



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

**CARLOS ELIARDO BARROS CAVALCANTE**

**SECAGEM DE POLPA DE GRAVIOLA EM SPRAY-DRYER E LIOFILIZADOR:**  
**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS, HIGROSCÓPICAS E**  
**MORFOLÓGICAS**

**FORTALEZA**  
**2016**

CARLOS ELIARDO BARROS CAVALCANTE

SECAGEM DE POLPA DE GRAVIOLA EM SPRAY-DRYER E LIOFILIZADOR:  
AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS, HIGROSCÓPICAS E  
MORFOLÓGICAS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. José Maria Correia da Costa.

FORTALEZA

2016

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária  
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

C364s Cavalcante, Carlos Eliardo Barros.  
Secagem de polpa de graviola em spray-dryer e liofilizador: : avaliação das características físico-químicas, higroscópicas e morfológicas / Carlos Eliardo Barros Cavalcante. – 2016.  
108 f. : il. color.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2016.  
Orientação: Prof. Dr. José Maria Correia da Costa.

1. Polpa de fruta. 2. Otimização. 3. Metodologia de superfície de resposta. 4. Isotermas de adsorção. 5. Estabilidade. I. Título.

CDD 664

---

CARLOS ELIARDO BARROS CAVALCANTE

SECAGEM DE POLPA DE GRAVIOLA EM SPRAY-DRYER E LIOFILIZADOR:  
AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS, HIGROSCÓPICAS E  
MORFOLÓGICAS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Aprovada em: 23/08/2016.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. José Maria Correia da Costa (Orientador)

Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Sueli Rodrigues

Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Andréa Cardoso de Aquino

Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Érica Milô de Freitas Felipe Rocha

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN)

---

Dr. Edy Sousa de Brito

Embrapa Agroindústria Tropical - CE

Aos meus pais, Vilma e Eduardo.

## AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal do Ceará, ao Programa de Pós Graduação de Ciência e Tecnologia de Alimentos e ao Departamento de Tecnologia de Alimentos pela formação profissional concedida desde minha graduação.

Ao CNPq, através do INCT, pelo apoio financeiro na execução deste projeto.

À Embrapa Agroindústria Tropical, em especial ao pesquisador Edy Sousa de Brito, pela contribuição e pelo apoio na realização de parte deste estudo.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará – Campus Ubajara, na figura do diretor geral Agamenon Carneiro de Mendonça e aos meus colegas, pela força, compreensão e ajuda fornecida ao longo de minha pós-graduação.

Ao Prof. Dr. José Maria Correia da Costa, pela excelente orientação no desenvolvimento deste projeto e por me ensinar a ser um profissional melhor.

Ao Prof. Dr. Marcos Rodrigues Amorim Afonso, pela atenção disponibilizada e as valiosas sugestões dadas a mim na execução deste estudo.

Aos professores e pesquisadores participantes da banca examinadora de defesa Sueli Rodrigues, Andréa Cardoso de Aquino, Érica Milô de Freitas Rodrigues e Edy Sousa de Brito pela disponibilidade e contribuições realizadas.

Aos professores do Departamento de Tecnologia de Alimentos, pelo conhecimento repassado ao longo da minha graduação, mestrado e doutorado.

Aos estudantes estagiários, bolsistas, agregados e amigos do Laboratório de Controle de Qualidade e Secagem de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, pela presteza, amizade e conhecimentos trocados ao longo do desenvolvimento deste estudo.

Aos funcionários do Departamento de Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, em especial ao Paulo, Luís, Perreira e Augusto pela ajuda, paciência e incentivo me dado desde de minha graduação.

Aos amigos sinceros que fiz durante minha jornada que contribuíram profissionalmente e emocionalmente para me tornar o ser humano que sou hoje.

À minha mãe, Vilmacy Rodrigues Barros, a mulher mais forte e íntegra que já conheci, que me ensinou que a fé e o amor são as duas grandes forças que devem mover nossas vidas. Seu incentivo e fé me fizeram chegar até aqui.

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo a obtenção de polpa de graviola em pó por dois métodos de secagem (spray-dryer e liofilização). Inicialmente, avaliou-se a influência das condições (temperatura do ar de entrada no processo em spray-dryer, tempo de secagem no processo em liofilizador e concentração de maltodextrina como adjuvante de secagem em ambos os processos) sobre o rendimento, a umidade e a higroscopicidade dos pós obtidos utilizando planejamentos experimentais. As polpas de graviola em pó obtidas em ambos os processos foram caracterizadas quanto aos aspectos físico-químicos, higroscópicos e morfológicos. Os resultados indicaram que para a secagem em spray-dryer as melhores condições foram 169 °C como temperatura de entrada do ar e 17% de maltodextrina; enquanto para a secagem em liofilizador, as melhores condições foram 24% de maltodextrina e um tempo de secagem de 24 horas. As amostras produzidas em tais condições apresentaram-se com boa qualidade nos aspectos físico-químicos. A polpa de graviola em pó obtida em spray-dryer caracterizou-se como sendo ligeiramente higroscópica e com muita formação de *caking*, apresentou partículas no formato esférico, tamanhos variados e superfície lisa e uniforme, ao passo que a obtida por liofilização se caracterizou como sendo não higroscópica e com pouca formação de *caking*, apresentou partículas sem qualquer simetria, desordenadas, sem repetição de formas. Ambos os pós revelaram isotermas de adsorção do tipo III (Formato J), característico de alimentos com alto teor de açúcar, sendo que os modelos que melhor se ajustaram foram o de GAB, para o pó obtido por spray-dryer, e o de OSWIN, para o obtido por liofilização. Em seguida, avaliou-se a estabilidade destes pós armazenados em embalagens laminadas, sob condições ambientais, e concluiu-se que o armazenamento foi eficaz na manutenção da qualidade de ambos os pós por um período de 180 dias.

**Palavras-chave:** Polpa de fruta. Otimização. Metodologia de superfície de resposta. Isotermas de adsorção. Estabilidade.

## ABSTRACT

This study aimed to obtain soursop pulp powder by two drying methods (spray-drying and freeze drying). Initially, we evaluated the influence of process conditions (inlet air temperature in the spray-drying process, drying time in the freeze drying process and concentration of maltodextrin as a drying aid in both cases) on yield, moisture and the hygroscopicity of these powders through experimental design. Pulps soursop powder obtained in both cases were characterized physico-chemical aspects, hygroscopic and morphological. The results indicated that for spray-drying process the best conditions are the use of 169 ° C as inlet air temperature and 17% maltodextrin, while for freeze drying process the best conditions were the use of 24% maltodextrin and a drying time of 24 h. Samples produced under these conditions had good physico-chemical aspects. The soursop pulp powder obtained in spray-drying process was characterized as being non-hygroscopic and too much caking formation, particles in spherical shape, varying sizes and smooth and uniform surface, in other hand the soursop pulp powder obtained in freeze drying process was characterized as non-hygroscopic and little caking formation, with particles without symmetry, disordered, without repetition of forms. Both powders presented adsorption isotherms type III (Format J), characteristic of foods with high sugar content, and the models that best set were the GAB for the powder obtained by spray-drying process and the OSWIN to that obtained by freeze drying process. Next, was assessed the stability of these powders stored in laminated packs under ambient conditions and it was found that storage under these conditions was effective in maintaining the quality of both the post for a period of 180 days.

**Keywords:** Fruit pulp. Optimization. Response surface methodology. Adsorption isotherms. Stability

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Tipos de isotermas descritas por Brunauer, Deming e Teller (Adaptado de MATHLOUTHI; ROGÉ, 2003) .....	24
Figura 2 – Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para a variável resposta umidade em função das variáveis independentes (temperatura de entrada do ar e concentração de maltodextrina) para a polpa de graviola desidratada em spray-dryer .....	46
Figura 3 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes - Barra = 50 $\mu\text{m}$ (A) e aumento de 500 vezes - Barra = 20 $\mu\text{m}$ (B), da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 $^{\circ}\text{C}$ e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem .....	50
Figura 4 – Isotermas de adsorção de acordo com o modelo GAB a 25, 30, 35 e 40 $^{\circ}\text{C}$ para a polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 $^{\circ}\text{C}$ e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem .....	53
Figura 5 – Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para a variável resposta umidade em função das variáveis independentes (tempo de secagem e concentração de maltodextrina) para a polpa de graviola desidratada em liofilizador .....	66
Figura 6 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes - Barra = 50 $\mu\text{m}$ (A) e aumento de 500 vezes - Barra = 20 $\mu\text{m}$ (B), da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem .....	70
Figura 7 – Isotermas de adsorção de acordo com o modelo OSWIN a 25, 30, 35 e 40 $^{\circ}\text{C}$ para a polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem .....	74

- Figura 8 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes (Barra = 50  $\mu\text{m}$ ) durante o armazenamento da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem ..... 89
- Figura 9 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes (Barra = 50  $\mu\text{m}$ ) durante o armazenamento da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem ... 89

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Níveis do planejamento experimental para secagem da polpa de graviola em spray-dryer .....	35
Tabela 2 – Padrões da higroscopicidade .....	40
Tabela 3 – Padrões do grau de <i>caking</i> .....	41
Tabela 4 – Modelos matemáticos utilizados para o ajuste das isotermas de adsorção da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer .....	43
Tabela 5 – Planejamento composto central rotacional utilizado para a secagem em spray-dryer e resultados médios observados para os parâmetros de rendimento, higroscopicidade e umidade .....	44
Tabela 6 – Caracterização físico-química da polpa de graviola integral e em pó obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem .....	47
Tabela 7 – Parâmetros higroscópicos da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem .....	49
Tabela 8 – Parâmetros dos modelos matemáticos para representação das isotermas de sorção da polpa de graviola em pó formulada com 17% de maltodextrina e obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 °C .....	51
Tabela 9 – Níveis do planejamento experimental para secagem da polpa de graviola em liofilizador .....	62
Tabela 10 – Planejamento composto central rotacional utilizado para a secagem em liofilizador e resultados médios observados para os parâmetros de rendimento, higroscopicidade e umidade .....	65
Tabela 11 – Caracterização físico-química da polpa de graviola integral e em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem .....	68
Tabela 12 – Parâmetros higroscópicos da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem .....	69
Tabela 13 – Parâmetros dos modelos matemáticos para representação das isotermas de sorção da polpa de graviola em pó formulada com 24% de maltodextrina	

	e obtida por secagem em liofilizador por 24 horas .....	71
Tabela 14 –	Valores médios, equações e coeficientes de regressão para os parâmetros de acidez titulável, pH, vitamina C e para os parâmetros de cor de luminosidade (L*), intensidade de verde (-a*), intensidade de amarelo (+b*), croma (C*) e ângulo Hue (H0*) da polpa de graviola em pó obtida por spray-dryer (17% m/m de maltodextrina e 169 °C como temperatura de secagem) e liofilização (24% m/m de maltodextrina e 24 horas de secagem) armazenadas em embalagens laminadas por 180 dias sob condições ambientais .....	83
Tabela 15 –	Valores médios, equações e coeficientes de regressão para os parâmetros de umidade, atividade de água, higroscopicidade, grau de <i>caking</i> , solubilidade e tempo de reidratação da polpa de graviola em pó obtida por spray-dryer (17% m/m de maltodextrina e 169 °C como temperatura de secagem) e liofilização (24% m/m de maltodextrina e 24 h de secagem) armazenadas em embalagens laminadas por 180 dias sob condições ambientais .....	86

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	13
2	REVISÃO DE LITERATURA .....	15
3	AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SECAGEM E COMPORTAMENTO HIGROSCÓPICO DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR SECAGEM EM SPRAY- DRYER .....	33
4	AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SECAGEM E COMPORTAMENTO HIGROSCÓPICO DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR SECAGEM EM LIOFILIZADOR .....	59
5	ESTABILIDADE DAS POLPAS DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDAS POR SECAGEM EM SPRAY-DRYER E LIOFILIZAÇÃO .....	79
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	93
	REFERÊNCIAS .....	94
	APÊNDICE A - EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE T, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (P) PARA OS FATORES DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA EM SPRAY-DRYER .....	104
	APÊNDICE B - EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE T, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (P) PARA OS FATORES SIGNIFICATIVOS DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA EM SPRAY-DRYER .....	105
	APÊNDICE C - EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE T, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (P) PARA OS FATORES DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR LIOFILIZAÇÃO .....	106

<b>APÊNDICE D - EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE T, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (P) PARA OS FATORES SIGNIFICATIVOS DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR LIOFILIZAÇÃO .....</b>	<b>107</b>
<b>APÊNDICE E - VALORES EXPERIMENTAIS DA UMIDADE DE EQUILÍBRIO (UEQ) DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR SECAGEM EM SPRAY-DRYER EM FUNÇÃO DA ATIVIDADE DE ÁGUA (AW) NAS TEMPERATURAS DE 25, 30, 35 E 40 °C .....</b>	<b>108</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Durante a última década, a produção nacional de frutas cresceu 28%, saindo de 34 milhões de toneladas em 2001 para mais de 44 milhões de toneladas em 2007, uma taxa nunca vista antes na história e a perspectiva até 2017 é uma expansão de 4,5% ao ano (ALVES; MACHADO; QUEIROGA, 2011).

Apesar do crescimento significativo na produção, um dos grandes problemas enfrentado pelos fruticultores ainda é a conservação dos frutos maduros. Grande parte da colheita é desperdiçada e estima-se uma percentagem de 40% de perdas entre a colheita no campo até a chegada ao mercado consumidor. Esse alto índice de desperdício é responsável por grandes aumentos de preço das frutas para o consumidor final (ALVES; MACHADO; QUEIROGA, 2011; BARBOSA *et al.*, 2014).

A desidratação de frutas, polpas e sucos é um mercado promissor, com grande potencial de crescimento e pouco explorado empresarialmente no Brasil (AMÂNCIO; SILVA; SANTOS, 2014). Além de ser utilizada como método de conservação, a desidratação de frutas agrega valor à matéria-prima, uma vez que transforma as frutas, polpas ou sucos em um produto diferenciado, dando novas opções de mercado.

