto a temperaturas mais baixas, de 70 a 85 °C; sobre a retenção

de qualidade de polpa de morango e cenoura desidratada observaram que ao comparar este método com a liofilização e secagem em *spray-dryer*, o pó da polpa de morango desidratada por *spray-dryer* apresentou maiores valores de luminosidade que a liofilização e o sistema de *Refractance Window*<sup>TM</sup>, respectivamente.

**Tabela31** – Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável colorimétrica L\*.

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	61,36 <sup>a,B</sup> ± 0,06	61,36 <sup>a,AB</sup> ± 0,06	61,36 <sup>a,C</sup> ± 0,06	60,91 <sup>b,B</sup> ± 0,06	60,91 <sup>b,A</sup> ± 0,06	60,91 <sup>b,B</sup> ± 0,06
15	61,74 <sup>b,D</sup> ± 0,00	61,54 <sup>c,AB</sup> ± 0,00	62,02 <sup>a,C</sup> ± 0,01	60,70 <sup>d,A</sup> ± 0,00	60,30 <sup>e,B</sup> ± 0,00	60,26 <sup>f,C</sup> ± 0,00
30	61,92 <sup>a,C</sup> ± 0,00	62,31 <sup>a,A</sup> ± 0,00	62,02 <sup>a,C</sup> ± 0,01	60,05 <sup>b,C</sup> ± 0,00	59,64 <sup>b,E</sup> ± 0,00	59,79 <sup>b,E</sup> ± 0,01
45	62,42 <sup>a,A</sup> ± 0,00	61,88 <sup>b,AB</sup> ± 0,01	61,19 <sup>c,A</sup> ± 0,00	59,54 <sup>f,D</sup> ± 0,00	59,70 <sup>e,D</sup> ± 0,00	59,92 <sup>d,F</sup> ± 0,00
60	60,95 <sup>c,E</sup> ± 0,00	60,98 <sup>b,AB</sup> ± 0,00	60,64 <sup>d,AB</sup> ± 0,00	58,96 <sup>f,E</sup> ± 0,01	59,32 <sup>e,G</sup> ± 0,00	64,79 <sup>a,A</sup> ± 0,00
75	60,43 <sup>c,F</sup> ± 0,00	61,69 <sup>b,AB</sup> ± 0,01	61,92 <sup>a,C</sup> ± 0,01	57,96 <sup>f,F</sup> ± 0,00	60,23 <sup>d,C</sup> ± 0,00	59,98 <sup>e,D</sup> ± 0,00
90	59,54 <sup>d,G</sup> ± 0,00	59,70 <sup>c,B</sup> ± 0,01	60,18 <sup>a,B</sup> ± 0,00	57,57 <sup>e,G</sup> ± 0,00	59,38 <sup>f,F</sup> ± 0,00	59,92 <sup>b,F</sup> ± 0,00

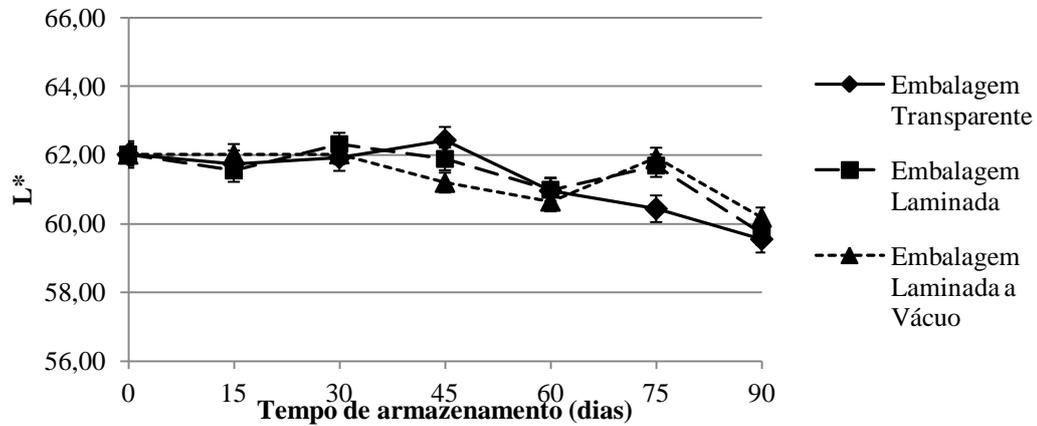
A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

As amostras liofilizadas apresentaram uma maior variação na redução do valor de L\* implicando em maior escurecimento em relação as amostras obtidas em *spray-dryer*. A secagem por aspersão ou *spray-dryer* é um método empregado para microencapsulação que protege flavorizantes, vitaminas, corantes e outros ingredientes sensíveis (LANDIM, 2008). Desta forma o uso da maltodextrina como agente carreador e microencapsulante pode ter auxiliado nos maiores valores de L\*.

O Gráfico 11 mostra o comportamento da variável L\* para o pó de acerola obtido em *spray-dryer*, através do mesmo é possível verificar que os valores da luminosidade decaem para todas as embalagens utilizadas. Isso significa que as amostras tendem a perda de brilho e ao escurecimento com o decorrer do tempo de armazenamento, provavelmente decorrente do ganho de umidade e/ou perda de carotenóides e ácido ascórbico durante o armazenamento. Outra perspectiva sobre a redução da luminosidade e consequente escurecimento durante o armazenamento é dada por Alexandre *et al* (2014) que relacionam o fenômeno provavelmente a uma reação de ordem não-enzimática que nos alimentos

processados estão associados com as condições do armazenamento que podem levar a ocorrer a reação de Maillard.

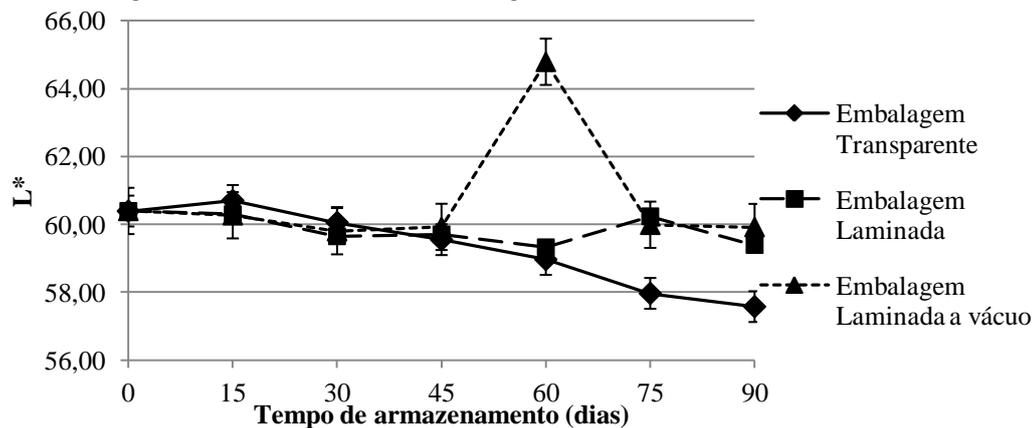
**Gráfico 11**– Comportamento do parâmetro colorimétrico  $L^*$  do pó de polpa acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

O comportamento da variável  $L^*$  para o pó de acerola obtido em liofilizador, mostrado no Gráfico 12, indicou um decréscimo da luminosidade com o tempo de armazenamento, semelhante ao Gráfico 11. Um declínio maior do parâmetro foi observado para a embalagem transparente.

**Gráfico 12**– Comportamento do parâmetro colorimétrico  $L^*$  do pó de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

#### 5.4.6.2. Parâmetro colorimétrico $a^*$

A Tabela 32 apresenta os resultados sobre a estabilidade da variável colorimétrica  $a^*$  do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens.

**Tabela 32**– Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável colorimétrica a\*.

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	0,20 <sup>a,B</sup> ± 0,01	0,20 <sup>a,D</sup> ± 0,01	0,20 <sup>a,F</sup> ± 0,01	-0,27 <sup>b,C</sup> ± 0,07	-0,27 <sup>b,EF</sup> ± 0,07	-0,27 <sup>b,D</sup> ± 0,07
15	-0,12 <sup>c,C</sup> ± 0,01	-0,03 <sup>a,F</sup> ± 0,01	0,14 <sup>e,E</sup> ± 0,01	-0,36 <sup>c,D</sup> ± 0,00	-0,46 <sup>b,C</sup> ± 0,00	-0,26 <sup>d,E</sup> ± 0,01
30	-0,12 <sup>c,F</sup> ± 0,00	-0,02 <sup>b,E</sup> ± 0,00	0,14 <sup>a,F</sup> ± 0,00	-0,17 <sup>d,B</sup> ± 0,01	-0,24 <sup>e,F</sup> ± 0,00	-0,31 <sup>f,B</sup> ± 0,00
45	-0,46 <sup>f,E</sup> ± 0,00	0,17 <sup>b,F</sup> ± 0,00	0,33 <sup>a,D</sup> ± 0,00	0,06 <sup>c,A</sup> ± 0,01	-0,17 <sup>e,D</sup> ± 0,00	-0,11 <sup>d,A</sup> ± 0,01
60	-0,35 <sup>e,D</sup> ± 0,01	0,32 <sup>b,C</sup> ± 0,00	0,60 <sup>a,C</sup> ± 0,01	0,19 <sup>c,F</sup> ± 0,02	-0,08 <sup>d,A</sup> ± 0,01	-0,42 <sup>f,C</sup> ± 0,00
75	-0,12 <sup>b,F</sup> ± 0,01	0,65 <sup>c,B</sup> ± 0,01	0,66 <sup>c,B</sup> ± 0,00	0,24 <sup>a,E</sup> ± 0,02	-0,29 <sup>d,B</sup> ± 0,00	-0,26 <sup>d,E</sup> ± 0,01
90	0,19 <sup>b,A</sup> ± 0,01	0,86 <sup>a,A</sup> ± 0,01	0,89 <sup>a,A</sup> ± 0,01	0,22 <sup>b,EF</sup> ± 0,01	-0,20 <sup>c,DE</sup> ± 0,01	-0,19 <sup>c,D</sup> ± 0,00

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

A avaliação do parâmetro a\* mostrou que nos tempos de armazenamento estudados apenas nos dias 75 e 90 se teve uma semelhança entre os pós acondicionados em embalagem laminada (B) e embalagem laminada a vácuo (C), no entanto, houve distinção ( $p < 0,05$ ) entre os pós obtidos pelos diferentes métodos. Para a análise das embalagens utilizadas para armazenagem, houve diferença significativa no decorrer dos dias analisados, com isso, para ambos os pós obtido por diferentes métodos de secagem as embalagens não foram capazes de evitar alteração do parâmetro colorimétrico estudado.

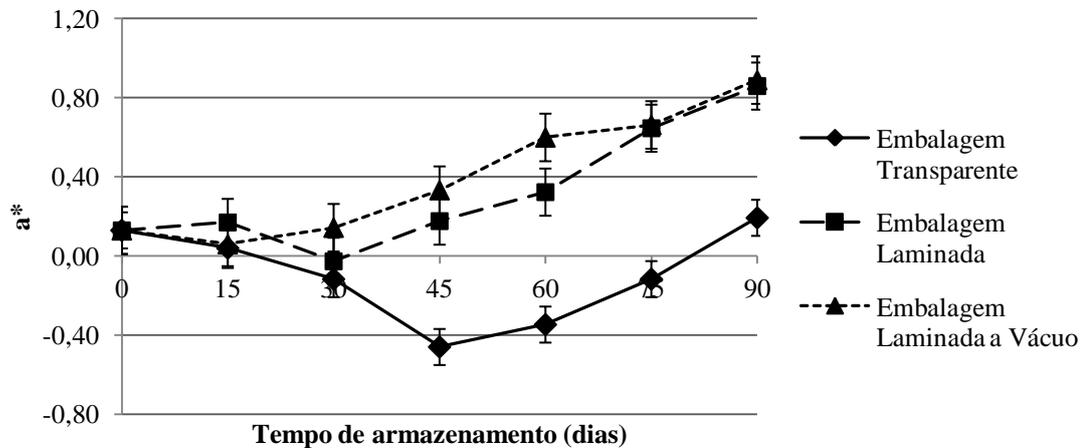
De uma maneira geral, houve um aumento dos valores do parâmetro colorimétrico a\* indicando que durante o armazenamento há uma tendência ao ganho de cor para a região vermelha. Gomes *et al* (2004) em seu estudo sobre o armazenamento da polpa de acerola em pó observou efeito semelhante no qual houve aumento da intensidade de vermelho (a\*) de aproximadamente 35% entre o tempo inicial e o final de 60 dias.