As polpas de frutas em pó apresentam características distintas das polpas de frutas *in natura* em razão dos processos de secagem utilizados, necessitando avaliar as propriedades de qualidade que influenciarão as etapas de embalagem e armazenamento.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi utilizar os processos de secagem em spray-dryer e liofilização na obtenção de polpa de graviola em pó, verificando a influência das variáveis (temperatura do ar de secagem no processo de spray-dryer; tempo de secagem no processo de liofilização e concentração de maltodextrina em ambos os processos) sobre o rendimento, umidade e higroscopicidade do produto final, visando à determinação das condições ótimas desses processos.

Além disso, avaliar o comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó, obtida tanto por secagem em spray-dryer como por secagem em liofilizador, por meio da determinação de suas isotermas de adsorção e de suas características físico-químicas, higroscópicas e morfológicas, e ainda estudar a estabilidade das polpas de graviola em pó obtidas por ambos os processos durante o armazenamento em embalagem laminada sob condições ambientais.

## REFERÊNCIAS

ALVES, F. M. S.; MACHADO, V. A.; QUEIROGA, K. H. Alimentos produzidos a partir de farinha de caju obtida por secagem **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 6, n. 3, p. 131-138, 2011.

AMÂNCIO, L. M.; SILVA, W. L. C. P.; SANTOS, V. M. Liofilização: perspectivas para um novo mercado na região do Vale do São Francisco. **Revista Semiárido De Visu**, v. 2, n. 3, p. 326-337, 2014.

BARBOSA, L. S.; MACEDO, J. L.; SANTOS, C. M.; MACHADO, A. V. Estudo da secagem de frutos tropicais do Nordeste. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 9, n. 1, p. 186-190, 2014.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### Graviola

O Nordeste brasileiro apresenta condições favoráveis para o cultivo de várias espécies frutíferas com importância econômica real ou potencial para a agroindústria. Dentre as várias espécies conhecidas, a gravioleira (*Annona muricata* L.) tem se destacado devido as suas características sensoriais de sabor e aroma (OLIVEIRA *et al.*, 2014).

A graviola pertence à família Annonaceae, da qual fazem parte cerca de 75 gêneros e mais de 600 espécies, das quais somente três gêneros produzem frutos comestíveis, sendo os da *Annona* e *Rollinia* os de maior importância comercial em virtude da qualidade dos frutos (MIRANDA *et al.*, 2011).

A partir de meados da década de 1990, a graviola passou a ter maior destaque entre as frutas tropicais brasileiras devido a sua boa aceitação no mercado nacional, tanto por parte dos consumidores como por parte das indústrias de processamento de polpa, levando o Brasil a se tornar, atualmente, o segundo maior produtor de graviola do mundo. Seu cultivo está presente de forma, economicamente, relevante nas regiões Centro-Oeste, Sudeste, Norte, Nordeste, destacando-se os estados de Alagoas, Ceará, Paraíba, Pernambuco e Bahia. No ano de 2012, o estado da Bahia foi responsável por 85% de toda a produção de graviola brasileira; dos quais 90% foram referentes à exploração agrícola familiar (SÃO JOSÉ *et al.*, 2014).

Apesar da escassez de dados recentes sobre a cultura da gravioleira no Brasil, sabe-se que seu cultivo tem crescido bastante na última década, especialmente no sul da Bahia, devido às suas condições edafoclimáticas favoráveis e à busca por alternativas rentáveis à lavoura cacaueteira. Nesta região, a área plantada e georreferenciada com graviola alcança os 1.300 ha, podendo ultrapassar os 1.500 ha após o georreferenciamento de todos os pomares do estado (LEMOS, 2014).

A graviola é utilizada para obtenção de polpa, suco, néctar e outros produtos agroindustriais populares entre os consumidores e, embora sua importância comercial no Brasil seja considerada de baixa expressão em relação a outras frutas, o crescente interesse por parte da indústria de suco faz com que a graviola se torne promissora para exportação (SAMARÃO *et al.*, 2011).

### ***Aproveitamento agroindustrial da graviola***

O fruto da gravioleira, quando em temperatura ambiente e colhido na maturidade fisiológica, completa o amadurecimento em até seis dias. Tal comportamento é atribuído ao seu padrão respiratório, caracterizado por mais de um pico climatérico. Esse curto período de conservação pós colheita faz com que a graviola seja altamente perecível, ocasionando altos índices de perdas e dificuldades no abastecimento de mercados tradicionais e potenciais de consumo da fruta fresca (LIMA; ALVES; FILGUEIRAS, 2010).

Os importantes atributos sensoriais da graviola, como a coloração branca da polpa, a ligeira acidez e o sabor e aroma agradáveis, possibilitam sua ampla utilização em produtos processados, sendo a polpa congelada a principal forma de comercialização e consumo atual.

A polpa de graviola apresenta acidez em torno de 0,8 a 0,9% de ácido málico, pH por volta de 3,50, teor de sólidos solúveis variando entre 10 e 18 °Brix, com uma média de 14 °Brix e teor de vitamina C entre 35 a 38 mg/100g (LIMA; ALVES; FILGUEIRAS, 2010). É considerada como boa fonte de minerais, destacando o magnésio e cobre, provendo de 9 a 16% do índice de ingestão diária recomendada (IDR) para adultos (ALMEIDA *et al.*, 2009).

A polpa tem grande valor como matéria-prima, uma vez que, sendo produzida nas épocas de safra, pode ser armazenada sob congelamento para comercialização nos períodos mais propícios ou, segundo a demanda do mercado consumidor, prestando-se tanto para consumo direto como para a elaboração de produtos como: sucos (QUEK; CHIN; YUSOF, 2013), néctares (SANTOS *et al.*, 2014), geleias (ORSI *et al.*, 2012), licores (OLIVEIRA *et al.*, 2014), bebidas lácteas (GUEDES *et al.*, 2013), gelados comestíveis, entre outros.

Como alternativa para o aproveitamento agroindustrial da graviola, deve-se considerar a elaboração de polpa em pó. Considerando que a polpa fresca é constituída por mais de 80% de água, a desidratação implica em uma considerável redução de volume e, indiretamente, na redução de custos com transportes e manipulação do produto, além de promover o prolongamento de sua vida útil.

A apresentação na forma de pó alimentício possibilitaria ainda a inserção da polpa de graviola num número maior de nichos de mercado, bem como o desenvolvimento de novos produtos. Estudos sobre a transformação da polpa de graviola em pó são escassos e fazem-se necessários para tornar essa proposta real.

## Secagem por spray-dryer

Entre os diferentes métodos de secagem, o spray-dryer, também chamado de atomização, é o processo mais comumente usado na indústria alimentícia por ser econômico, flexível e contínuo (IGNÁRIO; LANNES, 2007; YOUSEFI; EMAM-DJOMECH; MOUSAVI, 2011). Neste processo, pequenas gotículas de líquido são rapidamente secas à medida que entram em contato com uma corrente de ar quente no interior de uma câmara de secagem. Dessa forma, embora as gotículas sejam submetidas a temperaturas elevadas, o curto tempo de secagem faz com que a temperatura no interior da gotícula permaneça baixa, conservando as características nutricionais e sensoriais do produto (ROUSTAPOUR *et al.*, 2009; JAYASUNDERA *et al.*, 2011).

A secagem por spray-dryer pode ser dividida em quatro fases: aspersão do líquido, contato do líquido atomizado com o ar quente, evaporação da água e separação do produto em pó do ar de secagem. Tais operações devem ser monitoradas, pois todas elas apresentam grandes impactos sobre a qualidade do produto final (OLIVEIRA; PETROVICK, 2009).

Este processo tem se mostrado, quando aplicado nas condições ideais, eficaz na obtenção de diversos produtos. No entanto sua otimização é imprescindível para se obter produtos na forma de pó com características sensoriais e nutricionais adequadas bem como um bom rendimento satisfatório (ROCHA *et al.*, 2014).

De acordo com Goula e Adamopoulos (2010), a secagem por spray-dryer de polpas e sucos de frutas tem um grande potencial econômico, uma vez que a transformação desses produtos na forma seca e em pó resulta na redução de volume, de embalagens, facilita o manuseio, transporte e prolonga a vida útil dessas matérias-primas.

Por outro lado, polpas de fruta são muito difíceis de serem desidratadas em spray-dryer, uma vez que seus principais constituintes são açúcares de baixo peso molecular, tais como sacarose, glicose e frutose, e ácidos orgânicos. Estes compostos apresentam alta mobilidade molecular em temperaturas relativamente baixas, o que confere uma natureza pegajosa aos pós obtidos (JAYA; DAS, 2009). Além disso, a aderência de partículas nas paredes da câmara do secador diminui o rendimento do processo.

Para evitar estes problemas, a adição de adjuvantes de secagem, tais como maltodextrina ou goma-arábica, à solução de alimentação é recomendada para produzir pós de

fluxo livre, evitando pegajosidade, reduzindo a higroscopicidade do pó e aumentando o rendimento do processo (FERRARI *et al.*, 2012).

A literatura conta com diversos estudos sobre o desenvolvimento de polpas de frutas em pó por meio de secagem em spray-dryer. Muitos dos estudos têm como objetivo avaliar a influencia dos parâmetros de processo sobre as características da polpa em pó obtida, como relatam Tonon, Brabet e Hubinger (2008), Moreira *et al.* (2009), Ferrari, Ribeiro e Aguirre (2012) e Rocha *et al.* (2013) em pesquisas com polpas de açaí, acerola; amora-preta e manga, respectivamente. Os estudos citados são exemplos de pesquisas que buscam não somente obter a polpa de fruta em pó, mas também determinar as faixas de temperatura de secagem e concentrações de adjuvantes de secagem, que resultam em polpas de frutas em pó com melhores características de qualidade.

E o interesse sobre a produção de pós a partir de frutas se estende ainda sobre desenvolvimento de sucos e resíduos de frutas em pó por secagem em spray-dryer, como mostram Goula e Adamopoulos (2010), Rocha *et al.* (2014) e Bakar *et al.* (2013) em estudos sobre suco de laranja concentrado, suco de caju integral e casca de pitaita vermelha, respectivamente.

### **Secagem por liofilização**

A liofilização é um processo de secagem que tem por base os fenômenos de sublimação, sendo indicado para a preservação de alimentos sensíveis ao calor (CEBALLOS; GIRALDO; ORREGO, 2012). O processo é dividido em três estágios: primeiro o material é congelado e, em seguida, submetido a ambiente de temperatura e pressão abaixo do ponto triplo da água, permitindo a retirada da água inicialmente por sublimação (secagem primária) e, em seguida, por dessorção (secagem secundária) até a obtenção do teor de umidade final desejado (NIREESHA *et al.*, 2013).

Em termos de rendimento e qualidade do produto final, o processo de liofilização pode ser considerado a técnica mais eficiente de desidratação. Alterações significativas nas propriedades químicas, nutricionais e sensoriais dos alimentos são evitadas, uma vez que a baixa temperatura é mantida durante todo o processo. Contudo, ainda é um processo caro que consome muita energia e só se justifica quando aplicado a produtos com alto valor agregado (METTA; AYROSA; PALLETA, 2012).

Quando bem sucedido, o processo de liofilização preserva a maior parte das propriedades iniciais da matéria-prima, com destaque para as características sensoriais tais como cor, aroma, sabor, forma, dimensões e textura (CEBALLOS; GIRALDO; ORREGO, 2012). No caso das polpas de frutas, o material após ser liofilizado assume o formato do recipiente no qual foi liofilizado e, para fins tecnológicos, é submetido a processo de moagem até atingir tamanhos de partículas desejáveis a sua industrialização.

A liofilização de polpas de frutas produz pós com altas quantidades de açúcares amorfos e, conseqüentemente, pós com elevada higroscopicidade. No entanto, a utilização de adjuvantes de secagem nos processos de liofilização produz pós com reduzida higroscopicidade (OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014), podendo até torná-los não higroscópicos.

A maltodextrina é um adjuvante muito utilizado na obtenção de alimentos em pó - incluindo aqueles por liofilização - e seu uso é efetivo na diminuição da higroscopicidade e na redução da aglomeração das partículas, gerando pós mais estáveis (MOSQUERA; MORAGA; MARTÍNEZ-NAVARRETE, 2010; CANUTO; AFONSO; COSTA, 2014; OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014). Além de auxiliar na obtenção de polpas de frutas em pó com melhores características higroscópicas, o uso de maltodextrina pode auxiliar na diminuição dos custos de energia do processo, diminuindo o tempo de secagem necessário para obtenção do material com teor de umidade desejado.

A literatura conta com diversos estudos sobre desenvolvimento e caracterização de polpas de frutas em pó obtidas por liofilização. Estudos como os de Mosquera, Moraga e Martínez-Navarrete (2010) e Oliveira, Costa e Afonso (2014), trabalhando com polpa de borojô e polpa de cajá, respectivamente, avaliaram os efeitos da concentração de maltodextrina sobre as características das polpas de frutas liofilizadas.

Trabalhos como os de Oliveira, Afonso e Costa (2011), Oliveira *et al.* (2013) e Moreira *et al.* (2013) relataram estudos sobre as características físico-químicas e comportamentos higroscópicos, através de isotermas, de polpas de sapoti, macaúba e manga, respectivamente. Estudos interessados na estabilidade e características de reidratação de polpas de frutas em pó obtidas por liofilização também foram encontrados na literatura, como o caso dos relatos de Alves *et al.* (2008), com polpa de pequi; Souza *et al.* (2011), com polpa de abacate, e Juliano *et al.* (2014), com polpa de camu-camu.

## **Maltodextrina como adjuvante de secagem**

Sabe-se que a elevada higroscopicidade e a aglomeração das partículas de pó são os maiores obstáculos enfrentados na secagem, tanto em spray-dryer como em liofilizador, de matérias-primas ricas em açúcares, tais como a polpa e o suco de frutas, podendo ocasionar problemas de aglomeração do material e baixos rendimentos durante o processo de secagem (FABRA *et al.*, 2011).

Para evitar estes problemas, o uso de adjuvantes de secagem torna-se essencial para a obtenção de pós com fluxo livre (JAYA; DAS, 2004). Tais adjuvantes de secagem também são chamados de carreadores ou materiais de parede e são utilizados, principalmente, nas secagens de polpa de frutas, reduzindo problemas de aglomeração durante o processo, bem como durante o armazenamento, melhorando assim a estabilidade dos pós obtidos (SILVA; SOBRAL; KIECKBUSCK, 2006). Diferentes materiais, tais como agentes antiaglomerantes, proteínas isoladas e maltodextrinas com diferente dextrose equivalente (DE) são utilizados para estes fins (MOSQUERA; MORANGA; MARTÍNEZ-NAVARRETE, 2010).

A maltodextrina é um dos principais aditivos utilizados para auxiliar a secagem de polpa de frutas por spray-dryer e liofilização e isso se deve ao seu baixo custo e baixa higroscopicidade, evitando a aglomeração de partículas (FERRARI; RIBEIRO; AGUIRRE, 2012; CEBALLOS; GIRALDO; ORREGO, 2012). Esse material tem também efeito antioxidante e uma ótima retenção de substâncias voláteis na ordem de 65 a 80%. A maltodextrina possui ainda propriedades físicas bem definidas e é solúvel em água, o que tem popularizado sua utilização como aditivo na indústria de alimentos (MOSQUERA; MORANGA; MARTÍNEZ-NAVARRETE, 2010).

As maltodextrinas de baixa dextrose equivalente (DE), menor que 20, são mais eficientes devido às suas propriedades encapsulantes e baixa difusividade de umidade (ANSELMO; MATA; ARRUDA, 2006). Maltodextrinas com DE muito elevada caracterizam-se por apresentarem estrutura molecular muito longa, possuindo um grande número de ramificações, com grupos hidrofílicos que se ligam facilmente às moléculas de água presentes no ambiente de armazenamento (OLIVEIRA *et al.*, 2015).

A maltodextrina com DE 20 tem mostrado-se bastante eficiente na secagem de várias polpas de fruta em spray-dryer, tais como polpa de amora-preta (FERRARI; RIBEIRO; AGUIRRE, 2012), polpa de manga (ROCHA *et al.*, 2014), polpa de cajá (MOURA NETO *et*

*al.*, 2015), e polpa de graviola (COSTA; ROCHA; COSTA, 2014), bem como na secagem de polpas de fruta por liofilização, como a polpa de cajá (OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014) e polpa de macaúba (OLIVEIRA *et al.*, 2013).

A adição, em concentrações adequadas, de maltodextrina às polpas de frutas antes dos processos de secagem auxilia na otimização dos mesmos por intermédio do aumento do rendimento e diminuição de custos de energia, gerando pós com melhores características higroscópicas.

### **Características e estabilidade das polpas de frutas em pó**

A água é um dos principais componentes da maioria dos alimentos e, mesmo nos alimentos desidratados com baixos teores de umidade, ela exerce grande influência nas características de estabilidade do produto.

O teor efetivo de umidade de um alimento é expresso na forma de fração molar e é denominada de atividade de água ( $a_w$ ), conceito termodinâmico que também se reflete na umidade relativa de um gás em equilíbrio com uma solução ou produto higroscópico (GRANT, 2004). A atividade de água descreve o grau de disponibilidade da água para atuar como solvente e participar de reações químicas e bioquímicas (ROBERTSON, 2009).

A atividade de água pode ser expressa como sendo a umidade relativa de um produto ( $a_w \times 100$ ) e, quando um alimento se encontra em equilíbrio com o ambiente, sua atividade de água se iguala à umidade relativa do ambiente. Assim, se estocarmos alimentos em ambientes com umidade relativa superior à sua atividade de água, os mesmos tenderão a absorver umidade do ambiente (AZEREDO; BRITO, 2012). A característica que o alimento apresenta de absorver umidade do ambiente pode ser denominada de higroscopicidade.

Entre os fatores que contribuem para o fenômeno de absorção de água, destaca-se a própria natureza química do alimento. Sabe-se que alimentos ricos em açúcar apresentam maior poder de absorção de água, devido à capacidade dos grupamentos hidroxílicos nele contidos de formarem pontes de hidrogênio com as moléculas de água (CARVALHO; CAL-VIDAL, 1985).

As polpas de frutas em pó caracterizam-se pela elevada presença de açúcares (sacarose, glicose e frutose) no estado amorfo e estes, em razão dos terminais polares presentes em suas moléculas, são responsáveis por fortes interações com a molécula de água (CARLOS; RESENDE; CAL-VIDAL, 2005). A forte interação que ocorre entre os açúcares

amorfos presentes nas polpas de frutas em pó e o vapor de água presente no ambiente tornam as polpas de frutas em pó alimentos altamente higroscópicos.

O fenômeno de absorção de umidade que ocorre nas polpas de frutas em pó as tornam suscetíveis a um processo de deterioração física denominado de *caking* (sem tradução para o português). O *caking* é um processo pelo qual o pó de baixa umidade e escoamento livre vai se aglomerando e acaba por formar um material pastoso e pegajoso, resultando em perda de funcionalidade e qualidade (AZEREDO; BRITO, 2012).

O fenômeno de formação de *caking* depende, principalmente, da temperatura e umidade relativa do ambiente, e envolve alguns estádios, incluindo formação de pontes entre as partículas, aglomeração, compactação e liquefação. A formação de pontes ocorre como resultado da deformação superficial das partículas e aderência em pontos de contato entre partículas, mas sem redução mensurável na porosidade do sistema. Eventualmente, as pontes podem ser desintegradas sob agitação. A aglomeração envolve uma consolidação irreversível das pontes, formando torrões, mais ainda mantendo a porosidade. A compactação está associada à perda de integridade do sistema como resultado do espessamento das pontes entre as partículas, causando redução da porosidade do sistema e deformação sobre pressão. No último estágio, as pontes entre as partículas desaparecem, como resultado da liquefação da estrutura; geralmente, esse estágio envolve solubilização de frações de baixo peso molecular e comportamento higroscópico (AGUILERA *et al.*, 1995; AZEREDO; BRITO, 2012).

O fenômeno de *caking* pode afetar de forma prejudicial a capacidade de reidratação, característica importante para o uso tecnológico de alimentos em pó. Ele 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 (CEBALLOS; GIRALDO; ORREGO, 2012; SOUZA *et al.*, 2011).

Assim podemos perceber que a ocorrência de ganho de umidade nas polpas de frutas em pó pode trazer prejuízos à qualidade do pó, tais como a aglomeração das partículas e, conseqüentemente, diminuição da solubilidade (GOULA; ADAMAPOULOS, 2005).

Produtos submetidos a secagem, embora se beneficiem do retardo no crescimento de microrganismos e do aumento no tempo de conservação, exigem, na fase de armazenamento, o uso de embalagens adequadas que mantenha as características de qualidade do produto (LISBÔA; FIGUEIREDO; QUEIROZ, 2012).

A conservação das polpas de frutas em pó não dependerá somente de seus fatores intrínsecos, mas também de fatores extrínsecos, tais como condições ambientais de

armazenamento (umidade relativa do ambiente, concentração de oxigênio, luz e temperatura) e propriedades da embalagem utilizada no armazenamento, estas, de uma forma geral, deverão apresentar propriedades de barreira e resistência mecânica adequadas para sua aplicação, dentre outras propriedades inerentes a embalagens de alimentos (JULIANO *et al.*, 2014).

Na literatura encontram-se estudos sobre o armazenamento de polpas de frutas em pó envasadas nos mais diversos tipos de embalagens que apresentem barreira a trocas gasosas sob condições ambientais (GALDINO *et al.*, 2003; GOMES; FIGUEIRÊDO; QUEIROZ, 2004; LISBÔA; FIGUEIRÊDO; QUEIROZ, 2012; ALEXANDRE *et al.*, 2014; JULIANO *et al.*, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2015). De um modo geral, estes estudos buscam definir o tipo de embalagem que fornecerá proteção satisfatória à polpa de fruta em pó, promovendo a menor troca possível de umidade do material com a atmosfera do ambiente e impedindo, assim, ganhos de umidade a níveis considerados inseguros.

### **Isotermas de adsorção**

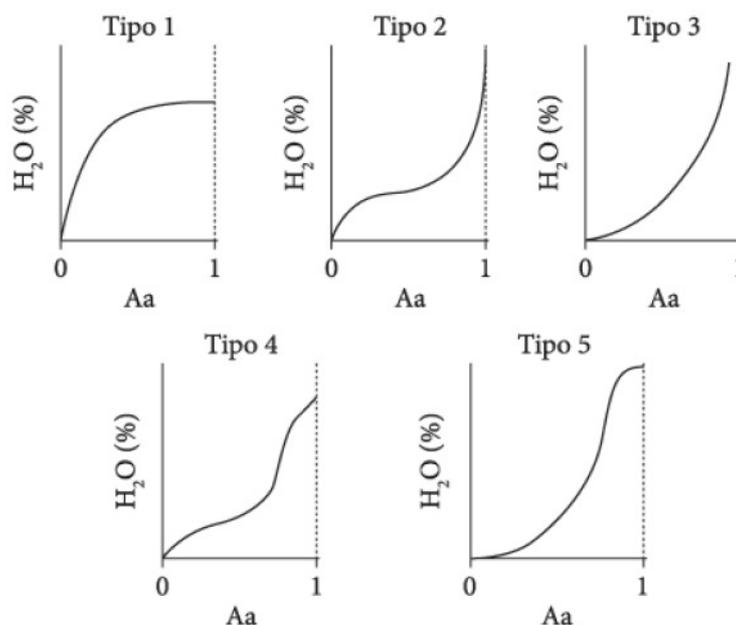
A estabilidade física, química e microbiológica dos alimentos depende substancialmente do conteúdo de água e de sua interação com os outros componentes do alimento (SABLANI; KASAPIS; RAHMAN, 2007).

Os alimentos higroscópicos atingem a umidade de equilíbrio ao entrar em contato com uma atmosfera sob condições de temperatura e umidade relativa constantes. A representação gráfica da relação entre a umidade de equilíbrio de um material e a umidade relativa, à temperatura constante, fornece as curvas de umidade de equilíbrio ou isotermas de sorção de água. Uma isoterma de sorção pode ser obtida em duas direções: durante a hidratação do material (adsorção) ou durante a secagem (dessorção) (RESENDE *et al.*, 2006).

Isotermas de sorção são ferramentas importantes para prever as interações entre a água e os componentes dos alimentos, especialmente os de baixa umidade. O conhecimento de isotermas de sorção de umidade é de grande importância, pois por intermédio delas pode-se estudar o potencial de conservação de alimentos desidratados, seleção adequada da permeabilidade da embalagem e estabelecer o teor de umidade que resulta em uma maior vida útil ao produto (ANSELMO; MATA; ARRUDA, 2006).

Brunauer, Deming e Teller(1940) classificaram as isotermas de sorção de acordo com a sua forma, estabelecendo cinco diferentes tipos, conforme pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 –Tipos de isotermas descritas por Brunauer, Deming e Teller (Adaptado de MATHLOUTHI; ROGÉ, 2003)



Fonte: Mussoi (2015).

As isotermas mais frequentemente encontradas em produtos alimentícios são as do Tipo II e IV (MATHLOUTHI; ROGÉ, 2003; BASU *et al.*, 2006; BLAHOVEC; YANNIOTIS, 2009; ANDRADE; LEMUS; PÉREZ, 2011). Já a isoterma do Tipo III, também conhecida como isoterma de Flory-Huggins, representa a isoterma de materiais cristalinos como açúcares e sais. Frequentemente encontrada em polpas de frutas em pó (OLIVEIRA; AFONSO; COSTA, 2011; MOREIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA *et al.* 2013; SANTOS *et al.*, 2014; ROCHA *et al.*, 2014; MOURA NETO *et al.*, 2015) e seu comportamento se caracteriza através do baixo ganho de umidade até o ponto onde os cristais começam a se dissolverem na água absorvida na superfície do cristal.

Normalmente as isotermas de sorção de água em alimentos são determinadas a partir do ajuste de pontos experimentais a modelos matemáticos conhecidos. Na literatura existem vários modelos matemáticos para descrever o comportamento das isotermas de sorção de umidade dos alimentos. Dentre os modelos mais utilizados destacam-se:

### **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 isotérmicas 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; LEMUS; PÉREZ, 2011).

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

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 (ANDRADE; LEMUS; PÉREZ, 2011).

É importante salientar que os valores da monocamada ( $X_m$ ) predizem o teor de umidade para uma armazenagem segura, na qual o material tem estabilidade máxima. Dessa forma, assegura que o material esteja menos sujeito a alterações deteriorativas (VIEIRA; FIGUEIRÊDO; QUEIROZ, 2007).

### **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 dessa segunda fase e os do estado líquido puro, sendo assim capaz de aproximar bem a maioria das isothermas experimentais para atividade de água até cerca de 0,9. Desse modo, verificou-se como sendo adequado para a análise de mais de 50 % de frutos, carne e vegetais (BLAHOVEC, 2004; ANDRADE; LEMUS; PÉREZ, 2011).

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

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 ( $a_w = 0$  à  $0,9$ ); 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; LEMUS PÉREZ, 2011).

Mais uma vez faz-se importante ressaltar que, de acordo com Vieira, Figueirêdo e Queiroz (2007), os valores da monocamada ( $X_m$ ) predizem o teor de umidade para um armazenamento seguro com menores possibilidade de alterações deteriorativas no material.

### ***Modelo de HENDERSON e OSWIN***

O 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 (ANDRADE; LEMUS PÉREZ, 2011; PARK *et al.*, 2008). O modelo é descrito na Equação 3:

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

Já o 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, grãos das principais culturas agrícolas e chá liofilizado até uma atividade de água de 0,5, bem como para vários alimentos (ANDRADE; LEMUS; PÉREZ, 2011; CORRÊA *et al.*, 2006). 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:

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

Estes modelos supracitados permitem que com poucos pontos experimentais seja possível construir isotermas de umidade, que podem ser facilmente interpoladas ou extrapoladas para a obtenção de pontos nas regiões de baixa e alta atividade de água, pontos estes de difícil determinação experimental (CORRÊA *et al.*, 2006).

De acordo com Gabas *et al.* (2007), os critérios usados para selecionar o modelo de sorção mais apropriado são o grau de ajuste aos dados experimentais e o significado físico do modelo. Uma vez que o modelo é escolhido, faz-se a representação gráfica da isoterma e, por intermédio dela, poderemos compreender o comportamento higroscópico do material, a influência da temperatura de armazenamento sobre sua estabilidade e ainda a umidade relativa máxima a qual o material pode ser submetido sem comprometer sua estabilidade.