Tal fato pode estar relacionado à redução da luminosidade que retratou o escurecimento da amostra ou ainda pode ser proveniente da degradação do ácido ascórbico, principalmente anaeróbica, que gera produtos como furfural e polímeros escuros, conforme associado por muitos autores para produtos de frutas com pH inferior a 4,0. Outro fator relaciona-se com a ausência de barreira a luz e a uma menor barreira a gases como o oxigênio

que levaria a degradação do ácido ascórbico da embalagem transparente, que proporcionaria a degradação do ácido ascórbico e formação dos compostos (GOMES *et al*, 2004).

O comportamento do parâmetro colorimétrico  $a^*$  do pó de acerola obtido em *spray-dryer* mostrado no Gráfico 13 apresentou um aumento dos valores bem similar para as embalagens laminada (B) e laminada a vácuo (C), com menor ganho para a embalagem transparente.

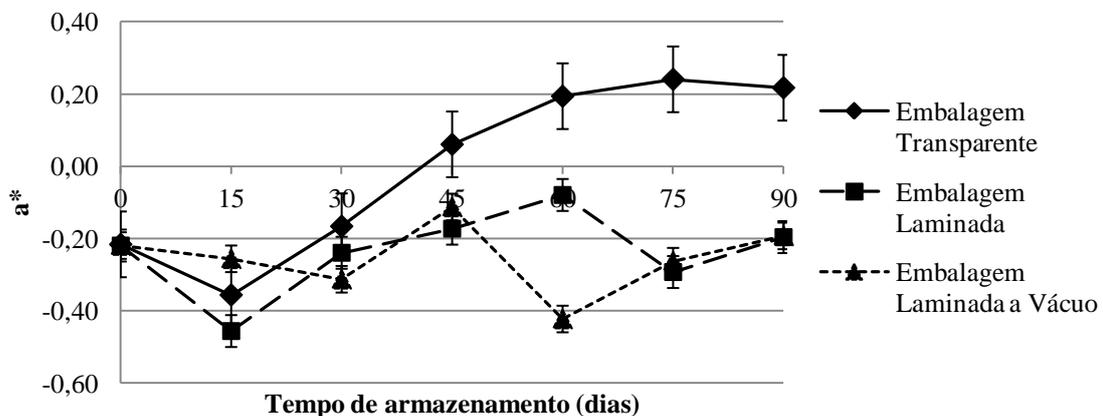
**Gráfico 13**– Comportamento do parâmetro colorimétrico  $a^*$  do pó de acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

Uma alteração expressiva do parâmetro  $a^*$  do pó de polpa de acerola obtido por liofilização foi observado para a embalagem transparente (A), conforme Gráfico 14, no qual indicou uma coloração maior na região vermelha.

**Gráfico 14**– Comportamento do parâmetro colorimétrico  $a^*$  do pó de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

Comparando as demais embalagens notou-se comportamento bem semelhante para o pó liofilizado armazenado nas embalagens laminada (B) e laminada a vácuo (C), assim como ocorreu para o pó obtido em *spray-dryer*. Kacem *et al* (1987), analisando o escurecimento em bebidas de laranja embaladas em laminados PET/alumínio/polipropileno e embalagens flexíveis de polietileno (PE), armazenadas a 24° C por 20 semanas, concluíram que as embalagens de PE (transparentes) resultaram em maiores perdas do ácido ascórbico.

#### 5.4.6.3. Parâmetro colorimétrico $b^*$

A avaliação da estabilidade do parâmetro colorimétrico  $b^*$  indica haver diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os pós obtidos pelos diferentes métodos de secagem e entre as embalagens utilizadas, assim como houve diferença estatística nos valores colorimétrico  $b^*$  provocado pelas embalagens testadas durante o tempo de armazenamento avaliado. Loureiro *et al* (2013) não notou existir diferença significativa para os valores médios da intensidade de amarelo em todas as amostras de buriti em pó armazenadas, nas embalagens pelo período de tempo avaliado.

A Tabela 33 apresenta os valores de  $b^*$  do pó de polpa de acerola desidratado, por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado pelo período de 90 dias em diferentes embalagens.

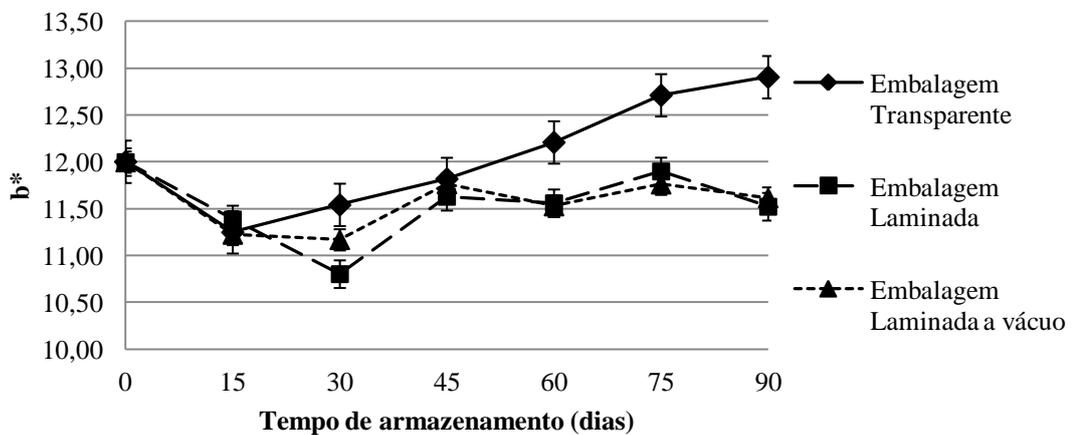
**Tabela 33**– Estabilidade do pó de acerola desidratado por aspersão em *spray-dryer* e liofilização, armazenado em diferentes embalagens para a variável colorimétrica  $b^*$ .

Dias	Pó obtido em <i>spray-dryer</i>			Pó obtido em liofilizador		
	A	B	C	A	B	C
0	10,96 <sup>b,D</sup> ± 0,01	10,96 <sup>b,A</sup> ± 0,01	10,96 <sup>b,A</sup> ± 0,01	12,92 <sup>a,D</sup> ± 0,31	12,92 <sup>a,C</sup> ± 0,31	12,92 <sup>a,F</sup> ± 0,31
15	11,25 <sup>e,G</sup> ± 0,00	11,39 <sup>d,F</sup> ± 0,01	11,23 <sup>f,D</sup> ± 0,00	13,42 <sup>b,F</sup> ± 0,01	13,33 <sup>c,E</sup> ± 0,00	13,52 <sup>a,C</sup> ± 0,00
30	11,54 <sup>d,F</sup> ± 0,00	10,80 <sup>e,G</sup> ± 0,00	11,17 <sup>f,E</sup> ± 0,00	13,36 <sup>b,G</sup> ± 0,01	13,21 <sup>c,F</sup> ± 0,01	13,49 <sup>a,D</sup> ± 0,00
45	11,82 <sup>e,E</sup> ± 0,12	11,63 <sup>d,C</sup> ± 0,01	11,77 <sup>cd,F</sup> ± 0,00	13,81 <sup>b,B</sup> ± 0,01	13,95 <sup>b,A</sup> ± 0,05	14,23 <sup>a,B</sup> ± 0,00
60	12,21 <sup>f,C</sup> ± 0,00	11,56 <sup>e,D</sup> ± 0,00	11,53 <sup>d,C</sup> ± 0,01	13,57 <sup>c,E</sup> ± 0,01	13,78 <sup>b,B</sup> ± 0,01	14,87 <sup>a,A</sup> ± 0,01
75	12,71 <sup>d,B</sup> ± 0,00	11,90 <sup>e,B</sup> ± 0,00	11,76 <sup>f,F</sup> ± 0,00	13,86 <sup>a,A</sup> ± 0,00	13,42 <sup>c,D</sup> ± 0,01	13,68 <sup>b,F</sup> ± 0,17
90	12,91 <sup>d,A</sup> ± 0,00	11,52 <sup>f,E</sup> ± 0,01	11,62 <sup>e,B</sup> ± 0,00	13,76 <sup>a,C</sup> ± 0,00	13,19 <sup>c,F</sup> ± 0,01	13,38 <sup>b,E</sup> ± 0,00

A = Embalagem Transparente; B = Embalagem Laminada; C = Embalagem Laminada a Vácuo. Médias seguidas por mesma letra minúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma linha, pelo teste de Tukey. Médias seguidas por mesma letra maiúscula não diferem entre si ( $p \geq 0,05$ ) na mesma coluna, pelo teste de Tukey.

Nela podemos perceber que o pó obtido por liofilização apresentou maiores valores de  $b^*$ , consequentemente uma coloração mais amarelada, típica da polpa de acerola utilizada, quando comparado ao pó obtido em *spray-dryer*. Meloni (2003) afirma que a liofilização proporciona maior preservação das características sensoriais dos alimentos, devido o emprego de baixas temperaturas, já que os componentes que conferem essas características sensoriais são modificados pela alta temperatura. Abonyi *et al* (2002) em seu estudo com cenoura submetida a diferentes métodos de secagem obteve que a liofilização foi a que promoveu maior manutenção da coloração amarela, não diferindo da polpa fresca e apresentando maior valor de  $b^*$  quando comparado a secagem em tambor e a secagem pelo sistema de *Refractance Window*. O comportamento do parâmetro colorimétrico  $b^*$  do pó de acerola obtido em *spray-dryer* é mostrado no Gráfico 15, no qual se observa um aumento crescente e destacado na embalagem transparente (A). As embalagens laminada (B) e laminada a vácuo (C) apresentaram comportamento bem próximos. Segundo Gomes *et al.* (2004), este comportamento de aumento do parâmetro  $b^*$  pode ser devido à reação das antocianinas com o ácido ascórbico presentes na acerola. Desta reação resultariam perdas de ambos os componentes, com formação de pigmentos levemente escuros.

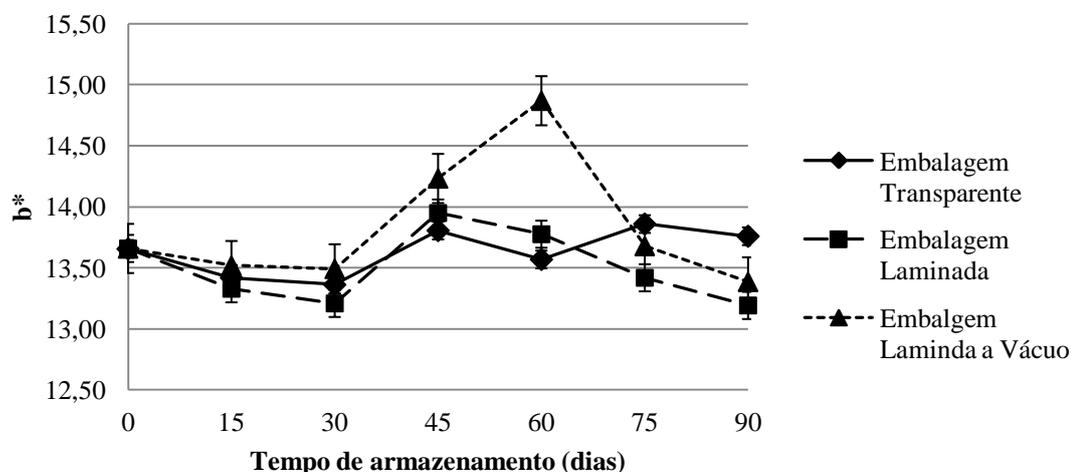
**Gráfico 15**– Comportamento do Parâmetro colorimétrico  $b^*$  do pó de polpa acerola obtido em *spray-dryer* armazenado ao longo de 90 dias armazenado em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

Para o pó da polpa de acerola liofilizada o Gráfico 16 mostrou que o comportamento das embalagens estudadas são bem similares, sendo que a embalagem laminada a vácuo apresenta um pico nos valores do parâmetro  $b^*$ .

**Gráfico 16**– Comportamento do Parâmetro colorimétrico  $b^*$  do pó de polpa de acerola obtido por liofilização armazenado ao longo de 90 dias em diferentes embalagens.



Fonte: o autor (2014)

### 5.5. Isotermas de adsorção dos pós de polpa de acerola.

Os resultados dos ajustes dos modelos matemáticos de GAB, BET, Henderson e Oswin aos dados experimentais do pó da polpa de acerola liofilizada são apresentados na Tabela 34. Segundo Lomauro *et al* (1985), os erros médios relativos (E) inferiores a 10 % indicam um bom ajuste do modelo aos dados experimentais. Desta forma, apenas os dados do pó da polpa de acerola obtida no liofilizador, apresentaram valores entre 3,60 e 7,15, portanto, os modelos estudados para as temperaturas de 35 e 45 °C, apresentaram bom ajuste aos dados experimentais, com exceção ao modelo de Henderson a 35 °C, que obteve valor de E de 14,03. Para o pó obtido em *spray-dryer*, nas temperaturas avaliadas, os modelos avaliados apresentaram erros médios relativos superiores a 10 % com valores que variaram de 10,18 a 29,13.

Os modelos matemáticos testados para polpa de acerola em pó apresentaram coeficientes de determinação ( $R^2$ ), variando entre 0,939 e 0,995, sendo que o pó obtido por liofilização obteve valores de  $R^2$  entre 0,942 e 0,995, que de maneira geral, foram superiores ao do pó obtido em *spray-dryer* que variou de 0,939 a 0,977.

O modelo de BET dentre os modelos ajustados foi o que melhor se ajustou as isotermas de adsorção o pó de polpa de acerola obtido por liofilização. O modelo GAB embora tenha apresentado menores valores de erro médio relativo (E) e maiores valores de

coeficiente de relevância ( $R^2$ ) não pode ser o mais representativo devido os valores de K serem superiores a 1, o que o torna inconsistente fisicamente, segundo Chirife *et al* (1992), pois indicam uma sorção infinita. Os demais modelos representativos para o pó obtido pelo processo de liofilização foram respectivamente, em ordem decrescente, Oswin e Henderson. Estudos realizados por Gomes *et al.* (2002) indicaram os modelos de GAB e BET representaram melhor as isotermas de adsorção de umidade das amostras de acerola em pó. Enquanto para Araújo (2013) o modelo de Oswin foi o que melhor se ajustou as dados experimentais para o pó de acerola liofilizada. Oliveira (2012) em seu estudo com cajá em pó liofilizada obteve o melhor ajuste fornecido pelo modelo de BET para temperaturas de 25 e 30 °C, GAB para 35 °C e Oswin para 40 °C.

**Tabela 34**– Resultados dos ajustes das isotermas de adsorção do pó da polpa de acerola.

Modelos	Parâmetros	Pó obtido no Liofilizador			Pó obtido no <i>Spray-dryer</i>		
		25 °C	35 °C	45 °C	25 °C	35 °C	45 °C
GAB	$X_m$	0,03626	0,04409	0,1787	0,04752	0,04803	0,06571
	$C$	91,34	3,75	0,3334	7,107	5,945	1,918
	$K$	1,053	1,036	0,8831	1,017	1,026	0,9845
	$R^2$	0,986	0,990	0,995	0,969	0,956	0,977
	E (%)	10,18	6,58	4,14	21,37	23,79	21,65
BET	$X_m$	0,05562	0,05770	0,06529	0,05463	0,05680	0,05998
	$C$	1,754	1,712	1,148	3,786	3,333	2,328
	$n$	233,4	186,1	180,2	252,4	193,3	190,3
	$R^2$	0,972	0,988	0,995	0,967	0,955	0,977
	E (%)	12,23	5,01	3,60	18,54	21,67	22,69
Henderson	$a$	0,4963	0,6219	0,6024	0,6430	0,7229	0,7110
	$b$	3,125	3,709	3,535	3,663	4,084	4,056
	$R^2$	0,942	0,977	0,994	0,947	0,939	0,972
	E (%)	29,13	14,03	7,13	15,75	13,69	14,76
Oswin	$a$	0,05996	0,07077	0,07059	0,08230	0,08623	0,08402
	$b$	1,027	0,9190	0,9624	0,8375	0,8178	0,8457
	$R^2$	0,964	0,987	0,993	0,964	0,952	0,977
	E (%)	19,59	6,59	7,15	12,91	18,86	16,06

Para o pó de polpa de acerola obtida em *spray-dryer* não houve um único modelo que se ajustasse as temperaturas estudadas, desta forma para a temperatura de 25 °C o modelo que melhor se ajustou aos dados experimentais foi o de Oswin, enquanto a 35 e 45 °C o melhor ajuste foi fornecido pelo modelo de Henderson, pois obtiveram menores erros médios. Estudos realizados por Catelam *et al* (2011), mostraram um alto ajuste das isotermas com o modelo de GAB ( $R^2 > 0,99$ ) para polpa de maracujá desidratada em *spray-dryer* e liofilizador

com aditivos e leite desnatado. Segundo Pena *et al.* (2000), as equações de Henderson e Oswin são entre os modelos de dois parâmetros testados, os que apresentaram melhores resultados para o guaraná (*Paullinia cupana*) em pó, obtido em *spray-dryer*, enquanto entre os modelos de três parâmetros, os que se apresentam melhores foram as equações de GAB, BET.

Segundo Moreira *et al.*, (2013) através dos modelos GAB e BET ajustados para obtenção das isotermas é possível uma avaliação do conteúdo de umidade da monocamada ( $X_m$ ) dos alimentos, permitindo um entendimento físico da teoria da adsorção. A monocamada molecular é a camada primária do alimento, e o seu conteúdo de água interfere sobre a higroscopicidade ou afinidade de água das moléculas, de maneira que a quantidade de umidade na monocamada proporciona atingir a estabilidade máxima dos alimentos com perdas mínimas de qualidade do alimento; abaixo deste valor, as taxas de reações de deterioração, exceto oxidação de gorduras insaturadas, são mínimas, especialmente nos alimentos desidratados (CELESTINO, 2010; GOULA *et al.*, 2008). Para o pó de acerola obtido por liofilização e em *spray-dryer* observou-se que houve incremento nos valores da monocamada com o aumento da temperatura de 25 a 35 e 45 °C (Tabela 34) nos modelos de GAB e BET. Apesar deste comportamento não ser muito comum Ferreira e Pena (2003) apresentam dois mecanismos como alternativa para justificar tal comportamento: o primeiro afirma que um aumento da temperatura pode provocar modificações na estrutura física do produto, disponibilizando um maior número de sítios ativos com afinidade por moléculas de água, ou ainda, por segundo, provocam um aumento da solubilidade de solutos intrínsecos ao produto, fazendo com que um maior número de moléculas de água fiquem retidas na monocamada.

Notou-se ainda, uma diferença entre os valores do conteúdo de umidade na monocamada entre os modelos, de forma que o modelo de BET apresentou valores predominantemente maiores. Similarmente, Oliveira *et al.* (2011), encontrou maior valor ao conteúdo de umidade na monocamada molecular ( $X_m$ ) para o modelo de BET no que se refere ao pó de sapoti liofilizado. Moreira *et al.* (2013), também observou a elevação da temperatura como fator predominante para o incremento dos valores da umidade na monocamada ( $X_m$ ) nos modelos de GAB e BET, comportamento similar ao reportado neste trabalho.

Os valores da monocamada foram superiores nas amostras liofilizadas quando comparadas com as amostras obtidas em *spray-dryer*, segundo o modelo de BET. Este resultado confere ao pó liofilizado uma maior higroscopicidade, o que explica a maior

afinidade por água apresentada por esta amostra na Tabela 25. Portanto, um maior valor da monocamada implicou em uma maior higroscopicidade, o que também foi obtido com o aumento da temperatura, conforme visto nos resultados.

Os valores de C para o pó da polpa de acerola obtido por diferentes métodos de secagem demonstram uma diminuição da constante com o aumento da temperatura (Tabela 34). Pedro *et al* (2010), em seu estudo do pó de maracujá obtido por diferentes métodos de secagem observou comportamento semelhante para a polpa de maracujá obtida por liofilização, enquanto que para a obtida em *spray-dryer* um comportamento variável foi observado, aumentando seus valores entre 20-30°C e 40-50 °C, e diminuindo entre 30 e 40°C. Moreira *et al* (2013), afirma que essa diminuição dos valores de C é esperada e cita que “[...] as baixas temperaturas favorecem a força de interação entre adsorvato-adsorvente causando um incremento nos valores da constante C”.

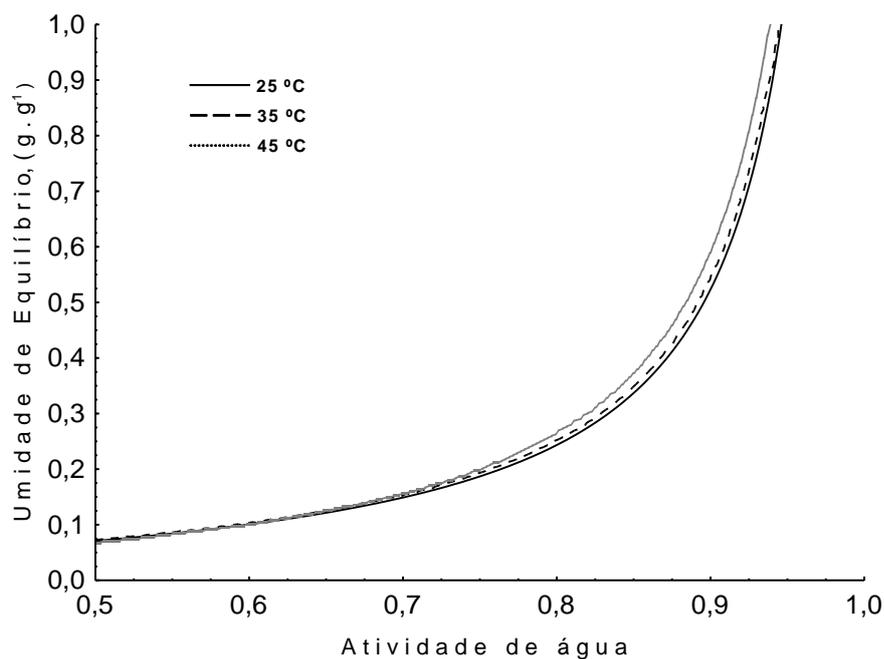
Para o pó da polpa de acerola obtido em *spray-dryer*, os modelos Oswin e Henderson, foram os que melhor se ajustaram aos dados experimentais, apresentaram valores de “a” e “b” dentro do faixa requerida para a representação das isotermas de sorção de materiais de origem biológica (Tabela 34). Segundo Blahovec (2004), o modelo de Oswin deve apresentar  $a > 0$  e  $1 \geq b > 0$ , enquanto para o modelo de Henderson  $a > 0$  e  $b \geq 1$ .

As Figuras 14 e 15 representaram as isotermas de sorção do pó de polpa de acerola obtido por liofilização e *spray-dryer*, respectivamente. A partir destas podemos verificar que há um aumento da  $a_w$  com o aumento da umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ), a uma temperatura constante, para ambos os pós.

Um maior ganho de umidade do pó gerado pelo processo de liofilização é obtido em umidades relativas (UR) superiores a 70 %, enquanto para o pó obtido em *spray-dryer* se tem um maior ganho partir de UR superior a 75 %, pontos a partir dos quais se tem um aumento expressivo da absorção de água pelo pó, observado pelo aumento da umidade de equilíbrio.

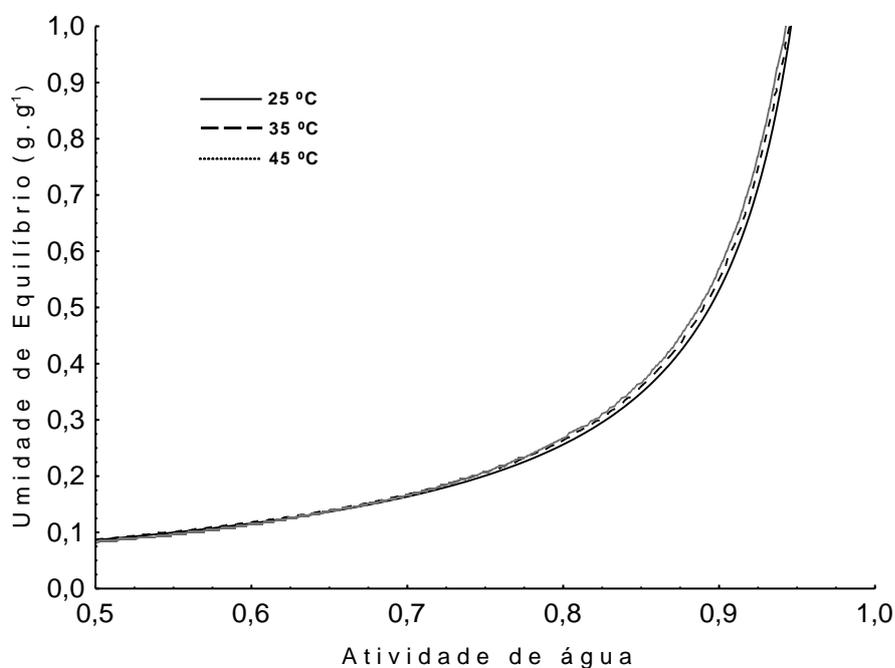
Relacionado às temperaturas estudadas, as temperaturas de 25, 35 e 45 °C simularam possíveis temperaturas de armazenamento, nas quais as isotermas apresentaram-se bem próximas para os pós de acerola. No entanto observa-se uma tendência a maior absorção de água quando se tem temperaturas mais elevadas, no caso a 45°C, fenômeno comum para produtos ricos em açúcar como pós de frutas.

**Figura 14** – Isotermas de sorção de pó de polpa de acerola obtida em liofilizador nas temperaturas experimentais de 25, 35 e 45°C (linhas) prevista pelo modelo de BET.