## REFERÊNCIAS

- AGUILERA, J. M.; DEL VALLE, J. M.; KAREL, M. Caking phenomena in amorphous food powders. **Trends in Food Science and Technology**, v. 6, p. 149-154. 1995).
- ALEXANDRE, H. V.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; OLIVEIRA, E. N. A. Armazenamento de pitanga em pó. **Comunicata Scientae**, v. 5, n. 1, p. 83-91, 2014.
- ALMEIDA, M. M. B.; SOUSA, P. H. M.; FONSECA, M. L.; MAGALHÃES, C. E. C.; LOPES, M. F. G.; LEMOS, T. L. G. Avaliação de macro e microminerais em frutas tropicais cultivadas no nordeste brasileiro. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 3, p. 581-586, 2009.
- 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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 4, p. 830-839, 2008.
- ANDRADE, R.D.; LEMUS, R.; PÉREZ, C. E. Models of sorption isotherms for food: uses and limitations. **Vitae, revista de la facultad de química farmacêutica**, v. 18, n. 3, p. 325-334, 2011.
- ANSELMO, G. C. S.; MATA, M. E. R. M. C.; ARRUDA, P.C. Determinação da higroscopicidade do cajá em pó por meio da secagem por atomização. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 6, n. 2, p. 58-65, 2006.
- AZEREDO, H. M. C.; BRITO, E. S. Alterações físicas em alimentos durante a estocagem. In: AZEREDO, H. M. C. (Ed.). Fundamentos de estabilidade de alimentos. 2 ed. rev. ampl. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012. p. 80 – 82.

- BAKAR, J.; EE, S. C.; MUHAMMAD, K.; HASHIM, D. M.; ADZAHAN, N. Spray-drying optimization for red pitaya peel (*Hylocereus polyrhizus*). **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 5, p. 1332-1342, 2013.
- BASU, S.; SHIVHARE, U. S.; MUJUMDAR, A. S. Models for sorption isotherms for foods: A review. **Dry Technology**, v. 24, p. 917-930, 2006.
- BLAHOVEC, J. Sorption isotherms in materials of biological origin mathematical and physical approach. **Journal of Food Engineering**, v. 65, p. 489-495, 2004.
- BLAHOVEC, J.; YANNIOTIS, S. Modified classification of sorption isotherms. **Journal of Food Engineering**, v. 91, p. 72-77, 2009.
- BRUNAUER, S.; DEMING, L. S.; TELLER, E. On a theory of Van der Waals adsorption of gases. **Journal of the American Chemical Society**, v. 62, p. 1723-1732, 1940.
- CANUTO, H. M. P.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior of freeze-dried papaya pulp powder with maltodextrin. **Acta Scientiarum Technology**, v. 36, n. 1, p. 179-185, 2014.
- CARLOS, L. A.; RESENDE, J. V.; CAL-VIDAL, J. Redução da higroscopicidade de pós liofilizados pela indução da cristalização em soluções-modelo de açúcares constituintes de Frutas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, n. 2, p. 163-173, 2005.
- CARVALHO, R. F.; CAL-VIDAL, J. Higroscopicidade do pó de goiaba liofilizada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 20, n. 4, p. 455-460, 1985.
- CEBALLOS, A. M.; GIRALDO, G. I.; ORREGO, C. E. Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 111, p. 360-365, 2012.
- CORRÊA, P. C.; JÚNIOR, P. C. A.; RIBEIRO, D. M.; SILVA, F. S. Equilíbrio higroscópico de milho, alpiste e painço: obtenção e modelagem. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 10, n. 1, p. 162-167, 2006.
- COSTA, J. P.; ROCHA, É. M. F. F.; COSTA, J. M. C. Study of the physicochemical characteristics of soursop powder obtained by spray-drying. **Food Science and Technology**, v. 34, n. 4, p. 663-666, 2014.
- FABRA, M. J.; MÁRQUEZ, E.; CASTRO, D.; CHIRALT, A. Effect of maltodextrins in the water-content–water activity–glass transition relationships of noni (*Morinda citrifolia* L.) pulp powder. **Journal of food Engineering**, v. 103, p. 47–51, 2011.
- FERRARI, C. C.; GERMER, S. P. M.; ALVIM, I. D.; VISSOTTO, F. Z.; AGUIRRE, J. M. Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, p. 1237-1245, 2012.

FERRARI, C. C.; RIBEIRO, C. P.; AGUIRRE, J. M. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n. 2, p. 157-165, 2012.

GABAS, A. L.; TELIS, V. R. N.; SOBRAL, P. J. A.; TELIS-ROMERO, J. Effect of maltodextrin and Arabic gum in water vapor sorption thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. **Journal of Food Engineering**, v. 82, p. 246-252, 2007.

GALDINO, P. O.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; SILVA, R. N. G. Avaliação da estabilidade da polpa de umbu em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 5, n. 1, p. 73-80, 2003.

GOMES, P. M. A.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Armazenamento da polpa de acerola em pó a temperatura ambiente. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 24, n. 3, p. 384-389, 2004.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, p. 342-351, 2010.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. **Journal of Food Engineering**, v. 66, p. 35-42, 2005.

GRANT, W. D. Life at low water activity. **Philosophical Transactions of the Royal Society – B: Biological Science**, v. 359, p. 1249-1267, 2004.

GUEDES, A. F. L. M.; MACHADO, E. C. L.; FONSECA, M. C.; ANDRADE, S. A. C.; STAMFORD, T. L. M. Aproveitamento de soro lácteo na formulação de bebidas com frutas e hortaliças. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v. 65, n. 4, p. 1231-1238, 2013.

IGNÁRIO, R. M.; LANNES, S. C. S. Preparation of powdered egg yolk using a mini spray dryer. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 4, p. 729-732, 2007.

JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. **Journal of Food Engineering**, v. 63, p. 125-134, 2004.

JAYA, S.; DAS, H. Glass transition and sticky point temperatures and stability/ mobility diagram of fruit powders. **Food and Bioprocess Technology**, v. 2, n. 1, p. 89-95, 2009.

JAYASUNDERA, M.; ADHIKARI, B.; ADHIKARI, R.; ALDRED, P. The effects of proteins and low molecular weight surfactants on spray drying of model sugar-rich foods: Powder production and characterization. **Journal of Food Engineering**, v. 104, n. 2, p. 259-271, 2011.

JULIANO, F. F.; SILVA, P. P. M. da; CASEMIRO, R. C.; COSTA, M. H.; SPOTO, M. H. F. Polpa de camu-camu liofilizada e armazenada em diferentes embalagens. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 8, n. 2, p. 1374-1384, 2014.

LEMOS, E. E. P. A produção de anonáceas no Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 36, ed. esp., p. 78-85, 2014.

LIMA, M. A. C.; ALVES, R. E.; FILGUEIRAS, H. A. C. Comportamento respiratório e amaciamento da graviola (*Annona muricata* L.) após tratamentos pós-colheita com cera e 1-metilciclopropeno. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 34, n. 1, p. 155-162, 2010.

LISBÔA, C. G.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Armazenamento de figo-da-índia em pó. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 16, n. 2, p. 216-221, 2012.

MATHLOUTHI, M.; ROGÉ, B. Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. **Food Chemistry**, v. 82, n. 1, p. 61-71, 2003.

METTA, F. I. K.; AYROSA, A. M. I. B.; PALETTA, F. C. O papel da liofilização na conservação de alimentos pelo controle da umidade. XII Safety, Health and Environment World Congress. São Paulo, Brazil, pg. 162-165, july, 22-25, 2012.

MIRANDA, V. A. M.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; SANTOS, D. C. Viscosidade aparente de polpas de graviola com diferentes concentrações. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 13, n. Especial, p. 363-374, 2011.

MOREIRA, G. E. G.; COSTA, M. G. M.; SOUZA, A. C. R.; BRITO, E. S.; MEDEIROS, M. DE F. D.; AZEREDO, H. M. C. Physical properties of spray dried acerola pomace extract as affected by temperature and drying aids. **LWT – Food Science and Technology**, Zurich, v. 42, n. 2, p. 641-645, 2009.

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. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 17, n. 10, p. 1093-1098, 2013.

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**, v. 97, p. 72–78, 2010.

MOURA NETO, L. G.; ROCHA, E. M. de F. F.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Adsorption isotherms of hog plum (*Spondias mombin* L.) pulp powder obtained by spray dryer. **Acta Scientiarum**, v. 37, n. 2, p. 273-277, 2015.

MUSSOI, C. S. **Determinação de isotermas de sorção d'água a partir da composição química de alimentos**. 2015. 48 p. Monografia (Graduação em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

NIREESHA, G. R.; DIVYA, L.; SOWMYA, C.; VENKATESHAN, N. NIRANJAN BABU, M.; LAVAKUMAR, V. Liophilization/Freeze drying – an review. **International journal of novel trends in pharmaceutical science**. v. 3, n. 4, p. 87-98, 2013.

- OLIVEIRA, A. S.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. de M.; BRITO, J. G. Estabilidade da polpa de *Cereus jamacaru* em pó durante o armazenamento. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 19, n. 2, p. 147-153, 2015.
- OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. da. Hygroscopic behavior of lyophilized powder of grugru palm (*Acrocomia aculeata*). **American Journal of Analytical Chemistry**, v. 4, p. 1-7, 2013.
- OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, D. C.; SANTOS, Y. M. G.; OLIVEIRA, F. A. A. Agroindustrial utilization of soursop (*Annona muricata* L.) for production of liqueurs: Sensory evaluation. **Journal of Biotechnology and Biodiversity**, v. 5, n. 1, p. 33-42, 2014.
- OLIVEIRA, G. S.; COSTA, J. M. C.; AFONSO, M. R. A. Caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 10, p. 1059–1064, 2014.
- 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, 2011.
- OLIVEIRA, W. O.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, n. 4, p. 641-650, 2010.
- ORSI, D. C.; CARVALHO, V. S.; NISHI, A. C. F.; DAMIANI, C.; ASQUIERI, E. R. Use of sugar apple, atemoya and soursop for technological development of jams - chemical and sensorial composition. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 36, n. 5, p. 560-566, 2012.
- 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.
- QUEK, M. C.; CHIN, N. L.; YUSOF, Y. A. Modelling of rheological behaviour of soursop juice concentrates using shear rate temperature concentration superposition. **Journal of Food Engineering**, v. 118, n. 4, p. 380-386, 2013.
- RESENDE, O. CORRÊA, P. C.; GONELI, A. L. D.; RIBEIRO, D. M. Isotermas e calor isotérico de sorção do feijão. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 3, p. 626-631, 2006.
- ROBERTSON, G. L. Food quality and indices of failure. In: ROBERTSON, G. L. (ed.). **Food packing and shelf life: a practical guide**. 2009.
- ROCHA, É. M. F. F.; SOUSA, S. L.; COSTA, J. P.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 6, p. 646–651, 2014.

ROCHA, É. M. F. F.; NETO, L. G. M.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Influence of atomization parameters in the obtention of mango pulp powder. **Journal of Food Science and Engineering**, n. 3, p. 357-362, 2013.

ROUSTAPOUR, O. R.; HOSSEINALIPOUR, M.; GHOBADIAN, B.; MOHAGHEGH, F.; AZAD, N. M. A proposed numerical-experimental method for drying kinetics in a spray dryer. **Journal of Food Engineering**, v. 90, p. 20-26, 2009.

SABLANI, S. S.; KASAPIS, S.; RAHMAN, M. S. Evaluating water activity and glass transition concepts for food stability. **Journal of Food Engineering**, v. 78, p. 266-271, 2007.

SANTOS, D. C.; MOREIRA, A. S.; OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, Y. M. G. elaboração de bebida tipo néctar de graviola adoçada com mel de *apis mellifera*. **Revista Caatinga**, v. 27, n. 4, p. 216-225, 2014.

SÃO JOSÉ, A. R.; PIRES, M. M.; FREITAS, A. L. G. E.; RIBEIRO, D. P.; PEREZ, L. A. A. Atualidades e perspectivas das anonáceas no mundo. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 86-93, 2014.

SARAMÃO, S. S.; RODRIGUES, L. A.; MARTINS, M. A.; MANHÃES, T. N.; ALVIN, L. A. M. Desempenho de mudas de gravioleira inoculadas com fungos micorrízicos arbusculares em solo não esterelizado, com diferentes doses de fósforo. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 33, n. 1, p. 81-88, 2011.

SILVA, M.A.; SOBRAL, P.J.A.; KIECKBUSCH, T.G. State diagrams of freeze-dried camucamu (*Myrciaria dubia* (HBK) Mc Vaugh) pulp with and without maltodextrina addition. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 3, p. 426-432, 2006.

SOUZA, D. S.; PIMENTEL, D. R.; MARQUES, L. G.; NARAIN, N. Estudo da cinética de reidratação do pó da polpa do abacate liofilizado. **Revista Scientia Plena**. v. 7, n. 6, p. 1-6, 2011.

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**, Essex, v. 88, n. 3, p. 411-418, 2008.

VIEIRA, A. H.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Isotermas de adsorção de umidade da pitanga em pó. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**. v. 7, n. 1, p. 11-20, 2007.

YOUSEFI, S.; EMAM-DJOMEH, Z.; MOUSAVI, S. M. Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum* L.). **Journal of Food Science and Technology**, v. 48, n. 6, p. 677-684, 2011.

### 3 AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SECAGEM E COMPORTAMENTO HIGROSCÓPICO DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR SECAGEM EM SPRAY-DRYER

#### Introdução

A graviola é uma fruta tropical que apresenta alto valor comercial no Brasil, com grandes perspectivas econômicas para comercialização e exportação (SÃO JOSÉ *et al.*, 2014). Por apresentar excelentes características sensoriais e valor nutritivo significativo, os produtores apostam cada vez mais na sua industrialização para produção de polpas, sucos e néctares, num mercado que se encontra cada vez mais em expansão (LEMOS, 2014; WATANABE *et al.*, 2014).

A secagem em spray-dryer é um processo amplamente utilizado na indústria de alimentos e, em condições ideais, tem se mostrado eficaz na obtenção de diversos produtos (ROCHA *et al.*, 2014). É um processo contínuo, que se caracteriza pela transformação de um líquido em um produto seco, na forma de pó, por meio de um tempo de secagem muito curto. Esse líquido é aspergido por intermédio de um sistema de alta pressão, no qual as gotículas entram em contato com um fluxo de ar quente. Assim, há uma rápida evaporação, que permite manter baixa a temperatura do produto final, possibilitando a secagem de produtos sensíveis ao calor sem afetar excessivamente sua qualidade (FERRARI; RIBEIRO; AGUIRRE, 2012).

Entretanto, é um processo de difícil utilização em alimentos ricos em açúcares devido à obtenção de produtos com alta higroscopicidade, que minimizam o rendimento do processo, o escoamento e reconstituição desses alimentos em pó. Portanto, é fundamental a utilização de temperaturas mais baixas no processo de secagem, bem como a utilização de adjuvantes de secagem com alto peso molecular, visando facilitar e aumentar o rendimento do processo (OLIVEIRA *et al.*, 2007; FERRARI; RIBEIRO; AGUIRRE, 2012). A maltodextrina é o adjuvante de secagem comumente empregado na secagem em spray-dryer, em função de sua alta solubilidade, baixa higroscopicidade e baixo custo (KHA; NGUYEN; ROACH, 2010).

A higroscopicidade é a capacidade que um material apresenta de absorver a umidade do ar (JAYA; DAS, 2004). A higroscopicidade de um alimento está ligada à sua estabilidade física, química e microbiológica e, dessa forma, torna-se imprescindível o

conhecimento de seu comportamento higroscópico (OLIVEIRA; CLEMENTE; COSTA, 2014).

Uma forma de se conhecer o comportamento higroscópico dos alimentos em pó é por meio de suas isotermas de sorção. O conhecimento das isotermas de sorção de umidade dos alimentos auxilia na determinação do tempo de secagem, caracterização do produto, além da determinação da vida útil do produto e do tipo de embalagem adequada para seu armazenamento (ALEXANDRE; FIGUEIREDO; QUEIROZ, 2007).

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar a influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de maltodextrina sobre as características da polpa de graviola em pó produzida por secagem em spray-dryer, visando à determinação das condições ótimas de processamento e avaliar o comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó, obtida nas condições ótimas, por intermédio da determinação de suas isotermas de adsorção e de sua caracterização físico-química e morfológica.

## **Materiais e Métodos**

### ***Obtenção da matéria-prima***

As polpas de graviola, não pasteurizadas e sem adição de conservantes, selecionadas para a realização deste estudo foram adquiridas em uma indústria de processamento de polpas de frutas localizada no município de Fortaleza – CE e encaminhadas para o Laboratório de Controle de Qualidade de Alimentos e Secagem do Departamento de Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, onde foram armazenadas à temperatura de  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  e utilizadas de acordo com a necessidade experimental.

O descongelamento foi realizado com as polpas ainda embaladas sob temperatura de  $6 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , em refrigerador, por um período mínimo de 18 horas. Utilizou-se maltodextrina com dextrose equivalente (DE) 20 como adjuvante de secagem na formulação da polpa de graviola para secagem.

### ***Preparo e secagem das amostras***

A secagem da polpa foi realizada em equipamento spray-dryer modelo LM SMD 1.0 da marca Labmaq do Brasil, com a utilização de um bico aspersor de 1,2 mm de diâmetro.

Durante os processos, a temperatura de secagem (°C) e a concentração de maltodextrina (% m/m) sofreram variações de acordo com o planejamento experimental. Foram mantidos constantes os parâmetros de vazão do ar comprimido (3,0 L/min), pressão de aspersão (100 psi), vazão de alimentação (0,5 L/h) e vazão do ar de secagem (3,5 m<sup>3</sup>/min).

Após a secagem, os pós foram pesados para efeito de rendimento (R), expresso em percentual através da relação da quantidade de massa de sólidos obtidos pela massa de sólidos da alimentação, de acordo com a equação 5:

$$\text{Rendimento (\%)} = \left( \frac{A}{B} \right) \times 100 \quad (5)$$

Onde:

A = quantidade de produto (pó), em gramas, obtido após o processo menos o resultado da análise de sua umidade;

B = quantidade total, em gramas, de sólidos presentes na polpa mais a maltodextrina adicionada.

### *Planejamento experimental e análise estatística*

Para avaliar a influência da temperatura de secagem e a concentração de maltodextrina na polpa sobre o pó obtido no processo, foi realizado um delineamento do tipo composto central rotacional 2<sup>2</sup> com três repetições no ponto central, tendo como variáveis respostas a umidade, higroscopicidade e rendimento do pó. As faixas de variação entre os limites inferior e superior para variáveis independentes foram estabelecidas a partir de dados da literatura e de testes preliminares realizados (TABELA 1).

Tabela 1 –Níveis do planejamento experimental para secagem da polpa de graviola em spray-dryer

Variáveis independentes	Níveis				
	-1,41	-1,0	0	+1,0	+1,41
Temperatura de secagem (°C)	148	154	169	184	190
Concentração de maltodextrina (% m/m)	10	12	17	22	24

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

A relação entre as variáveis independentes e as variáveis respostas foi estabelecida por intermédio de modelos matemáticos. O modelo utilizado foi uma equação de segunda ordem (6), em que Y é a variável resposta,  $\beta_0$  é a intersecção (constante),  $X_1$  e  $X_2$  as variáveis independentes (temperatura e concentração de maltodextrina), e  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ ,  $\beta_{11}$ ,  $\beta_{22}$ ,  $\beta_{12}$  são os coeficientes da regressão (linear, quadrático e interação).

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \text{Erro}(6)$$

Após a análise estatística dos coeficientes, a análise de variância (ANOVA) foi aplicada com o intuito de testar a adequação dos modelos gerados por meio da avaliação do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e do teste F. Os termos que não eram estatisticamente significativos ( $p > 0,05$ ) foram excluídos do modelo básico e reajustados. Os coeficientes de determinação ( $R^2$ ), a determinação do coeficiente ajustado ( $R^2_{\text{adj}}$ ) e a análise da falta de ajuste foram usados para avaliar a qualidade dos novos modelos, e as parcelas de superfície foram geradas.

Para os modelos que apresentaram falta de ajuste significativo, foi realizado teste de Tukey para comparação entre as médias ( $\alpha = 0,05$ ), visando maior fundamentação na determinação das condições que geram a melhor polpa de graviola em pó. Os dados foram tratados estatisticamente com o auxílio do software Statistica 7.0 (STATSOFT, 2007), de forma a assegurar a validade dos coeficientes dentro de um intervalo de confiança de 95%.

Após a determinação da melhor condição para a secagem em spray-dryer, realizou-se um processo de secagem em triplicata e em cada repetição desidratou-se, aproximadamente, 400g de polpa de graviola formulada com maltodextrina em percentual (m/m) determinado, com base nos resultados do planejamento experimental. Os processos de secagem e análise dos pós foram conduzidos de maneira mais uniforme possível para que não houvesse diferença entre as condições de trabalho.

### ***Determinações analíticas***

Todas as determinações físico-químicas, tanto na polpa integral quanto na polpa em pó obtida na melhor condição de processo, foram realizadas em triplicata. As análises foram as seguintes:

### *Atividade de água*

A determinação da atividade de água ( $a_w$ ) foi realizada a 25 °C em higrômetro digital Aqualab® 3TE da marca Decagon, conforme indicações do fabricante.

### *Umidade*

A determinação do teor de umidade foi realizada por infravermelho em determinador de umidade digital, modelo ID50, série ID V1.8, da marca Marte, conforme indicações do fabricante.

### *pH*

O potencial hidrogeniônico (pH) das amostras foi determinado por intermédio de leitura direta em pHmêtro, previamente calibrado.

Pesou-se 1,0 grama da amostra e, posteriormente, diluiu-se com 10 mL de água destilada sob agitação até completa dissolução ou até que as partículas ficassem uniformemente suspensas, conforme as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004).

### *Acidez titulável*

A determinação da acidez titulável (AT) foi realizada por meio de titulometria, pesando-se aproximadamente 1,0 g de amostra em erlenmeyer de 125 mL, posteriormente diluída em 50 mL de água destilada sob agitação até completa dissolução. A amostra diluída foi então titulada com solução padronizada de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N, utilizando fenolftaleína como indicador. O ponto final da titulação foi determinado após a mudança de coloração da amostra, conforme as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004).

Os resultados foram expressos em g/100 g de ácido cítrico e em g/100 g de ácido málico, calculados por meio da equação 7:

$$\text{Acidez (\%)} = \frac{F_{\text{ácido}} \times F_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times 10}{P} \quad (7)$$

Onde:

$F_{\text{ácido}}$  = Fator do ácido a ser expresso (ácido cítrico = 0,064; ácido málico = 0,067);

$F_{\text{NaOH}}$  = Fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1N;

$V_{\text{NaOH}}$  = Volume de hidróxido de sódio 0,1N gastos na titulação (mL);

P = Peso da amostra (g).

### *Sólidos solúveis*

O teor de sólidos solúveis (SS) foi determinado por meio da leitura direta em refratômetro digital, com escala variando de 0 a 90 °Brix, a 20 °C, conforme as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2004).

### *Ácido Ascórbico*

O conteúdo de vitamina C foi determinado por intermédio do método titulométrico baseado na redução do indicador 2,6-diclorofenolindofenol (DFI) pelo ácido ascórbico, conforme metodologia descrita pela Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 1997).

Pesou-se aproximadamente 1,0 g de amostra em um béquer de 100 mL e então diluiu-se com 50 mL de solução de ácido oxálico a 0,5%. Posteriormente, a amostra diluída foi transferida para balão volumétrico de 100 mL e o volume completo com a solução de ácido oxálico 0,5%. Desta diluição foi retirada uma alíquota de 5 mL e transferida para um erlenmeyer de 125 mL, adicionou-se 45 mL de água destilada e, então, titulou-se com a solução de DFI (0,02%) até a mudança de coloração da amostra.

Os resultados foram expressos em mg de ácido ascórbico por 100 g de amostra, calculados por meio da equação 8:

$$\text{Ácido ascórbico ( mg/100g)} = \frac{(A \times 100)}{B} \quad (8)$$

Onde:

A = [Volume de DFI gastos na titulação (mL) × Título da solução de DFI (μg)]/1000

B = [Peso da amostra (g) × alíquota de leitura (mL)]/100

### *Cor instrumental*

A determinação dos parâmetros para análise de cor foi realizada usando um colorímetro Konica Minolta spectrophotometer modelo CR410 com a determinação no modo CIE  $L^*a^*b^*$  que inclui as variáveis  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , Chroma ( $C^*$ ), ângulo Hue ( $H_0^*$ ). Onde  $L^*$  é a medida da luminosidade de um objeto e varia do 0 (para o preto) até o 100 (para o branco),  $a^*$  é a medida do vermelho ( $a^*$  positivo) ou do verde ( $a^*$  negativo);  $b^*$  é a medida do amarelo ( $b^*$  positivo) ou do azul ( $b^*$  negativo);  $C^*$  define a saturação e  $H_0^*$  representa o ângulo de tom.

### *Densidade aparente*

A determinação da densidade aparente foi realizada segundo metodologia proposta por Goula e Adamopoulos (2010), por meio da pesagem de 2,0 g de amostra em proveta graduada de 50 mL. Os resultados foram expressos em g/mL e calculados por meio da equação 9:

$$\text{Densidade aparente (g/mL)} = \frac{m}{V} \quad (9)$$

Onde:

$m$  = Massa do pó (g);

$V$  = Volume do pó (mL) ocupado na proveta de 50 mL.

A caracterização higroscópica da polpa de graviola em pó obtida na melhor condição de processo, bem como sua caracterização morfológica e a construção de suas isotermas de adsorção, foi realizada em triplicata por meio das determinações descritas abaixo:

### *Higroscopicidade*

A análise de higroscopicidade foi determinada segundo metodologia proposta por Goula e Adamopoulos (2010), por meio da pesagem de 1,0 g de amostra, uniformemente distribuída sobre placa de petri e posteriormente expostas em ambiente com 75% de umidade

relativa, condicionada através de solução saturada de NaCl ( $a_w = 0,75$ ), à temperatura ambiente por 90 minutos. Os resultados foram calculados por meio da equação 10:

$$\text{Higroscopicidade (\%)} = \left(\frac{A}{B}\right) \times 100 \quad (10)$$

Onde:

A = Ganho de umidade (g) sofrido pela amostra após 90 minutos de exposição em ambiente com 75% de umidade relativa;

B = Peso da amostra (g).

Os resultados foram expressos em percentual de umidade adsorvida e para fins de classificação, os resultados foram comparados à tabela de padrões higroscópicos (TABELA 2) proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), na qual os materiais são classificados de acordo com os seus graus de higroscopicidade.

Tabela 2 - Padrões da higroscopicidade

Higroscopicidade	Porcentagem (%)
Não higroscópico	<10
Ligeiramente higroscópico	10,1 < 15
Higroscópico	15,1 < 20
Muito higroscópico	20,1 < 25
Extremamente higroscópico	> 25

Fonte: GEA Niro Research Laboratory, 2003.

### *Grau de Caking*

A determinação do grau de *caking* foi realizada segundo metodologia proposta por Jaya e Das (2004), expondo-se 1,0 g de amostra em ambiente com 75% de umidade relativa por 90 minutos para ganho de umidade, conforme descrito na metodologia para determinação da higroscopicidade. Em seguida, o material foi seco em estufa a vácuo a 70°C, com pesagens até peso constante. Após o resfriamento em dessecador, a amostra foi pesada e transferida para peneira com malha de 500 µm e agitada por cinco minutos em agitador de peneiras eletromagnético da empresa Bertel, sob agitação média. O material retido na peneira foi pesado e o grau de *caking* calculado por meio da equação 11:

$$\text{Grau de caking (\%)} = \frac{(A \times 100)}{B} \quad (11)$$

Onde:

A = Peso do material retido na peneira (g);

B = Peso da amostra (g).

Os resultados foram expressos em percentual e para fins de classificação, os resultados foram comparados à tabela de padrões para grau de *caking* (TABELA 3) proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), na qual os materiais são classificados de acordo com os seus graus de *caking*.