Fonte: o autor (2014)

**Figura 15** – Isotermas de sorção de pó de polpa de acerola obtida em *spray-dryer* prevista pelos melhores modelos: 25°C modelo de Oswin, enquanto a 35 e 45°C modelo de Henderson.



Fonte: o autor (2014)

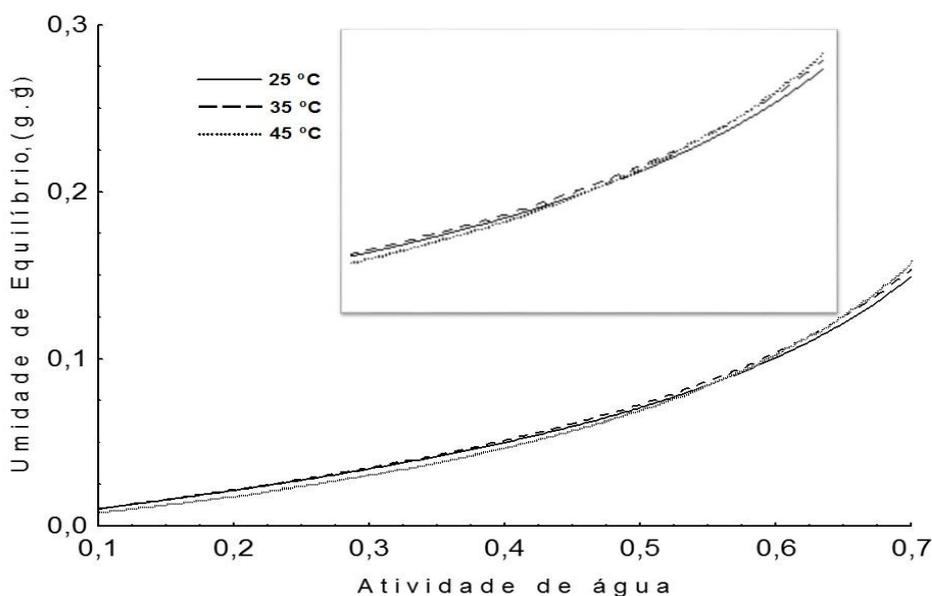
As isotermas obtidas são do tipo III, segundo a classificação de Brunauer (1943), para as temperaturas examinadas e todos os métodos de secagem. Tal comportamento também

foi observado por Pedro *et al* (2010), em seu estudo sobre isotermas em pó de maracujá, Moreira *et al.* (2013) para pó de manga e Gomes *et al* (2002), para a polpa de acerola em pó. A forma típica de uma isoterma reflete a forma na qual a água se liga ao sistema, de modo que interações mais fracas com as moléculas de água geram uma atividade de água maior, assim, o produto torna-se mais instável (ANDRADE *et al*, 2011). As isotermas obtidas apresentaram uma zona mais plana na sua primeira parte, ou seja, em formato de “J”, e são típicas de alimentos ricos em componentes solúveis, como açúcares (AL-MUHTASEB *et al*, 2004). Esta forma das curvas é característica de alimentos com alto teor de açúcar, que em baixa atividade de água o teor de umidade aumenta linearmente com  $a_w$ , ao passo que a altos níveis de atividade de água o conteúdo de água aumenta rapidamente (PEDRO *et al*, 2010). A explicação para a natureza das isotermas pode ser que em baixas atividades de água a adsorção física em locais fortemente ativos ocorram desde que a água possa ser absorvida apenas à superfície - OH de sítios de açúcar cristalino (GOULA *et al*, 2008).

Por meio das figuras 16 e 17 foi observado que ocorreu uma inversão do efeito da temperatura sobre as isotermas dos pós de acerola obtidos por liofilização e *spray-dryer*, respectivamente.

A inversão do efeito da temperatura para o pó de acerola obtido por liofilização ocorreu entre a isoterma de 45 e 25 °C na faixa de atividade de água de 0,52 a 0,6, e entre as isotermas de 45 e 35°C na faixa entre 0,6 e 0,67 de  $a_w$ , conforme a Figura 16.

**Figura 16** - Inversão da isoterma do pó de acerola liofilizado segundo o modelo de BET para as temperaturas de 25, 35 e 45°C.

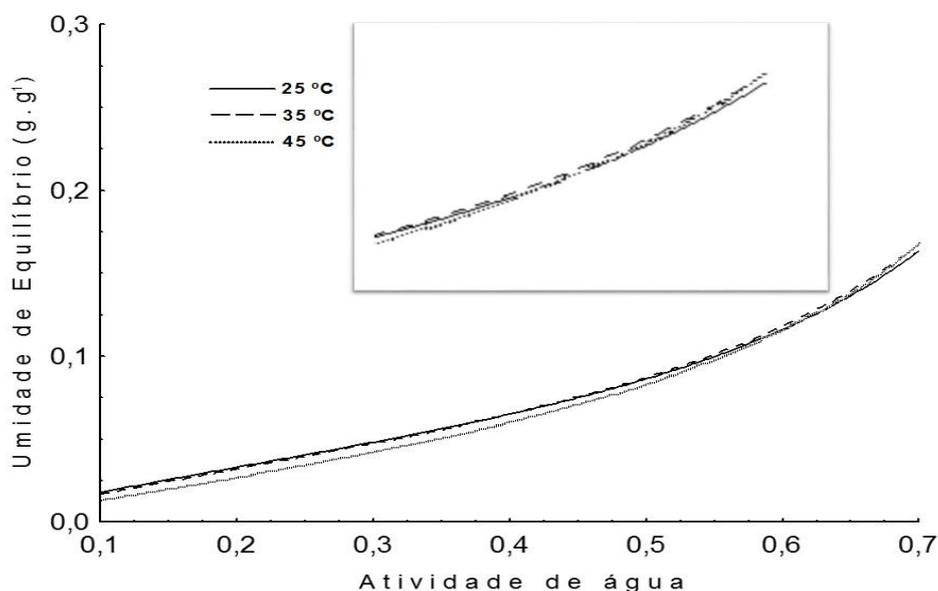


Fonte: o autor (2014)

O efeito da temperatura sobre a isoterma de sorção é de grande importância, uma vez que os alimentos são expostos a uma gama das temperaturas durante o armazenamento e processamento. A temperatura afeta a mobilidade de moléculas de água e o equilíbrio dinâmico entre o vapor e fase adsorvida. Segundo Goula *et al* (2008), o teor de umidade equilíbrio diminui com o aumento da temperatura, em uma atividade de água constante, esta tendência pode ser atribuída a uma redução no número total de locais ativos para a água de ligação, como um resultado de mudança física e / ou química induzida pela temperatura. No entanto pode ocorrer uma inversão do efeito da temperatura sobre as isotermas, que resultaria em um aumento da umidade de equilíbrio com o aumento da temperatura.

Para o pó obtido em *spray-dryer* a inversão do efeito da temperatura pode ser visualizada através da Figura 17, na qual ocorreu a inversão entre as isotermas de 35 e 25 °C na faixa de atividade de água de 0,3 a 0,5, também entre as isotermas de 45 e 35 °C na faixa de 0,57 a 0,7 de atividade de água.

**Figura 17-** Inversão da isoterma do pó de acerola obtido em *spray-dryer* segundo o modelo de Oswin para a temperatura de 25 e o modelo de Henderson para as temperaturas 35 e 45°C.



Fonte: o autor (2014)

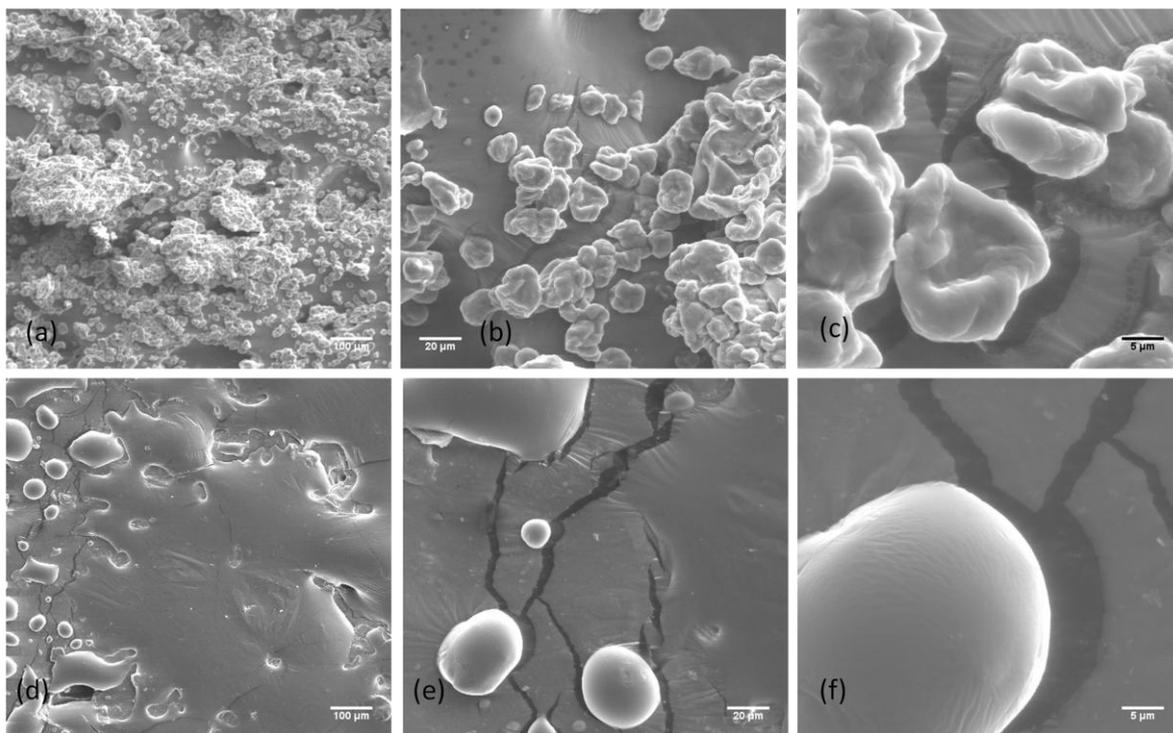
O efeito da inversão mostrou, para uma mesma atividade de água, em um aumento na umidade de equilíbrio, com o aumento da temperatura. Este resultado está de acordo com os obtidos por Telis-Romero *et al* (2005) e Pedro *et al* (2010), que afirmam que alguns estudos reportaram esta inversão do efeito da temperatura na atividade de água superiores a 0,7 para produtos com elevado teor de açúcar, tais como as frutas, o que pode ser

explicado por um aumento solubilidade do açúcar na água causada pelo aumento da temperatura.

### 5.6. MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura)

O estudo da microestrutura foi realizado nos pós obtidos pelos diferentes métodos de secagem e no qual pode-se verificar o efeito da secagem sobre a microestrutura do pó, foi também realizada o estudo sobre o efeito do adjuvante de secagem no processo para isso realizou-se a análise nos pós com e sem adição de maltodextrina. Os resultados gerados pelo MEV são mostrados nas Figuras 18 e 20.

**Figura 18**– MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) do pó de polpa de acerola desidratada em *spray-dryer* sem adição de maltodextrina (a, b, c) e adicionado de 17,1 % de maltodextrina (d, e, f).



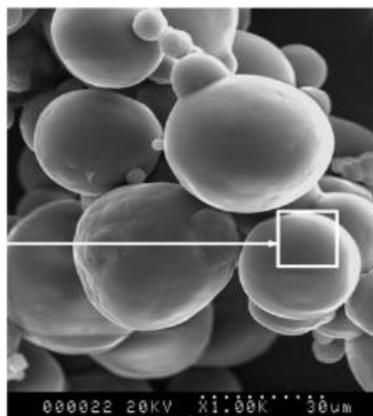
Fonte: o autor (2014)

De maneira geral o pó de polpa de acerola obtido em *spray-dryer* apresentou grânulos de forma arredondada. As superfícies dos pós desidratados sem adição de adjuvante de secagem apresentaram-se enrugada com depressões provocadas pela retirada de água do processo, conforme Figura 18 (a, b, c). Cavalcante Mata *et al*, (2005) em seu estudo sobre o microencapsulamento do umbu em pó, observou partículas com aspecto enrugado e pequenas

com formato côncavo, semelhante ao resultado encontrado neste estudo para o pó de polpa de acerola obtido sem adição de maltodextrina. A formação de vacúolo (bolha de vapor) implica que as partículas sejam ocas decorrentes da formação da bolha dentro da partícula. Isso ocorre quando a temperatura das partículas aumenta, o ponto e a pressão de vapor em ebulição dentro do vacúolo sobem acima da pressão ambiente local e caso a temperatura de secagem seja suficientemente alta, a umidade é evaporada rapidamente criando uma superfície seca e dura, de modo que as partículas ocas não esvaziem quando se movem em regiões mais frias do secador. No entanto, quando a temperatura de secagem não é tão elevada, a superfície mantém-se úmida e flexível durante mais tempo, de modo que a partícula oca pode esvaziar e enrugar à medida que arrefece (NIJDAM, LANGRISH, 2006).