Tabela 3 - Padrões do grau de *caking*

<b>Grau de <i>caking</i></b>	<b>Porcentagem (%)</b>
Não há formação de <i>caking</i>	<10
Ligeiramente formação de <i>caking</i>	10,1 < 15
Pó com formação de <i>caking</i>	15,1 < 20
Pó com muita formação de <i>caking</i>	20,1 < 25
Pó com extrema formação de <i>caking</i>	> 25

Fonte: GEA Niro Research Laboratory, 2003

### *Solubilidade*

A solubilidade foi determinada segundo metodologia proposta por Cano-Chaucaet *al.* (2005). Adicionou-se 1,0 g da amostra em 100 mL de água destilada sob agitação de 2000 rpm em agitador magnético durante cinco minutos. A solução foi então centrifugada, a 3000 rpm, por cinco minutos. Uma alíquota de 25 mL do sobrenadante foi transferida para placa de petri, previamente tarada, e imediatamente seca em estufa a 105 °C durante cinco horas.

Após o resfriamento em dessecador, a placa de petri foi pesada e por intermédio da diferença de peso determinou-se a massa de amostra contida na placa. A solubilidade do pó foi expressa em percentual e calculada seguindo a seguinte equação<sup>12</sup>:

$$\text{Solubilidade (\%)} = \left(\frac{A}{B}\right) \times 100 \quad (12)$$

Onde:

A = Massa da amostra (g) contida na placa após a secagem;

B = Peso da amostra (g).

### *Tempo de reidratação*

O tempo de reidratação foi determinado de acordo com metodologia proposta por Goula e Adamopoulos (2010). Pesou-se, aproximadamente, 2,0g da amostra em um béquer de 100 ml e adicionou-se 50ml de água destilada, mantendo sob agitação a 800 rpm. O tempo da reidratação, expresso em segundos, foi cronometrado a partir da adição da água destilada e verificado a cada 30 segundos por meio de paradas na agitação para verificação da completa solubilização da amostra.

### *Caracterização morfológica*

A análise morfológica e da superfície dos pós foi realizada 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  $\mu\text{m}$ , ocorrendo então a captura das imagens.

### *Isotermas de adsorção*

Para as determinações das isotermas de adsorção foi utilizado o método gravimétrico estático. Amostras, em triplicata, de 0,2 g do pó foram pesadas em cadinhos de alumínio previamente tarados e colocadas em ambiente com umidades relativas condicionadas por meio de diferentes soluções salinas saturadas:  $\text{CH}_3\text{COOK}$  ( $a_w = 0,21$ ),  $\text{K}_2\text{CO}_3$  ( $a_w = 0,44$ ),  $\text{NaBr}$  ( $a_w = 0,58$ ),  $\text{SnCl}_2$  ( $a_w = 0,76$ ),  $\text{KCl}$  ( $a_w = 0,84$ ) e  $\text{BaCl}_2$  ( $a_w = 0,90$ ), preparadas de acordo com Greenspan (1977).

As amostras foram pesadas a cada 24 horas até que não houvesse mais variação de massa, detectada por intermédio de pesagem em balança analítica, determinando-se, desta forma, a massa de equilíbrio. Após a detecção do equilíbrio, a atividade de água ( $a_w$ ) de cada amostra foi medida nas temperaturas de 25, 30, 35 e 40°C, com medidor de atividade de água modelo Aqualab 4TEV. Posteriormente, as amostras foram levadas para secagem em estufa a vácuo com temperatura de 70°C para determinação da massa seca.

A umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) foi calculada segundo a equação 13:

$$X_{eq} = \frac{m_o - m_s}{m_s} \quad (13)$$

Onde:

$X_{eq}$  = umidade de equilíbrio, g.g<sup>-1</sup>;

$m_o$  = massa da amostra no equilíbrio, g;

$m_s$  = massa da amostra seca, g.

Para o ajuste dos dados experimentais na obtenção das isotermas de adsorção, foram utilizados os modelos matemáticos apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Modelos matemáticos utilizados para o ajuste das isotermas de adsorção da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer

Modelos	Equações
GAB	$X_{eq} = \frac{X_m \cdot C \cdot K \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C K \cdot a_w)}$
BET	$X_{eq} = \frac{X_m \cdot C \cdot a_w}{(1 - a_w)} \cdot \left[ \frac{1 - (n+1) \cdot (a_w)^n + n \cdot (a_w)^{n+1}}{1 - (1-C) \cdot a_w - C \cdot (a_w)^{n+1}} \right]$
HENDERSON	$X_{eq} = \left[ \frac{-\ln(1 - a_w)}{b} \right]^{\frac{1}{a}}$
OSWIN	$X_{eq} = a \cdot \left[ \frac{a_w}{1 - a_w} \right]^b$

$X_{eq}$  – umidade de equilíbrio (g de H<sub>2</sub>O.g<sup>-1</sup>);  $X_m$  – conteúdo de água na monocamada molecular (g de H<sub>2</sub>O.g<sup>-1</sup>);  $a_w$  – atividade de água; C – constante relativa ao calor total de sorção da primeira camada. K – Constante de GAB relativa às multicamadas; n - Constante de BET relativa às multicamadas; a e b – parâmetros de ajuste para os modelos de Henderson e Oswin.

Os modelos foram ajustados utilizando o software Statistica 7.0 (STATSOFT, 2007) e a qualidade dos mesmos foi avaliada pelo coeficiente de correlação ( $R^2$ ) e pelo erro médio relativo (E) definido pela equação 14:

$$E = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|(M_i - M_p)|}{M_i} \quad (14)$$

Onde:

E = resíduo médio relativo (%);

$M_i$  = valor experimental;

$M_p$  = valor predito pelo modelo;

n = número de dados experimentais.

## Resultados e Discussões

O planejamento composto central rotacional, utilizando como variáveis independentes a temperatura de secagem (°C) e concentração de maltodextrina (% m/m), e os resultados médios observados para as variáveis de rendimento, higroscopicidade e umidade são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Planejamento composto central rotacional utilizado para a secagemem spray-dryer e resultados médios observados para os parâmetros de rendimento, higroscopicidade e umidade

Ensaio	Temp. (°C)	Malto. (% m/m)	Rendimento (% m/m)	Higroscopicidade (% m/m)	Umidade (% m/m)
1	184 (+1)	22 (+1)	9,78±0,00 <sup>a</sup>	10,62±1,19 <sup>abc</sup>	0,90±0,04
2	154 (-1)	22 (+1)	10,11±0,02 <sup>d</sup>	9,79±1,24 <sup>ab</sup>	1,16±0,09
3	184 (+1)	12 (-1)	10,04±0,02 <sup>c</sup>	9,88±0,30 <sup>ab</sup>	1,34±0,17
4	154 (-1)	12 (-1)	9,91±0,03 <sup>b</sup>	8,14±1,28 <sup>a</sup>	1,43±0,29
5	148 (-1,41)	17 (0)	15,89±0,01 <sup>h</sup>	7,56±0,48 <sup>a</sup>	1,45±0,05
6	190 (+1,41)	17(0)	15,28±0,00 <sup>g</sup>	13,12±2,67 <sup>c</sup>	0,95±0,01
7	169 (0)	10 (-1,41)	12,44±0,04 <sup>f</sup>	11,41±0,16 <sup>bc</sup>	1,45±0,29
8	169 (0)	24 (+1,41)	12,27±0,02 <sup>e</sup>	10,07±0,67 <sup>abc</sup>	0,88±0,16
9	169 (0)	17 (0)	17,71±0,01 <sup>k</sup>	10,30±0,45 <sup>abc</sup>	1,11±0,08
10	169 (0)	17 (0)	17,15±0,01 <sup>j</sup>	10,50±0,16 <sup>abc</sup>	1,09±0,07
11	169 (0)	17 (0)	16,59±0,02 <sup>i</sup>	10,59±0,60 <sup>abc</sup>	1,06±0,11

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa entre os tratamentos para  $p \leq 0,05$ .

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

A temperatura de secagem e a concentração de maltodextrina nos níveis utilizados apresentaram falta de ajuste significativa ( $p < 0,05$ ) sobre o rendimento e a higroscopicidade dos pós de polpa de graviola obtidos por secagem em spray-dryer e, portanto, não foi possível obter modelos matemáticos para as mesmas.

A higroscopicidade dos pós de polpa de graviola variou de 7,56 a 13,12%. De acordo com a classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), os pós de

polpa de graviola obtidos nas condições utilizadas no planejamento são ligeiramente higroscópicos.

A variação na higroscopicidade dos pós possivelmente pode ser explicada pela faixa de temperatura utilizada no planejamento, pois segundo Tonon, Brabet e Hunbiger. (2008), temperaturas de secagem mais altas resultam em pós com umidades mais baixas e maior facilidade em adsorver água, ou seja, mais higroscópicos, o que está relacionado ao maior gradiente de concentração de água existente entre o produto e o ambiente.

Na variação da higroscopicidade pode-se observar que os ensaios correspondentes aos pontos centrais do planejamento, temperatura de 169 °C e 17% de maltodextrina não apresentaram diferença significativa em relação aos outros ensaios e, com relação ao rendimento, observa-se que houve diferença significativa entre todos os ensaios, sendo que os pontos centrais apresentaram os maiores rendimentos, com 17% em média.

Em relação à umidade, o modelo obtido foi satisfatório ( $p < 0,05$ ), mostrando uma falta de ajuste não significativa. A avaliação dos efeitos das variáveis independentes sobre o teor de umidade dos pós mostrou que apenas a interação temperatura de secagem x concentração de maltodextrina não foi estatisticamente significativa em um nível de 95% de confiança (APÊNDICE – Tabela 20). O efeito estimado para os fatores temperatura de secagem e concentração de maltodextrina em termos lineares é negativo, ou seja, um aumento em qualquer um desses fatores acarreta numa menor umidade do pó.

Na secagem em spray-dryer é comum observar que o aumento da temperatura de secagem resulta numa maior perda de água do material a ser desidratado devido a uma maior taxa de transferência de calor sobre as partículas, promovendo grande força motriz para a evaporação de água, resultando, conseqüentemente, na obtenção de pós com menor teor de umidade (FERRARI; RIBEIRO; AGUIRRE, 2012). Esse comportamento é observado em diversos trabalhos como os relatados por Quek, Chuk e Swedluno (2007), em estudo com suco de melancia; Moreira *et al.* (2009), em estudo com suco de acerola em pó; Tonon *et al.* (2009), em estudo com suco de açaí e por Rocha *et al.* (2014), em estudo com suco de caju.

Quanto ao efeito da maltodextrina sobre teor de umidade, de acordo com Abadio, Domingues e Borges (2004) e Quek, Chuk e Swedluno (2007), a adição de maltodextrina aumenta o teor de sólidos totais e reduz o teor de umidade do material a ser desidratado, facilitando a obtenção de pós com menor teor de umidade.

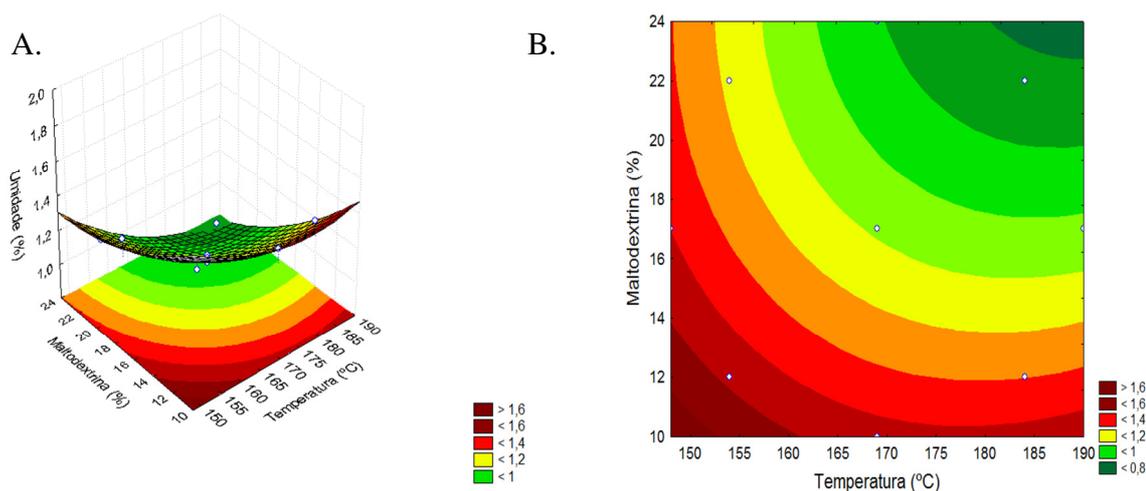
Uma vez que somente os termos lineares e quadráticos foram significativos, um novo modelo foi gerado com base nos coeficientes de modo que a qualidade do modelo não

foi afetada (APÊNDICE – Tabela 22). O percentual de variação explicada pelo modelo foi maior que 96% e o valor de F calculado para o modelo foi de 33,59, ou seja, 7,41 vezes maior que o valor de F tabelado (4,53) no intervalo de 95% de confiança. Assim, o modelo gerado neste estudo pode ser considerado estatisticamente preditivo. Usando a equação 15, foi possível elaborar a superfície de resposta que mostra o comportamento das variáveis independentes sobre o teor de umidade da polpa de graviola em pó (Figura 2).

$$\text{Umidade (\%)} = 11,95 - 0,106T + 0,0003T^2 - 0,102M + 0,002M^2 \quad (15)$$

( $R^2 = 0,97$ ;  $R^2_{\text{ajust}} = 0,96$  e p-valor [falta de juste] = 0,07)

Figura 2 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para a variável resposta umidade em função das variáveis independentes (temperatura de entrada do ar e concentração de maltodextrina) para a polpa de graviola desidratada em spray-dryer



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Nenhum dos ensaios encontrou-se na região ótima para a resposta avaliada, já que, de acordo com a Figura 2, seriam necessárias maiores temperaturas e maiores concentrações de maltodextrina. No entanto, deve-se ressaltar que devido a limitações do próprio equipamento não seria possível trabalhar com temperaturas acima de 190°C e que, apesar da superfície de resposta indicar tal tendência, a mesma não seria necessária, pois foram obtidos resultados de umidade relativamente baixos e considerados aceitáveis para a estabilidade do pó.

Teores de umidade semelhante aos obtidos neste estudo são relatados por Ferrari; Ribeiro e Aguirre (2012) em estudo com suco de amora-preta, obtendo, com 15% de maltodextrina e temperaturas de 180 e 160 °C, pós com 1,02 e 1,51% de umidade, respectivamente; por Rocha *et al.* (2013, 2014) em estudo com polpa de manga e suco de caju

desidratados com 30% de maltodextrina a 178 °C, obtendo pós com teores de umidade de 1,04 e 1,58%, respectivamente.

Diante do exposto e visando à economia do processo por intermédio do uso de temperaturas mais baixas e menores concentrações de adjuvantes de secagem associado a rendimentos elevados, recomenda-se a secagem de polpa de graviola em spray-dryer a uma temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem, uma vez que essas condições apresentaram maior rendimento, pós com umidade aceitável e higroscopicidade semelhante aos outros ensaios.

Após a determinação da melhor concentração de maltodextrina e temperatura de secagem entre as condições avaliadas, a polpa em pó obtida foi caracterizada quanto a seus aspectos físico-químicos e higroscópicos. Na Tabela 6 se encontram os resultados das análises físico-químicas no que concerne aos parâmetros de acidez titulável, pH, sólidos solúveis, vitamina C, parâmetros de cor, umidade, atividade de água e densidade aparente, tanto para a polpa integral de graviola como para a polpa em pó.

Tabela6 - Caracterização físico-química da polpa de graviola integral (base úmida) e em pó (base seca) obtida por secagem em spray-dryer a temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem

<b>Parâmetro Analisado</b>	<b>Polpa integral (b.u.)</b>	<b>Polpa em pó (b.s.)</b>
Acidez titulável (% m/m de ácido cítrico)	0,70±0,02	2,53±0,15
(% m/m de ácido málico)	0,74±0,03	2,65±0,16
pH	3,50±0,03	3,67±0,03
Sólidos solúveis totais (°Brix)	9,63±0,55	*
Vitamina C (mg ácido ascórbico.100g <sup>-1</sup> )	37,79±0,09	103,37±10,12
L*	67,22±0,07	67,06±0,01
a*	-1,13±0,05	-2,40±0,01
Parâmetros de cor b*	11,04±0,02	6,11±0,01
H <sub>0</sub> *	95,55±0,02	111,40±0,08
C*	11,08±0,02	6,56±0,01
Umidade (% m/m)	89,29±1,88	1,33±0,20
Atividade de água	0,98±0,01	0,15±0,01
Densidade aparente	*	0,53±0,02

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

\* análise não aplicada ao material devido seu estado físico.

A polpa de graviola integral apresentou acidez em torno de 0,74% de ácido málico, pH por volta de 3,50, teor de sólidos solúveis variando entre 9,6 °Brix, e teor de vitamina C de 37 mg/100g. Resultados semelhantes são relatados em outros trabalhos (LIMA; ALVES; FILGUEIRAS, 2010; COSTA; ROCHA; COSTA, 2014). Ainda com relação aos

resultados encontrados, verificou-se que todos estavam de acordo com os teores preconizados pelos padrões de identidade e qualidade para este produto (BRASIL, 2000).

Também foi observado na polpa de graviola em pó um incremento nos valores dos parâmetros de acidez e no teor de vitamina C quando comparados à polpa integral, fato relacionado ao processo de secagem e, conseqüentemente, à concentração dos nutrientes no produto seco.

A polpa de graviola em pó apresentou-se em coloração branca, verificada pelos baixos valores nos parâmetros  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  e elevado valor no parâmetro  $H_0^*$ . A luminosidade da polpa de graviola integral e em pó foi de 67,22 e 67,06, respectivamente.

Produtos ricos em açúcares, como as polpas de frutas, podem sofrer escurecimento quando expostos a altas temperaturas durante os processos de secagem, resultando numa redução dos valores de luminosidade ( $L^*$ ). Esse comportamento é relatado por Quek, Chuk e Swedlund (2007), em seu estudo com suco de melancia em pó e por Rocha *et al.* (2014), em seu estudo com suco de caju em pó, ambos obtidos em spray-dryer.

No presente trabalho, o fato da luminosidade não ter sofrido alteração durante o processo pode ser visto como um aspecto positivo das condições de secagem utilizadas, indicando que não houve escurecimento do pó. Resultado semelhante é relatado por Rocha *et al.* (2013) em estudo sobre a obtenção de polpa de manga em pó por spray-dryer e por Costa, Rocha e Costa (2014), ao estudarem a influência da concentração de maltodextrina sobre as características físico-químicas da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer.

A secagem à temperatura de 160 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem resultou em um pó com teor de umidade de 1,3% e atividade de água de 0,1. Isso significa que a polpa de graviola em pó pode ser considerada estável em relação à deterioração bioquímica e microbiana (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010). No entanto, as condições de armazenamento irão desempenhar importante papel em sua estabilidade.

A densidade aparente da polpa de graviola em pó foi de 0,53 g/mL. A baixa densidade está associada ao baixo teor de umidade do material e ao uso de maltodextrina como adjuvante de secagem. A adição de maltodextrina aumenta o teor de sólidos totais e reduz o teor de umidade do material a ser desidratado, facilitando a obtenção de pós com menor teor de umidade (QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007). Pós com menor teor de umidade tendem a ser menos densos que pós com maior teor de umidade, uma vez que há menor presença de água em sua composição.

Na Tabela 7 encontram-se os resultados das análises higroscópicas no que concerne aos parâmetros de higroscopicidade, grau de *caking*, solubilidade e tempo de reidratação para a polpa em pó obtida a 169°C, com 17% (m/m) de maltodextrina.

Tabela 7 - Parâmetros higroscópicos da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer, à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem

<b>Parâmetro Analisado</b>	<b>Polpa em pó</b>
Higroscopicidade (% m/m)	10,41±1,30
Grau de <i>caking</i> (% m/m)	51,85±1,47
Solubilidade (% m/m)	55,74±3,24
Tempo de Reidratação (s)	10,33±0,58

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

A higroscopicidade da polpa de graviola em pó foi de 10,41%. De acordo com a classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), a polpa de graviola em pó obtida nas condições otimizadas de secagem é ligeiramente higroscópica. A ligeira higroscopicidade da polpa de graviola em pó sugere a necessidade de uma investigação mais profunda sobre seu comportamento higroscópico durante seu armazenamento.

Essa polpa apresentou o valor de 51,88% para o parâmetro de grau de *caking*, podendo ser classificado como pó de muita formação de *caking*, de acordo com a classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003). Segundo Goula e Adamopoulos (2010), o *caking* de um pó alimentício depende de sua higroscopicidade, uma vez que a formação de *caking* em pós alimentícios ricos em açúcares pode ser atribuída à absorção de umidade. A água é adsorvida na superfície das partículas, formando uma solução saturada e tornando as partículas pegajosas.

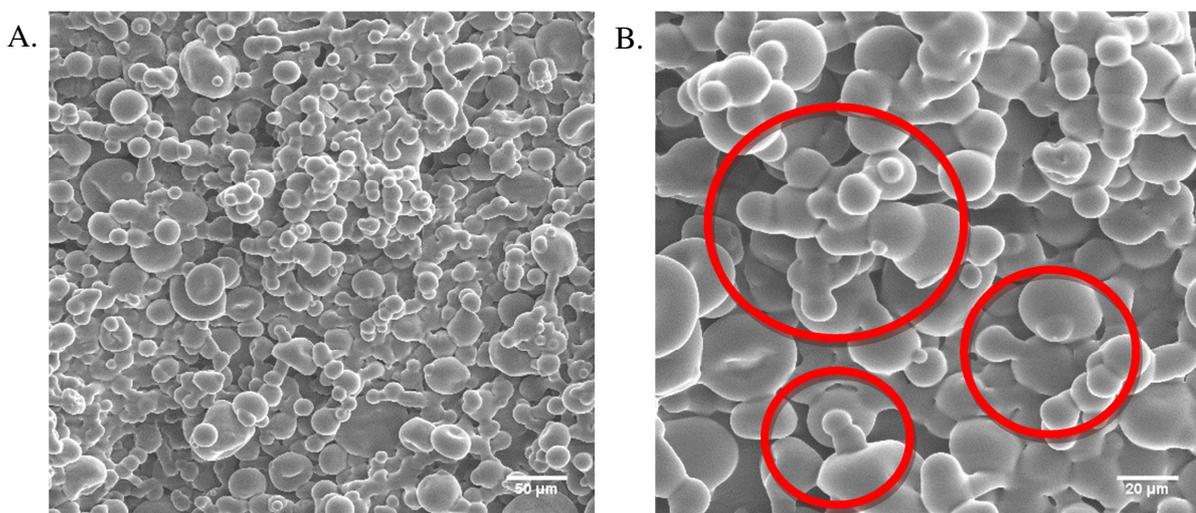
A considerada solubilidade da polpa de graviola em pó (55,74%) revela seu potencial como ingrediente em produtos alimentícios, como bebidas e preparados de sobremesas instantâneos.

O tempo de reidratação médio para essa polpa foi de 10,3 segundos e considerado relativamente rápido quando comparado a outros estudos (GOULA; ADAMOPOULOS, 2010). A rápida reidratação é possivelmente explicada pela alta concentração de maltodextrina, uma vez que a mesma apresenta elevada solubilidade (CANO-CHAUCA *et al.*, 2005). A utilização de maltodextrina resulta ainda em pós com baixo teor de umidade, contribuindo para uma rápida reidratação, pois quanto menor o teor de umidade, menos

pegajoso é o pó e, portanto, maior será a área em contato com a água de hidratação (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008).

A polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer a 169°C com 17% (m/m) de maltodextrina apresentou formato esférico, de diversos tamanhos, superfície lisa e uniforme (Figura 3), características desejáveis para a estabilidade do material (OSORIO *et al.*, 2010) e atribuídas ao uso de maltodextrina e à temperatura do ar de entrada utilizada no processo de secagem.

Figura 3 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes - Barra = 50 µm (A) e aumento de 500 vezes - Barra = 20 µm (B), da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem



Loksuwan (2007) relata que a maltodextrina com 20DE contém uma grande quantidade de açúcares de baixo peso molecular, que podem atuar como plastificantes, evitando o encolhimento da superfície durante a secagem em spray-dryer e conduzindo à formação de partículas mais lisas. Caparino *et al* (2012) observaram estruturas semelhantes, de superfície fina e lisa, para a polpa de manga em pó contendo 25% de maltodextrina e obtida por secagem em spray-dryer.

Nijdam e Langrish (2006) relatam que o uso de temperaturas mais altas no processo de secagem em spray-dryer promove rápida evaporação da água e a película do material desidratado torna-se seca e rígida, impedindo que as partículas encolham e, assim, como resultado, temos uma estrutura mais uniforme. Tais conclusões foram obtidas ao observarem a formação de esferas mais lisas e rígidas em leite em pó obtido por secagem em spray-dryer, à temperatura de 200 °C, enquanto que o leite produzido a 120 °C apresentou

partículas menores e com aparência mais rugosa.

Em alguns pontos da imagem é possível observar a adesão de partículas menores na superfície de partículas maiores, formando aglomerados (Figura 3B). De acordo com Cano-Chauca *et al.* (2005), a forte aderência das partículas menores em torno das maiores demonstra a ausência de superfícies cristalinas e é característica de produtos amorfos. A formação de aglomerados contribui para os baixos valores de densidade aparente e a classificação do pó como ligeiramente higroscópico e de muita formação de *caking*.

Os parâmetros dos modelos ajustados para as isotermas da polpa de graviola em pó, além dos valores dos coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e erros médios relativos E (%), são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros dos modelos matemáticos para representação das isotermas de sorção da polpa de graviola em pó formulada com 17% de maltodextrina e obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C

Modelo	T (°C)	Parâmetros <sup>a</sup>			R <sup>2</sup>	E(%)
		X <sub>m</sub>	C	K		
GAB	25	0,666	0,189	0,724	0,999	2,97
	30	0,747	0,170	0,723	0,998	0,58
	35	0,669	0,193	0,730	0,999	1,84
	40	0,750	0,176	0,730	0,999	4,47
BET		X <sub>m</sub>	C	N		
	25	1,532	0,036	4,927	0,999	5,22
	30	1,439	0,039	4,987	0,999	5,96
	35	1,165	0,049	5,075	0,999	5,25
HENDERSON		a	b			
	25	0,751	3,799		0,998	4,27
	30	0,739	3,673		0,998	6,18
	35	0,738	3,600		0,999	4,18
OSWIN		a	b			
	25	0,111	0,719		0,991	13,24
	30	0,112	0,738		0,990	9,03
	35	0,114	0,746		0,992	12,06
	40	0,116	0,767		0,992	3,74

R<sup>2</sup> - coeficiente de determinação; E% - erro médio relativo; X<sub>m</sub> - conteúdo de água na monocamada molecular (g de H<sub>2</sub>O.g<sup>-1</sup>); C – constante relativa ao calor total de sorção da primeira camada. K – constante de GAB relativa as multicamadas; n - Constante de BET relativa as multicamadas; a e b – parâmetros de ajuste para os modelos de Henderson e Oswin.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Os modelos matemáticos utilizados apresentaram altos coeficientes de determinação e baixos erros médios relativos para a maioria dos ajustes.

Geralmente, considera-se um modelo com ajuste aceitável quando o mesmo apresenta erros médios relativos menores que 10% (PEDRO; TELIS-ROMERO; TELIS, 2010; MOREIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA; CLEMENTE; COSTA, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014; ROCHA *et al.*, 2014) e Labuza, Kaanane e Chen (1985) relatam que a representação de isotermas é extremamente boa quando o erro relativo for menor que 5%, sendo estes os parâmetros utilizados para definir o modelo que melhor se ajusta à este estudo.

No presente estudo, o modelo de GAB forneceu o melhor ajuste para a polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer, com coeficientes de determinação ( $R^2$ ) maiores que 0,99 e erros médios (E) menores que 5%.

Segundo Pavan, Schmidt e Feng (2012), os modelos de GAB e BET se baseiam no conceito de umidade na monocamada, sendo este um parâmetro importante para avaliação da estabilidade dos alimentos. O conteúdo de umidade na monocamada ( $X_m$ ) corresponde à quantidade de água fortemente adsorvida a sítios específicos na superfície dos alimentos e é considerado um valor crítico, acima do qual as taxas de algumas reações de degradação aumentam e a estabilidade da matriz alimentar diminui (COMUNIAN *et al.*, 2011).