A adição do adjuvante de secagem à polpa de acerola melhorou a microestrutura do pó obtido em *spray-dryer*, visto que o pó adicionado de maltodextrina mostrou superfície lisa decorrente da maior retirada de água provocada pelo encapsulamento, conforme Figura 18 (d, e, f). Caparino *et al* (2012) observaram estrutura semelhante, uma superfície muito fina e lisa para pó de manga adicionada de maltodextrina na concentração de 0,25 kg / kg obtida em *spray-dryer*, conforme Figura 19.

**Figura 19** – Estrutura de pó de manga adicionado de maltodextrina obtida em *spray-dryer* com ampliação de 1000x.



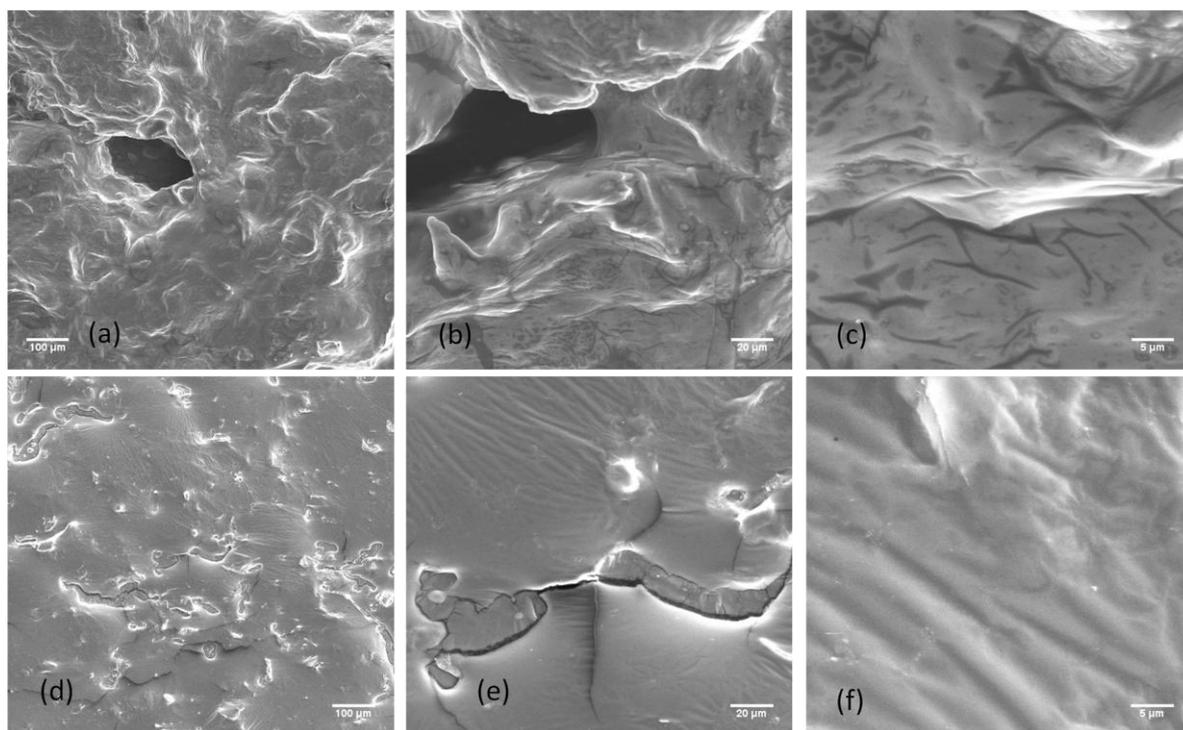
Fonte: Caparino *et al.*, (2012).

Na encapsulação, à medida que as partículas são lançadas no meio gasoso, elas tomam a forma esférica. Em contato com o ar aquecido, a água se evapora rapidamente da cápsula. A alta relação área de superfície/volume das partículas promove rápida evaporação da água. Com isso, o tempo de exposição das partículas ao calor é curto (geralmente poucos

segundos), e a temperatura do núcleo não ultrapassa os 100 °C, o que reduz a ocorrência de alterações indesejáveis (AZEREDO, 2005).

O processo de liofilização gerou um pó completamente amorfo (Figura 20). Estruturas amorfas podem ser visualizadas em sistemas constituídos de frutose e em sistemas com ausência de açúcares. Tais estruturas são caracterizadas por um estado desordenado em que não há repetição de formas geométricas e presença de faces planas bem estabelecidas, sendo comuns em produtos liofilizados (ALVES, 2008).

**Figura 20** – MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) do pó de polpa de acerola desidratada em liofilizador sem adição de maltodextrina (a, b, c) e adicionado de 19,1 % de maltodextrina (d, e, f).



Fonte: o autor (2014)

A presença de açúcares na polpa de acerola em pó é um fator de predisposição a obtenção um pó com microestrutura amorfa, assim como a aplicação do processo de liofilização, pois segundo Junior (2004), o mecanismo da liofilização, composto por congelamento seguido de secagem, induz a obtenção de produtos no estado amorfo devido ultrapassagem da  $T_g$  (temperatura de transição vítrea) durante o congelamento que fará com que a solução amorfa concentrada fique menos viscosa podendo ocorrer um colapso do produto no momento em que o gelo é sublimado. Este colapso é devido à fluidez de líquido viscoso para dentro de camadas de interface, seguido do aparecimento de uma camada

provocada pela expansão da matriz durante a ebulição, que atua como uma barreira, caracterizando assim a estrutura amorfa.

A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) é uma transição caracterizada por uma interrupção na relação entre temperatura e capacidade calorífica e está diretamente relacionada com a proporção dos componentes, de maneira que há um aumento com o peso molecular de materiais poliméricos usados na formulação, e há uma diminuição com o aumento da umidade (JUNIOR, 2004). Com isso, é esperada que houvesse uma diminuição do estado amorfo ao se realizar adição de maltodextrina a solução analisada, devido aumento do peso molecular provado pela adição do adjuvante. Contudo não foi possível visualizar a influência da adição de maltodextrina sobre a estrutura do pó liofilizado por meio da Figura 20, nem ao menos que o pó da polpa de acerola desidratada por liofilização adicionada de maltodextrina (figura 20 d, e, f) apresentou uma estrutura menos amorfa quando comparada aquela obtida por liofilização sem adição do adjuvante de secagem (figura 20 a, b, c).

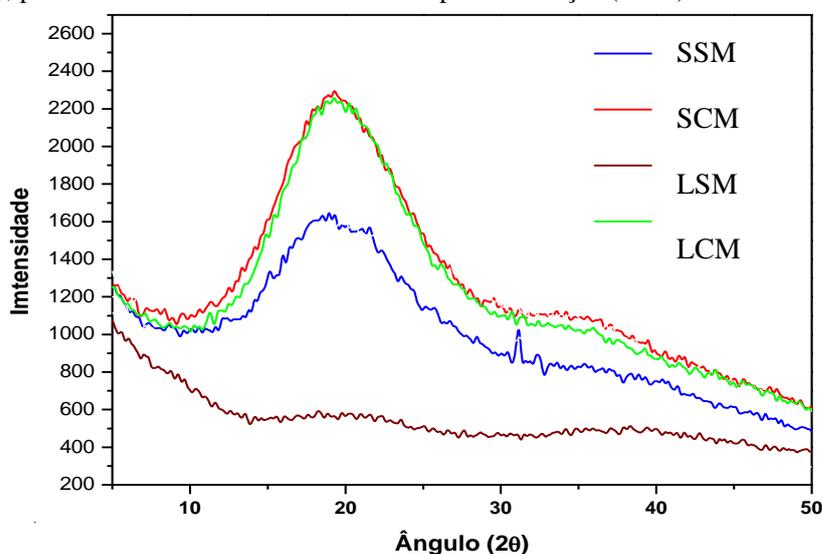
### 5.7. Difração de Raios-x (DRX)

A difração de raios X é uma técnica comum utilizado para confirmar a estrutura cristalina ou amorfa de produtos na forma de pó, sejam eles inorgânicos ou orgânicos. Em geral, o material cristalino mostra uma série de picos agudos, enquanto produto amorfo produz um amplo padrão de fundo, com estrutura sem ordem a longo alcance, onde os picos não são bem definidos. (CAPARINO *et al*, 2012; CHERIEGATE, 2012).

A Figura 21 mostra os difratogramas dos pós de acerola obtido por diferentes processos de secagem, com e sem adição de maltodextrina, revelando a formação de picos largos, sem definição e bastante ruidosos.

Os difratogramas revelaram que a adição de maltodextrina a polpa de acerola antes do processo de secagem gerou pós menos amorfos. Tal fenômeno pode ser observado nas amostras SSM e LSM que apresentaram picos bem menos intensos que as amostras SCM e LCM, comprovando que a adição do adjuvante maltodextrina protegeu a estrutura cristalina das amostras, gerando pós menos amorfos.

**Figura 21** - Padrões de difração de raios - X do pó de polpa de acerola integral obtido em *spray-dryer* (SSM), pó adicionado de maltodextrina e obtido em *spray-dryer* (SCM), pó de polpa de acerola integral obtido em liofilizador (LSM), pó adicionado de maltodextrina obtido por liofilização (LCM).



Fonte: o autor (2014)

Comparando os métodos de secagem, temos que o processo de liofilização gerou um pó com estrutura completamente amorfa quando comparado ao pó gerado em *spray-dryer*, conforme amostras SSM e LSM, na Figura 21. Este resultado reforçou o que foi obtido na análise de microscopia de varredura eletrônica (MEV), na qual se visualizou estruturas mais amorfas para o pó gerado por liofilização. Caparino *et al*, (2012) em seu estudo sobre o efeito de diferentes métodos de secagem sobre as propriedades do pó de manga encontrou resultado semelhante ao pó de acerola, no qual o processo de secagem por liofilização gerou um pó mais amorfo que o obtido em *spray-dryer*, com picos menos elevados. Cheriegate (2012) estudando a estrutura da amora liofilizada encontrou como resultado do difratograma um material com estrutura sem ordem a longo alcance; isto é um material “amorfo”, onde os picos não estavam bem definidos, não havendo a formação de estrutura cristalina na amora liofilizada.

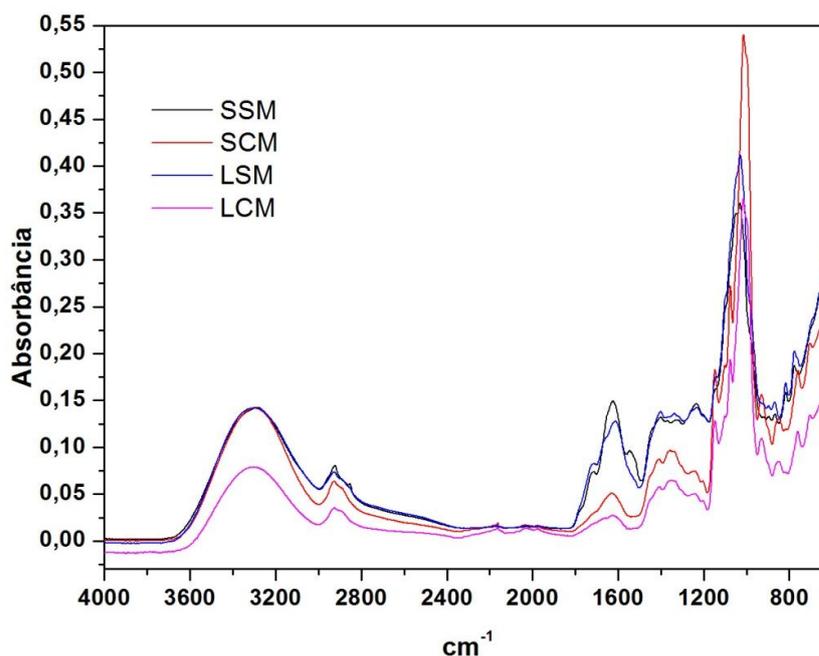
## 5.8. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR)

Os espectros de absorção de infravermelho são resultado da excitação de transições entre os níveis de energia de vibração e rotação das moléculas e permitem fornecer evidências da presença de vários grupos funcionais na estrutura orgânica devido à interação

das moléculas ou átomos com a radiação eletromagnética pelo processo de vibração molecular (SOCACIU *et al*, 2009; DORACI, 2014). Esta análise permite aplicação em diferentes produtos vegetais, tais como sucos de cana, extratos de vinho, sucos e pós de frutas (BUREAU *et al*, 2013).

A análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier foi realizada nas amostras de pó da polpa de acerola, resultando na presença de estiramentos vibracionais correspondentes a grupos alquís e carboxilatos (O-C-O) a  $1400\text{ cm}^{-1}$ ; grupos alquil (CH) a  $1450\text{ cm}^{-1}$ ; deformação de água a  $\sim 1600\text{-}1620\text{ cm}^{-1}$ ; estiramento C-H a  $2900\text{ cm}^{-1}$  e presença de hidroxilas (estiramento OH), que está relacionada à presença de água e açúcares na região de  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Todos esses compostos estão presentes para todas as amostras analisadas, conforme Figuras 22 e 23.

**Figura 22-** FTIR-ATR para pó de polpa de acerola integral obtido em *spray-dryer* sem (SSM) e com adição de maltodextrina (SCM); pó de polpa de acerola integral obtido em liofilizador (LSM) e com adição de maltodextrina (LCM), na região de  $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$ .



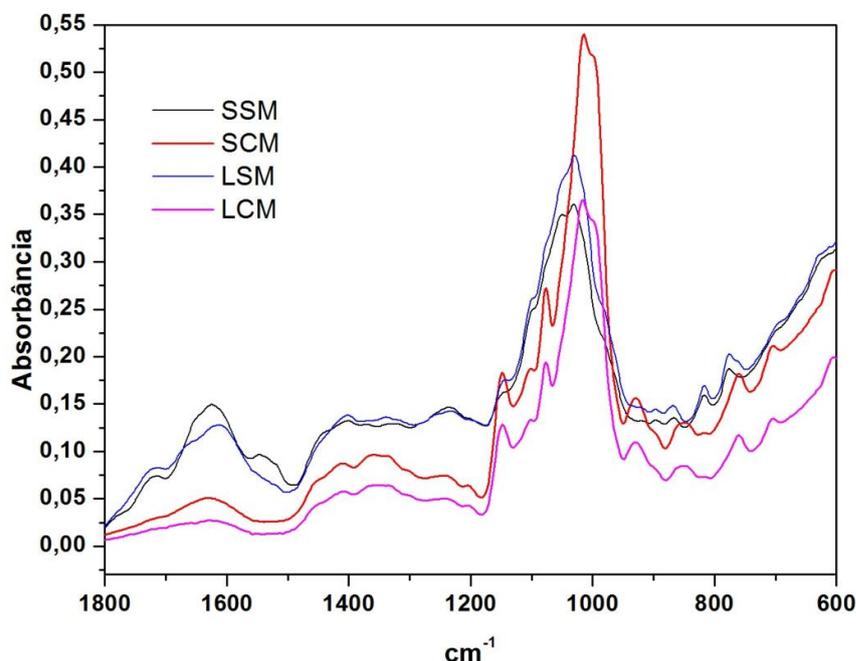
Fonte: o autor (2014)

A Figura 22 mostra que entre as amostras obtidas em *spray-dryer* (com e sem adição de maltodextrina) as variações na intensidade da banda em  $3300\text{ cm}^{-1}$  (v OH) foram irrelevantes, porém quando comparamos com as amostras liofilizadas é notório um aumento na intensidade dessa banda, nas amostras sem adição de maltodextrina. Segundo Pizzolatti (2014), a intensidade de absorção está diretamente relacionada com polaridade da ligação.

Portanto quanto mais polarizável for uma ligação, mais intensa será sua absorção e trocas no momento dipolar da ligação. Os autores Palipane e Driscoll (1992) explicam que o aumento da temperatura causa o aumento do nível de energia das moléculas de água, tornando-as menos estável e causando rompimento de ligações de água com o material alimentar. Tais alterações podem levar a alteração da polaridade e conformação das amostras, conforme já comprovado pelas análises de MEV e difração de raio-x, devido a exposição de sítios OH, resultantes da retirada de água do processo e de alterações causadas em sítios de açúcar cristalino, conforme relatado por Goula *et al* (2008).

Na região de  $1630\text{ cm}^{-1}$  ( $\delta$  OH) observou-se, conforme Figura 23, menor intensidade destas bandas nas amostras contendo maltodextrina e maior intensidade nas amostras que não a continha. A banda em  $983\text{ cm}^{-1}$  ( $\delta$  C-OH) é característica de água absorvida do ambiente e esteve presente em todas as amostras sem adição de maltodextrina (LSM e SSM).

**Figura 23** – FTIR-ATR para pó de polpa de acerola integral obtido em *spray-dryer* sem (SSM) e com adição de maltodextrina (SCM); pó de polpa de acerola integral obtido em liofilizador (LSM) e com adição de maltodextrina (LCM), na região de  $1800\text{-}600\text{ cm}^{-1}$ .



Fonte: o autor (2014)

As bandas correspondentes a estiramento C-O de anel ( $1080\text{-}1011\text{ cm}^{-1}$ ) foram mais estreitas nas amostras com adição de maltodextrina, indicando que os açúcares estão

numa condição menos amorfa, o que impede uma maior absorção de umidade por parte destas amostras.

As bandas em  $1078\text{ cm}^{-1}$  ( $\nu$  C-H),  $1150\text{ cm}^{-1}$  ( $\nu$  C-OC) e  $925\text{ cm}^{-1}$  ( $\nu$  C-O-C), as quais foram observadas nas amostras liofilizadas e atomizadas com adição de maltodextrina correspondem a vibrações de anel de açúcares, sendo, portanto, devido à presença deste adjuvante de secagem.

As bandas em  $3300\text{ cm}^{-1}$ ,  $1630\text{ cm}^{-1}$  e  $983\text{ cm}^{-1}$ , são bandas características da presença de água, seja ligada ou absorvida. Estas bandas foram mais intensas nas amostras sem adição de maltodextrina, o que mostrou que a adição do adjuvante de secagem protegeu as amostras liofilizadas e atomizadas de uma maior absorção de umidade.

Os produtos possuem composições muito similares, com grupos e compostos que apresentam picos de absorbância na região que corresponde a compostos típicos de produtos de fruta, sendo os maiores picos apresentados pelas amostras do pó de acerola sem adição de maltodextrina obtida por liofilização, reportando à possibilidade deste processo ser responsável por alterações que levam a alteração da polaridade e conformação das amostras, conforme confirmado pelo MEV.

## 6. CONCLUSÃO

As melhores condições de secagem da polpa de acerola foram obtidas utilizando-se o *spray-dryer* uma temperatura de secagem de 154 °C e a concentração de maltodextrina na polpa de 17,1 %, enquanto para o liofilizador quando se adicionou 19,1 % do adjuvante de secagem (maltodextrina) e um tempo de liofilização de 24 horas.

Todos os parâmetros físico-químicos avaliados na polpa integral sofrem variação após secagem. O processo de aspersão utilizando o secador tipo *spray-dryer* mostrou-se como a melhor opção para a desidratação da polpa de acerola, visto que é mais eficiente na retirada de água do produto, apresentando conseqüentemente um pó com menor umidade, quando comparado ao método de liofilização que gerou um pó mais higroscópico e com maior grau de *caking*. A utilização da secagem por liofilização mostrou-se vantajosa para a conservação da coloração característica da polpa integral utilizada na pesquisa. As perdas de ácido ascórbico foram semelhantes para ambos os métodos de secagem, sendo o secador *spray-dryer* o equipamento que provoca uma perda ligeiramente menor (79,69%) quando comparado ao processo de liofilização (80,03%). Os produtos finais ainda se caracterizam como boa fonte de vitamina C.

O estudo da estabilidade das polpas de acerola em pó permitiu observar alterações como aumento da umidade e das coordenadas  $a^*$  e  $b^*$ , além da diminuição do ácido ascórbico e luminosidade durante armazenamento. O uso de embalagens laminada e laminada a vácuo foram eficazes na manutenção da umidade e higroscopicidade dos pós liofilizados, não havendo influência de nenhuma das embalagens estudadas sobre a solubilidade, contudo o grau de *caking* foi afetado. Uma menor perda de ácido ascórbico foi proporcionada pela embalagem a vácuo para ambos os pós.

As isotermas de adsorção do pó de polpa de acerola obtido por liofilização melhor se ajustaram ao modelo de BET. Enquanto o pó de polpa de acerola obtida em *spray-dryer* não se ajustou a um único modelo, desta forma para a temperatura de 25°C o modelo de Oswin melhor se ajustou aos dados experimentais, enquanto a 35 e 45°C o melhor ajuste foi fornecido pelo modelo de Henderson.

As isotermas obtidas foram do tipo “J” e indicaram uma tendência ao pó obtido por liofilização ser um pouco menos estável, de maneira que este deve ser armazenado em umidades relativas inferiores a 70 %. O pó de acerola obtido em *spray-dryer* suporta

umidades relativas de 75 %. Ambos os pós devem ser armazenados a temperatura ambiente próximas a 25 °C.

A caracterização morfológica revelou por meio da análise de MEV que o processo de liofilização gera pós de estrutura mais amorfa que a secagem *spray-dryer*, e ainda a adição de adjuvante promoveu o encapsulamento, protegendo a superfície das amostras. Esse comportamento foi confirmado pela análise de difração de raio X e espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR-ATR) que ainda revelaram a ação protetora obtida com a adição do adjuvante de secagem maltodextrina sobre as amostras liofilizadas e atomizadas, evitando uma maior absorção de umidade.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- A.O.A.C. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists 15th (1990).
- ABONYI, B.I., FENG, B.I., EDWARDS, C.G., TANG, J. Quality retention in strawberry and carrot purees dried with Refractance Window system. **Journal of Food Science**, v. 67, p.1051–1056, 2002.
- ADECE-Agência de Desenvolvimento do Estado do Ceará S/A. **Perfil da produção de frutas brasil-Ceará 2013**. Disponível em: <[www.adece.ce.gov.br/.../perfil\\_da\\_producao\\_de\\_frutas\\_brasil\\_ceara\\_2013\\_frutal.pdf](http://www.adece.ce.gov.br/.../perfil_da_producao_de_frutas_brasil_ceara_2013_frutal.pdf)>. Acesso em: 23 de jan. 2014.
- AGRICULTURA RURAL, **Mercado de fruta, 2013**. Disponível em: <<http://agricultura.ruralbr.com.br/noticia/2013/10/mercado-de-frutas-fica-desabastecido-para-exportacoes-devido-a-seca-no-nordeste-4290573.html>> Acesso em: 05 de jan. 2014.
- AGUILERA J. M., DEL VALLE J. M., KAREL M.. *Caking* phenomena in amorphous food powders. **Trends in Food Science and Technology**, vol. 6,1995.
- AL-MUHTASEB, A. H.; MCMINN, W. A. M.; MAGEE, T. R. A. Water sorption isotherms of starch powders Part 1: Mathematical description of experimental data. **Journal of Food Engineering**, v.61, p.297-307, 2004.
- ALVES, C. C. O.; RESENDE, J. V.; CRUVINEL, R. S. R.; PRADO, M. E. T. Estabilidade da microestrutura e do teor de carotenóides de pós obtidos da polpa de pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.) liofilizada. **Rev. Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n.4, p. 830-839. out.-dez.2008.
- ANDRADE, P. F. DE S. **Análise da conjuntura agropecuária safra 2011/12**. Departamento de Economia rural, Secretaria da Agricultura e do Abastecimento, Estado do Paraná, 2012. 9 p.
- ANDRADE, R.D.; LEMUS, R.; PÉREZ, C. E. Models of sorption isotherms for food: uses and limitations. **Vitae, revista de la facultad de química farmacéutica.**, Colombia, v. 18, n. 3, p. 325-334, 2011.
- ANSELMO, G. C. S.; MATA, M. E. R. M. C.; ARRUDA, P.C de. Determinação da higroscopicidade do cajá em pó por meio da secagem por atomização. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, Campina Grande, v. 6, n 002, p. 58-65, 2006.
- ARANHA, F.Q.; MOURA, L.S.A.; SIMÕES, M.O.S. *et al.* Normalização dos níveis séricos de ácido ascórbico por suplementação com suco de acerola (*Malpighia glabra* L.) ou farmacológica em idosos institucionalizados. **Revista de Nutrição**, Campinas, v.17, n.3, p.309-317, 2004.
- ARAÚJO, A. L. de S.; LEITE, A. P. F.; MARCONDES, F. **Simulação do ciclo de adsorção em um refrigerador solar**. Disponível em: <<http://pintassilgo2.ipen.br/biblioteca/cd/conem/2000/MC8806.pdf>>. Acesso em: 29 nov. 2012.

- ARAÚJO, S. R. F. **Elaboração de misturas em pó das polpas de mamão e acerola.** Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, 2013. 96 p.
- BARBOSA, S. J. **Qualidade de suco de pó de mistura de frutas obtido por *spray drying*.** Dissertação (mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Produção Vegetal no Semiárido, Universidade Estadual de Montes Claros, Minas Gerais, 107p., 2010.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R.E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**, 1. Ed. Editora da Unicamp, Campinas, 2001.
- BLAHOVEC, J. Sorption isotherms in materials of biological origin mathematical and physical approach. **Journal of Food Engineering**, v.65, p. 489-495, 2004.
- BLISKA, F. M. M.; LEITE, R. S. S. F. Aspectos econômicos e de mercado. In: SÃO JOSÉ, A. R.; ALVES, R.E. **Acerola no Brasil: produção e mercado.** Vitória da Conquista : DFZ/UESB, 1995.p.107-123.
- BRAGA, A. C. D.; LIMA, M. dos S.; AZEVEDO, L. C.; RAMOS, M. E. C. Caracterização do resíduo de acerola (*malpighia glabra* l.), extraído do decanter no processo de clarificação do suco. In: Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica (CONNEPI), 5, 2010, Maceió. **Anais do...** Maceió, 2010. Não paginado.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 272, de 22 de setembro de 2005, que dispõe sobre o Regulamento Técnico para produtos de vegetais, produtos de frutas e cogumelos comestíveis, **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 2005b.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 269, de 22 de setembro de 2005, que dispõe sobre o Regulamento Técnico sobre a ingestão diária recomendada (IDR) de proteína, vitaminas e minerais, **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 2005a.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento **Instrução Normativa nº 01, de 7 De Janeiro de 2000.** Regulamento Técnico Geral para fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para polpa de fruta. 2000.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Projeções do Agronegócio: Brasil 2012/2013 a 2022/2023. Assessoria de Gestão Estratégica.–Brasília : Mapa/ACS, 2013. 96 p.
- BRUNAUER, S. **The absorption of the gases and vapors I. Physical adsorption.** Princeton: Princeton University Press, 1943.
- BUREAU, S.; QUILOT-TURION, B.; SIGNORET, V.; RENAUD, C.; MAUCOURT, M.; BANCEL, D.; RENARD, C. M. G. C. Determination of the composition in sugars and organic acids in peach using mid infrared spectroscopy: Comparison of prediction results according to data sets and different reference methods. **Analytical Chemistry**, v. 85, p. 11312–11318, 2013.

- CAPARINO, O.A.; TANG, J.; NINDO, C.I.; SABLANI, S.S.; POWERS, J.R.; FELLMAN, J.K. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. **Journal of Food Engineering**, v.111, p.135–148, 2012.
- CARLOS, L. de A.; RESENDE, J. V. de.; e CAL-VIDAL, J. Redução da Higroscopicidade de Pós Liofilizados pela Indução da Cristalização em Soluções-Modelo de Açúcares Constituintes de Frutas. **Braz. J. Food Technol.**, v.8, n.2, p. 163-173, abr./jun. 2005.
- CARPENTIERI-PÍPOLO, V.; PRETE, C.E.C.; GONZALEZ, M.G.N. *et al.* Novas cultivares de acerola (*Malpighiaemarginata D.C.*). UEL 3 (Dominga) - UEL 4 (Lígia) - UEL 5 (Natália). **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v.24, n.1, p.124-126, 2002.
- CARVALHO, R.A. Análise econômica da produção de acerola no município de Tomé-Açú, Pará. Belém: **Embrapa Amazônia Oriental**, 2000. 21p.
- CATELAM, K. T.; TRINDADE, C. S. F.; ROMERO, J. T. Water adsorption isotherms and isosteric sorption heat of spray-dried and freeze-dried dehydrated passion fruit pulp with additives and skimmed milk. **Ciênc. agrotec.**, Lavras, v. 35, n. 6, p. 1196-1203, nov./dez., 2011.
- CAVALCANTI MATA, M. E. R. M.; MEDEIROS, S. S. A.; DUARTE, M. E. M. Microencapsulamento do umbu em pó com diferentes formulações de maltodextrina: estudo do tamanho das partículas por microscopia eletrônica. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.7, n.1, p.59-70, 2005
- CEARA PORTOS. Informativo Impresso. Ano V, n. 22, dez-jan, 2005.
- CELESTINO, S. M. C. **Princípios de Secagem de Alimentos**. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 2010. 51p.
- CEPLAC- Comissão Executiva de Planejamento da Lavoura Cacaueira. **Produção acerola, 2012**. Disponível em: <<http://www.ceplac.gov.br/radar/acerola.htm>>. Acesso em 27. Nov. 2012.
- CHAVES, M. DA C. V.; GOUVEIA, J. P.G. DE; ALMEIDA, F. DE A. C.; LEITE, J. C. A.; SILVA, .; F. L. H. DA. Caracterização físico-química do suco da acerola. **Revista de biologia e ciências da terra**, vol.4, n. 2, 2004, não paginado.
- CHERIEGATE, Ana Paula de Souza Corrêa. **Análise microestrutural da polpa de amora-preta (*Rubus spp.*) co-cristalizada por sacarose**. 2012. 93 f. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos. Curitiba, 2012.
- CHIRIFE, J.; TIMMERMANN, E. O.; Iglesias, H. A.; Boquet, R. Some features of the parameter k of the GAB equation as applied to sorption isotherms of selected food products. **Journal of Food Engineering**, v. 15, n. 1, p. 75-82, 1992.
- CHITARRA, M. I. F. e CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutas e hortaliças: fisiologia e manuseio**. 2ª. Edição, Lavras: UFLA, 2005. 785p.
- COSTA, J.M.C. **Grau de *caking* e higroscopicidade de leite de coco em pó (*Cocos nucifera L.*) atomizado**. Tese de mestrado. ESAL, Larvas, MG, 1989.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras : materiais poliméricos, metálicos e semicondutores.** – Porto Alegre : EDIPUCRS, 2007.

DORACI. **Espectroscopia na região infravermelho.** Disponível em: <[www.doraci.com.br/downloads/.../espectroscopia-infravermelho.pdf](http://www.doraci.com.br/downloads/.../espectroscopia-infravermelho.pdf)>. Acesso em: 11 jan. 2014.

DOWNTON, G.E.; FLORES-LUNA, J.L.; KING, C.J. Mechanism of stickiness in hygroscopic, amorphous powders. **Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals**, v. 21, p. 447–451, 1982

ENDO, E.; BORGES, S. V.; DAIUTO, E. R.; CEREDA, M. P.; AMORIM, E. Avaliação da vida de prateleira do suco de maracujá (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) desidratado. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v.27, n. 2, p. 382-386, abr.-jun. 2007.

FELLOWS, P.J. **Tecnologia do processamento de alimentos – Princípios e práticas.** São Paulo, SP, Editora Artmed, 2006. 602p.

FERRARI, C. C.; RIBEIRO, C. P.; AGUIRRE, J. M. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 15, n. 2, p. 157-165, abr./jun. 2012.

FERREIRA, C.D.; PENA, R.S. Comportamento higroscópico da farinha de pupunha (*Bactris gasipaes*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.23, n.2, p.251-255, 2003.

FRANÇA, V. C.; NARAIN, N. Caracterização química dos frutos de três matrizes de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.). **Rev. Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, vol. 23, n. 2, p. 157-160, 2003.

FREITAS, C.A.S.; MAIA, G A.; COSTA, J.M.C.; FIGUEIREDO, R.W.; SOUSA, P.H.M. Acerola: produção, composição, aspectos nutricionais e produtos. **Revista Brasileira de Agrociência**, Pelotas-RS, v. 12, n. 4, p. 395-400, out-dez, 2006.

GAVA, A. J. **Tecnologia de Alimentos: Princípios e aplicações.** São Paulo: Ed. Nobel, 2009.

GODOY, R. C. B. DE.; MATOS, E. L. S.; AMORIM, T. DA S.; NETO, M. A. DE S.; RITZINGER, R.; WASZCZYNSKYJ, N. Avaliação de genótipos e variedades de acerola para consumo *in natura* e para elaboração de doces. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Curitiba v. 26, n. 2, p. 197-204, jul./dez. 2008.

GOMES, P. M. A.; FIGUEIREDO, R.M.S.; QUEIROZ, A. J. M. Armazenamento da polpa de acerola em pó a temperatura ambiente. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, 24(3): 384-389, jul.-set. 2004.

GOMES, P. M. DE A.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. DE; QUEIROZ, A. J. DE M. Caracterização e isoterma de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.4, n.2, p.157-165, 2002.

- GOULA, A. ADAMOPOULOS, K. Effect of maltodextrina addition during spray dryin of tomato pulp in dehumified air: I. Drying kinetics and recovery. **Dry Technol**, v. 26, n.6, p. 714-725, 2008.
- GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovate Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 342-351, 2010.
- GOULA, A. M.; KARAPANTSIOS, T. D.; ACHILIAS, D. S.; ADAMOPOULOS, K. G. Water sorption isotherms and glass transition temperatureof spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**,v. 85, p. 73–83, 2008.
- HUNTERLAB. **Color Measurement of Translucent Materials**. Hunter Associates Laboratory, Incorporated 9529. Lee Highway, Fairfax Va.22030, USA. 1978.
- IAL- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos**. 4ª ed., 1ª Ed. Digital, São Paulo: 2008.
- IBRAF- Instituto Brasileiro de Frutas. **Fruticultura, 2012**. Disponível em: <[http://www.ibraf.org.br/imprensa/0901\\_FrutasBrasileirasAscensao.asp](http://www.ibraf.org.br/imprensa/0901_FrutasBrasileirasAscensao.asp)>. Acesso em 16. Nov. 2012.
- IICA – Instituto Interamericano de Cooperação para a Agricultura. **Exportação de frutas, 2012**. Diponível em: <<http://www.iica.int/Esp/regiones/sur/brasil/Lists/clipping/DispForm.aspx?ID=5085>>. Acesso em: 25 de fev. 2013.
- IPECE – Istituto de Pesquisa e Estratégia Econômica do Ceará. **Exportação Ceará, 2012**. Disponível em: <<http://www.ipece.ce.gov.br/news/ceara-ocupa-1a-posicao-nas-exportacoes-de-frutas>>. Acessoem: 25 de fev. 2013.
- JANGAM, S.V.; LAW, C.L.; MUJUMDAR, A.S. **Drying of Foods, Vegetables and Fruits**, Vol. 1. 2010. 232 p.
- JARDIM, D. C. P.; GERMER, S. P. M. **Atividade de água em alimentos**. Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1997.
- JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vaccum dried mango powders properties.**Journal of Food Engineering**, v. 63, p. 125-134, 2004.
- KNIGHT, J. Origin and world importance of tropical and sub-tropical fruits crops. In: NAGY, S.; SHAW, P.E. **Tropical and sub-tropical fruits: composition, properties and uses**. Westport: Avi, 1980. p.1–120.
- LACERDA, M. A. D. de; LACERDA, R. D. de; ASSIS, P. C. De O.A participação da fruticultura no agronegócio brasileiro. **Revista de biologia e ciências da terra**, Paraíba, v.4, n.1, 2004. Não paginado.
- LANCHA, J. P.; GERMER, S. P. M.; DALLA DEA, R. C.; FERRARI, C. C.; ALVIM,. I. D. Desidratação de polpa de pitanga e jabuticaba em spray dryer: Condições de processo e propriedades físico-químicas do pó. *In*: CONGRESSO INTERINSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 6, 2012. **Anais...** Jaguariúna, 2012.

- LANDIM, E. M. C. **Obtenção, caracterização e avaliação da estabilidade de pigmentos naturais microencapsulados.** Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza , 2008, 89 p.
- LEITE, J. C. A.; SILVA, M. M. da; GOUVEIA, J. P. G. de; ALMEIDA, F. DE A. C.; PEDROZA, J. P. Calor isostérico da polpa de banana variedades maçã e nanica. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.6, n.2, p.171-178, 2004.
- LIMA, E. E. DE; SILVA, A. S.; FIGUEIREDO, R. M. de F.; QUEIROZ, A. J. de M. Estudo das isotermas e calor isostérico de adsorção da Farinha da coroa de frade. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.10, n.2, p.163-170, 2008.
- LIMA, V.L.A.G.; MUSSER, R.S.; LEMOS, M.A. *et al.* Análise conjunta das características físico-químicas de acerola (*Malpighiaemarginata* D.C.) do banco ativo de germoplasma em Pernambuco. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE FRUTICULTURA, 17., 2002a, Belém, **Anais...** Belém: SBF, 2002.
- LOMAURO, C. J.; BAKSHI, A.S.; LABUZA, T. P. Moisture Transfer Properties of Dry and Semimoist Foods. **Journal of Food Science**, v. 50, n. 2, p. 397-400, 1985.
- LOUREIRO, M. das N.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. de; QUEIROZ, A. J. de M.; OLIVEIRA, E. N. A. de. Armazenamento de buriti em pó: efeito da embalagem nas características físicas e químicas. **Biosci. J.**, Uberlândia, v. 29, n. 5, p. 1092-1100, 2013
- MACIEL, M. I. S.; MÉLO, E.; LIMA, V.; SOUZA, K. A.; SILVA W. Caracterização físico-química de frutos de genótipos de aceroleira (*Malpighiaemarginata*D.C.). **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 30(4): 865-869, out.-dez. 2010
- MARQUES, L. G. **Liofilização de frutas tropicais.** Tese (Doutorado) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 293 p., 2008.
- MATA, M.E.R.M.C.; DUARTE, M.E.M.; ALSEMO, G.C.S.; RODRIGUES, E.; GUEDES, M.A.; CAVALCANTI, A.S.R.R.M.; OLIVEIRA, C.C.A. Obtenção de graviola em pó pelo processo de liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, Especial, v.7, n.2, p.165-172, 2005.
- MATSUURA, F. C. A. U.; CARDOSO, R. L.; FOLEGATTI, M. I. DA S.; OLIVEIRA, J. R. P.; OLIVEIRA, J. A. B. DE; SANTOS, D. B. DOS. Avaliações físico-químicas em frutos de diferentes genótipos de acerola (*Malpighiapunicifolia* l.). **Rev. Bras. Frutic.**, Jaboticabal - SP, v. 23, n. 3, p. 602-606, dezembro 2001.
- MENEZES, A. R. V.; JÚNIOR, A. S.; CRUZ, H. L. L.; ARAUJO, D. R.; SAMPAIO, D. D. Estudo comparativo do pó da acerola verde obtido em estufa por circulação de ar e por liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.11, n.1, p.1-8, 2009.
- MESQUITA, P.C.; VIGOVA, Y.G. La acerola. Fruta marginada de Americacon alto contenido de ácido ascórbico. **Alimentaria**, Madrid, v.37, n.309, p.113-126, 2000.
- MILLER, G. L. Use of dinitrosalicylle acid for determination of reducing sugar. *Anal. Chem*, 11, 426-428, 1959.

- MOREIRA, T. B.; ROCHA, E. M. F. F.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Comportamento das isotermas de adsorção do pó da polpa de manga liofilizada. **Rev. Bras. Eng. Agríc. Ambiental**, v.17, n.10, p.1093–1098, 2013.
- MOREIRINHA, A. C. F. **Utilização da Espectroscopia de Infravermelho para análise de fiambre**. Dissertação (Mestrado) - Universidade de Aveiro, Departamento de Biologia, 2009. 71 p.
- MOSQUERA, L. H.; MORAGA, G.; MARTÍNEZ-NAVARRETE, N. Effect of maltodextrin on the stability of freeze-dried borojó (*Borojoa patinoi* Cuatrec.) powder. **Journal of Food Engineering**, vol. 97, p. 72–78, 2010.
- MOURA, Suelane Medeiros. **Estabilidade de acerola em pó oriunda de cultivo orgânico**. Dissertação (Mestrado) – Universidade federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias, Depto. de Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2010. 115 p.
- MUSSER, R.S. Situação atual e perspectivas da acerola. in: SÃO JOSÉ, A.R.; ALVES, R. E. **Acerola no Brasil: produção e mercado**. Vitória da Conquista : DFZ/UESB, 1995.p.4 - 6.
- NANNI, Sara. Exportação exige alta qualidade. **Rev.Cienc. Cult.**, v.55, n.3, p.07-08, 2003.
- NIJDAM, J.J. e LANGRISH, T.A.G.. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 4, p. 919-925, dez. 2006.
- NISHI, A.C.F; ASQUIERI, E. R.; CONCEIÇÃO, E. C. Influência das condições de secagem por atomização sobre as propriedades do Yacon (*Smallanthus sonchifolius*) em pó. In: 63º REUNIÃO ANUAL DA SBPC (SOCIEDADE BRASILEIRA PARA O PROGRESSO DA CIÊNCIA). **Anais...**, UFG, Goiânia, GO, 2011.
- OLIVEIRA, A. C. DE; FILHO S. M. DE F. Um paralelo entre os produtores de frutas do polo petrolina-juazeiro com os fruticultores de toda a área de atuação do BNB. **Revista de desenvolvimento econômico**, Salvador, ano XVI, n. 26, p. 13-25, 2012.
- OLIVEIRA, F. M. N.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Análise comparativa de polpas de pitanga integral, formulada e em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.8, n.1, p.25-33, 2006.
- OLIVEIRA, G. S. **Aplicação do processo de liofilização na obtenção de cajá em pó: avaliação das características físicas, físico-químicas e higroscópicas**. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceara, Centro de Ciências Agrárias, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2012, 83 p.
- OLIVEIRA, J.R.P. de.; SOARES FILHO, W. dos S.; CUNHA, R.B. da. A cultura da acerola no Brasil. Cruz das Almas, BA: **EMBRAPA-CNPMF**, 1998. 35p. (EMBRAPA-CNPMF. DOCUMENTOS, 85).
- OLIVEIRA, M. A. de. **Influência de adjuvantes de secagem sobre as propriedades de suco de caju atomizado**. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceara, Centro de Ciências Agrárias, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2008, 63 p.

- OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R.. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 20, n. 4, p. 641-650, ago-set, 2010.
- OLIVEIRA, V. S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Caracterização físico-química e comportamento higroscópico de sapoti liofilizado. **Revista Ciência Agronômica**, v. 42, n. 2, p. 342-348, abr-jun, 2011.
- ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de Alimentos: componentes dos alimentos e processos**. Porto Alegre: Artmed. v. 1, 294 p, 2005.
- ORMENESE, R. C. S. C. **Obtenção de farinha de banana verde por diferentes processos de secagem e aplicação em produtos alimentícios**. Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, SP: [s.n], 2010.
- PADILHA, A.F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de análise microestrutural**. Editora Hemus. São Paulo: 2004.
- PALIPANE, K.B.; DRISCOLL, R.H. Moisture sorption characteristics of in-shell macadamia nuts. **Journal of Food Engineering**, London, v.18, n.1, p.63-76,1992.
- PARK, K. J. B.; PARK, K. J.; CORNEJO, F. E. P.; FABBRO, I. M. D. Considerações termodinâmicas das isotermas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v.10, p.83-94, 2008.
- PARK, K. J.; ANTONIO, G. C.; OLIVEIRA, R.A. de; PARK. K. J. B. **Conceitos de processo e equipamentos de secagem**.Campinas, 127 p, 2007.
- PARK, K. J.; BIN, A.; BROD, F. P. R. Obtenção das isotermas de sorção e modelagem matemática para a pêra bartlett (*Pyrus* sp.) com e sem desidratação osmótica. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 21(1): 73-77, jan.-abr. 2001
- PARK, K. J.; YADO, M. K. M.; BROD, F. P. R. Estudo de secagem de pêra bartlett (*pyrus* sp.) em fatias. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 21(3): 288-292, set-dez. 2001.
- PEDRO, M. A. M.; TELIS-ROMERO, J.; TELIS, V. R. N. Effect of drying method on the adsorption isotherms and isosteric heat of passion fruit pulp powder. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.30, p.993-1000, 2010.
- PENA, R.S.; RIBEIRO, C.C.; GRANDI, J.G. Aplicação de modelos matemático bi e tripamétricos na predição das isotermas de adsorção de umidade de guaraná (*Paulliniacupuna*) em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 20, n. 1, p. 8-11, 2000.
- PIMENTEL, M. L.; MAIA, G. A.; OLIVEIRA, G. S. F. Influência do processamento sobre a vitamina C do suco da acerola (*Malpighia glabra* L.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 23, n.1, p.143-146, 2001.
- PIZZOLATTI, 2014. **Espectroscopia molecular**. Disponível em: <<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAjKoAI/apostila-espectroscopia-no-infravermelho#>>. Acesso em 11 jan. 2014.
- QUEK, S. Y.; CHOK, N. K.; SWEDLUND, P. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powder. **Chemical Engineering and Processing**, v. 46, n. 5, p. 386-392, 2007.

RESENDE, O.; CORRÊA, P. C.; GONELI, A. L. D.; RIBEIRO, D. M. Isotermas e Calor Isostérico de Sorção do Feijão. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v.26, n. 3, p. 626-631, jul.-set. 2006.

RITZINGER, Rogério e RITZINGER, Cecília Helena Silvino Prata. Acerola. **Cultivo tropical de fruteiras**. Informe Agropecuário, Belo Horizonte, v.32, n.264, p.17-25, set./oul. 2011.

RODOVALHO, R. **Determinação e modelagem matemática das isotermas de sorção do arroz-vermelho (*Oryza sativa* L.)**. Dissertação (mestrado) – Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2008, 82 p.

RODRIGUEZ-SAONA, L., FRY, F., MCLAUGHLIN, M.; CALVEY, E. Rapid analysis of sugars in fruit juices by FT-NIR spectroscopy. **Carbohydrate Research.**, v. 336, p. 63-74, 2001.

ROSA, E.D.; TSUKADA, M.; FREITAS, L.A.P. **Secagem por atomização na indústria alimentícia: fundamentos e aplicações**. 12 p. Disponível em: <<http://www.fcf.usp.br/Ensino/Graduacao/Disciplinas/Exclusivo/Inserir/Anexos/LinkAnexos/secagem%20de%20materiais.pdf>>. Acesso em 28 nov. 2012.

ROSA, G. R.; RIGON, L.; CORRÊA, S.; REETZ, E.; VENCATO, A.; BELING, R. R. **Anuário Brasileiro de fruticultura**. Santa Cruz do Sul – RS, Editora Gazeta Santa Cruz, 2006, 136p.

SCHIMIDT, C. A. P.; PEREIRA, C.; ANJOS, G. DOS; LUCAS, S.D. M. Formulação e avaliação sensorial hedônica de iogurte com polpa de Acerola. **Revista eletrônica científica inovação e tecnologia**. v. 1, n. 5, p. 10-14, 2012.

SIERRA, D. M.; ROSA, N. N.; GABAS, A. L. **Influência da Adição de maltodextrina na Atomização de Polpa de Manga em ‘Spray Dryer’**. Disponível em: <https://uspdigital.usp.br/siicusp/cdOnlineTrabalhoVisualizarResumo?numeroInscricaoTrabalho=593&numeroEdicao=15>. Acesso em: 25 fev. 2013.

SILVA, M. B. da; ARAUJO, J. F.; BATISTA, F. P. R.; GALVÃO, E. R.; SANTANA, M. de B. Produção e qualidade de acerola com uso de biofertilizantes líquidos sob cultivo biodinâmico. VII Congresso Brasileiro de Agroecologia – Fortaleza/CE. **Cadernos de Agroecologia**, vol 6, n. 2, 2011.

SILVA, Y. C.; MATA, M. E. R. M. C.; DUARTE, M. E. M.; CAVALCANTI, A. S. R. DE R. M.; GUEDES, M. A.; OLIVEIRA, C. C. A. Determinação do calor isostérico de sorção e da entropia diferencial do cajá em pó microencapsulado com diferentes formulações. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.8, n.2, p.103-109, 2006.

SOCACIU, C.; FETEA, F.; RANGA, F. IR and Raman Spectroscopy – Advanced and Versatile Techniques for Agrifood Quality and Authenticity Assessment. **Bulletin UASVM Agriculture**, v.66, n. 2, p. 459-464, 2009.

STROHECKER, R.; HENNING, H. M. **Análisis de vitaminas: métodos comprobados**. Madrid: Paz Montalvo, 1967. 428 p.

TANAKA, Deise Luciane. **Influência da desidratação por spray dryingsobre o teor de ácido ascórbico no suco de acerola (*malpighia spp*)**. Dissertação (Mestrado em alimentos e

Nutrição) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, UNESP- Universidade Estadual Paulista “Professor Júlio de Mesquita Filho”, Araraquara, 2007. 56p.

TEIXEIRA, M. e MONTEIRO, M. Degradação da vitamina c em suco de fruta. **Alim. Nutr.**, Araraquara, v.17, n.2, p.219-227, abr./jun. 2006.

TELIS-ROMERO, J.; KOHAYAKAWA, M. N.; SILVEIRA JR, V.; PEDRO, M. A. M.; GABAS, A. L. Enthalpy-entropy compensation based on isotherms of mango. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 25, n. 2, p. 297-303, abr.-jun, 2005.

TEMÓTEO, J. L. M.; GOMES, E. M. S.; SILVA, E. V. L.; CORREIA, A. G. S.; SOUSA, J. S. Avaliação de vitamina c, acidez e ph em polpas de acerola, cajá e goiaba de uma marca comercializada em Maceió – Alagoas. In: CONGRESSO NORTE NORDESTE DE PESQUISA E INOVAÇÃO. 2012. **Anais...** Palmas, Tocantins, 2012.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae Mart.*) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p. 411-418, out. 2008.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açai em pó. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 29, n.2, p. 444-450, abr.-jun. 2009.

URATA, M. Satake e Matsubara LTDA.; mai/jun. São Paulo-SP; 1994.

WOLF, W., SPIESS, W.E.L., JUNG, G. Sorption isotherms and water activity. Influence of food materials. **Elsevier Sciences Publishing Co.**, New York ,1985.