A Tabela 8 mostra que, de acordo com o modelo GAB a 25 °C, a polpa de graviola obtida por secagem em spray-dryer apresenta valor de umidade na monocamada ( $X_m$ ) equivalente a 66%, significando teor de umidade para um armazenamento seguro, no qual o material tem estabilidade. Nessa condição, assegura-se que o material está menos sujeito a alterações deteriorantes.

Em outras palavras, podemos dizer que a polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer requer cuidados quando armazenada em ambiente com umidade relativas superiores a 66% e, quando expostas a ambientes assim, recomenda-se que seu armazenamento seja realizado com o auxílio de embalagens que ofereçam resistências a troca de umidade.

Com relação ao parâmetro C do modelo de GAB, que representa o calor total de sorção da primeira camada e tem significado físico relacionado ao efeito da temperatura, observou-se tendência à diminuição do valor com o aumento da temperatura de 25 para 40 °C (Tabela 8). Comportamento semelhante aos observados por Rocha *et al.* (2014) e Moura Neto *et al.* (2015) em seus estudos sobre o comportamento higroscópico das polpas de manga e cajá em pó adicionadas de maltodextrina e obtidas por secagem em spray-dryer.

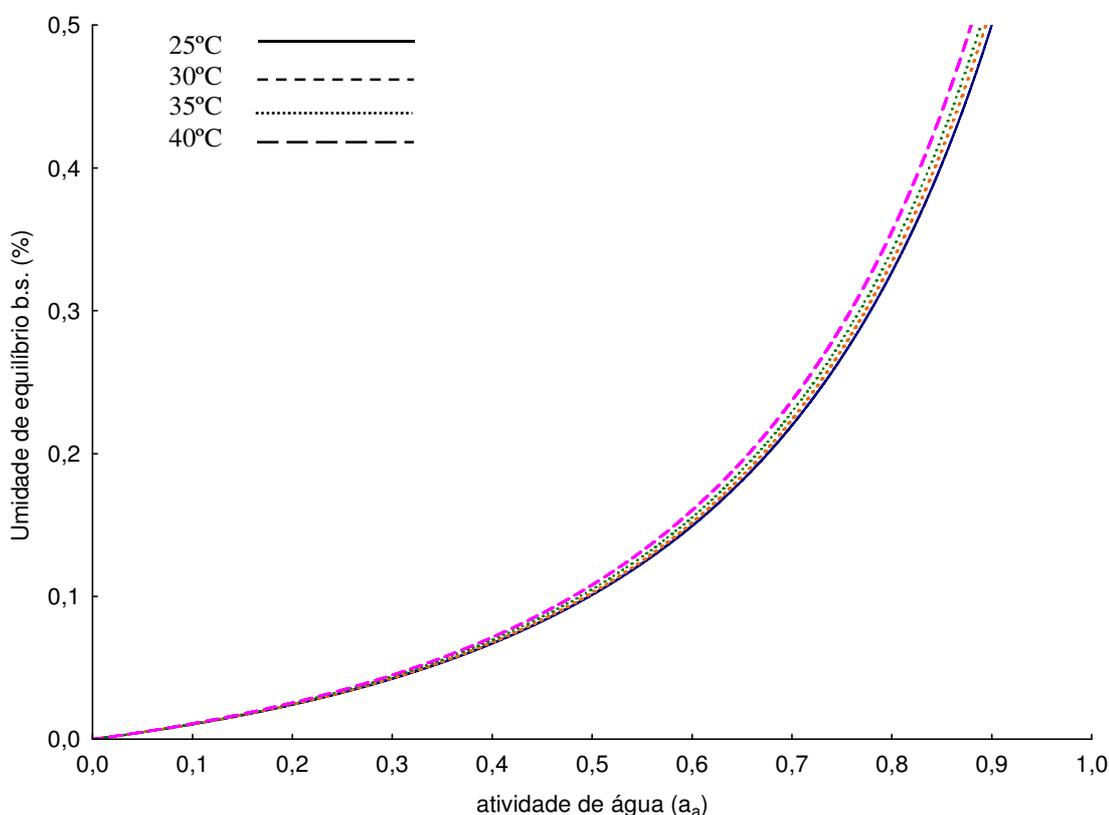
O parâmetro C do modelo GAB auxilia ainda a predizer o formato e o tipo de

isoterma do material, pois segundo Gogus, Maskan e Kaya (1998), valores inferiores a 10 para a Constante C indicam curvas de isoterma em formato de J classificadas como tipo III.

O valor da Constante K de GAB representa uma medida das interações entre as moléculas do adsorvato com o adsorvente (CATELAM; TRINDADE; ROMERO, 2011) e de acordo com Goula *et al.* (2008) seus valores devem ser menores que 1,0. Observa-se, de acordo com a Tabela 8, que a força de interação entre o vapor de água e a matriz sólida da polpa de graviola em pó aumentou com o aumento da temperatura, partindo de 0,72 na temperatura de 25 °C e chegando a valores de 0,73 na temperatura de 40°C.

As isotermas de adsorção de umidade para a polpa de graviola em pó nas temperaturas de 25, 30, 35 e 40°C foram construídas pelo ajuste ao modelo GAB (Figura 4). Conforme o esperado, o comportamento das isotermas foi do tipo exponencial, apresentando formato do tipo III (formato de J), característica de alimentos ricos em açúcar (HÉRBRARD *et al.*, 2003).

Figura 4 – Isotermas de adsorção de acordo com o modelo GAB a 25, 30, 35 e 40°C para a polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem



De acordo com Blahovec (2004), para o modelo de GAB e para as curvas do tipo III, os valores aceitáveis para as Constantes são  $0 < K \leq 1$  e  $0 \leq C \leq 1$ . Na tabela 8, observamos que estes parâmetros estão dentro do intervalo descrito, tendo assim, a confirmação matemática do tipo de isotermas obtido nesse estudo.

Por intermédio da Figura 4, pode-se observar que as isotermas apresentam condições de atividade de água e umidade de equilíbrio muito próximas devido à estreita faixa de temperatura avaliada (25 para 40 °C) e que a partir de valores de atividade de água de 0,3, um aumento da temperatura resulta em um aumento na umidade de equilíbrio para uma mesma atividade de água. Pedro, Telis-Romero e Telis (2010) relatam que este comportamento pode ser explicado pelo aumento da solubilidade dos açúcares em água, devido à temperatura.

O mesmo tipo de isoterma e o mesmo comportamento frente ao aumento da temperatura são relatados por outros autores em estudos com diversas polpas de frutas em pó formuladas com maltodextrina e obtidas por secagem em spray-dryer (SANTOS *et al.*, 2014; ROCHA *et al.*, 2014; MOURA NETO *et al.*, 2015), levando a crer que este comportamento seja típico para polpas de frutas em pó.

Tal comportamento fica ainda mais evidente a partir de valores de atividade de água de 0,6, no qual um pequeno aumento na atividade de água resulta em um grande ganho de umidade pelo pó. Esse resultado indica que deve-se ter cuidado no armazenamento desse produto em ambientes com umidade relativa acima de 60%, reforçando, assim, as conclusões obtidas com relação ao valor de umidade da monocamada ( $X_m$ ) de GAB a 25 °C (Tabela 8) que indicaram 66% como sendo o teor limite de umidade relativa do ambiente de armazenamento para este material.

A polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer pode ser considerada um pó de qualidade, pois apresentou baixos teores de umidade e atividade de água além de ser caracterizada como de ligeiramente higroscopicidade, considerada solubilidade e rápido tempo de reidratação. Características comumente descritas como importantes para alimentos em pó (BAKAR *et al.*, 2013).

## Conclusões

A umidade da polpa de graviola em pó diminui com o aumento da temperatura de secagem e da concentração de maltodextrina utilizada durante o processo de secagem.

O uso de 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem e 169 °C como temperatura de secagem resulta em um processo com maior rendimento e pós com umidade e higroscopicidade aceitáveis.

A polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina pode ser considerada como ligeiramente higroscópica, de muita formação de caking e apresenta microestruturas com formato esférico de tamanhos variados e de superfície lisa e uniforme.

As isotermas de sorção em diferentes temperaturas da polpa de graviola em pó, obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina, foram melhor representadas pelo modelo GAB, apresentaram comportamento do tipo III e revelaram que um aumento da temperatura numa mesma atividade de água resulta em aumentos no teor de umidade do pó.

Recomenda-se o armazenamento da polpa de graviola em pó, obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina, em ambientes com umidade relativa menor que 60% e que acima deste valor a estabilidade do material passa a ser comprometida.

## REFERÊNCIAS

ABADIO, F. D. B.; DOMINGUES, A. M.; BORGES, S. V. Physical properties of powdered pineapple (*Ananás comosus*) juice-effect of maltodextrin concentration and atomization speed. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 3, p. 285–287, 2004.

ALEXANDRE, H. V.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Moisture adsorption isotherms of red brazilian cherry powder. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 7, p. 11-20, 2007.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the AOAC**. Washington, v.2, 1997.

BAKAR, J.; EE, S. C.; MUHAMMAD, K.; HASHIM, D. M.; ADZAHAN, N. Spray-drying optimization for red pitaya peel (*Hylocereus polyrhizus*). **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 5, p. 1332-1342, 2013.

BLAHOVEC, J. Sorption isotherms in materials of biological origin mathematical and physical approach. **Journal of Food Engineering**, v. 65, p. 489-495, 2004.

BRASIL. Instrução Normativa nº 1, de 07 de janeiro de 2000. Dispõe sobre o regulamento técnico geral para fixação dos padrões de identidade e qualidade para polpa de fruta. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, 2000.

CANO-CHAUCA, M.; STRIGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420–428, 2005.

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.

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. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 35, p. 1196- 1203, 2011.

COMUNIAN, T. A.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; THOMAZINI, M.; BALIEIRO, J. C. C.; PICCONE, P.; PITTIA, P.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried chlorophyllide, a natural food colourant, using gum Arabic, maltodextrin and soy protein isolate-based carrier systems. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 46, p. 1259-1265, 2011.

COSTA, J. P. DA; ROCHA, É. M. F. F.; COSTA, J. M. C. Study of the physicochemical characteristics of soursop powder obtained by spray-drying. **Food Science and Technology**, v. 34, n. 4, p. 663-666, 2014.

DAMONDARA, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química dos alimentos de Fennema**. 4.ed. Porto Alegre: Artmed, 2010. 900p.

FERRARI, C. C.; RIBEIRO, C. P.; AGUIRRE, J. M. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n. 2, p. 157-165, jan./mar. 2012.

GEA NIRO RESEARCH LABORATORY. **Analytical methods dry milk products**: GEA Niro analytical methods nº 14a and 15a. Soeborg,2003. 103 p.

GOGUS, F.; MASKAN, M.; KAYA, A. Sorption isotherms of turkish delight. **Journal of Food Protection**, v. 22, p. 345-357, 1998.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, p. 342-351, 2010.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. Powder properties. **Drying Technology**, v. 26, p. 726–737, 2008.

GOULA, A. M.; KARAPANTSIOS, T. D.; ACHILIAS, D. S.; ADAMOPOULOS, K. G. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 1, p. 73-83, 2008.

GREENSPAN, L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. **Journal of Research of the National Bureau of Standards – Physics and Chemistry**, v. 81, n. 1, p. 89-96, 1977.

HÉRBRARD, A.; OULAHNA, D.; GALET, L.; CUQ, B.; ABECASSIS, J.; FAGES, J. Hydration properties of durum wheat semolina: influence of particle size. **Powder Technology**, v. 130, n. 1-3, p. 211-218, 2003.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ - IAL. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 4.ed./1.ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2004. 1020p.

JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. **Journal of Food Engineering**, v. 63, p. 125-134, 2004.

JAYA, S.; DAS, H. Glass transition and sticky point temperatures and stability/ mobility diagram of fruit powders. **Food and Bioprocess Technology**, v. 2, n. 1, p. 89-95, 2009.

JAYASUNDERA, M.; ADHIKARI, B.; ADHIKARI, R.; ALDRED, P. The effects of proteins and low molecular weight surfactants on spray drying of model sugar-rich foods: Powder production and characterization. **Journal of Food Engineering**, v. 104, n. 2, p. 259-271, 2011.

JULIANO, F. F.; SILVA, P. P. M. da; CASEMIRO, R. C.; COSTA, M. H.; SPOTO, M. H. F. Polpa de camu-camu liofilizada e armazenada em diferentes embalagens. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 8, n. 2, p. 1374-1384, 2014.

KHA, T. C.; NGUYEN, M. H.; ROACH, P. D. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the gac (*Mormodica cochinchinesis*) fruit aril powder. **Journal of Food Engineering**, v. 98, p. 385-392, 2010.

LABUZA, T. P.; KAAANANE, A.; CHEN, J. Y. Effects of temperature on moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. **Journal of Food Science**, v. 50, p. 385-392, 1985.

LEMOS, E. E. P. A produção de anonáceas no Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 78-85, 2014.

LIMA, M. A. C.; ALVES, R. E.; FILGUEIRAS, H. A. C. Comportamento respiratório e amaciamento de graviola (*Annona muricata* L.) após tratamentos pós-colheita com cera e 1-metilciclopropeno. **Revista Ciência e Agrotecnologia**, v. 34, n. 1, p. 155-162, 2010.

LOKSUWAN, J. Characteristics of microencapsulated  $\beta$ -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. **Food Hydrocolloids**, v. 21, p. 928-935, 2007.

MOREIRA, G. E. G.; COSTA, M. G. M.; SOUZA, A. C. R.; BRITO, E. S.; MEDEIROS, M. DE F. D.; AZEREDO, H. M. C. Physical properties of spray dried acerola pomace extract as affected by temperature and drying aids. **LWT – Food Science and Technology**, v. 42, n. 2, p. 641-645, 2009.

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. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 17, n. 10, p. 1093-1098, 2013.

MOURA NETO, L. G.; ROCHA, E. M. de F. F.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Adsorption isotherms of hog plum (*Spondias mombin* L.) pulp powder obtained by spray dryer. **Acta Scientiarum**, v. 37, n. 2, p. 273-277, 2015.

NIJDAM, J. J.; LANGRISH, T. A. J. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 4, p. 919-925, 2006.

OLIVEIRA, A. R. G.; BORGES, S. V.; FARIA, R. K.; ENDO, E.; GREGÓRIO, S. R. Influência das condições de secagem por atomização sobre as características sensoriais de sucos maracujá (*Passiflora edulis*) e abacaxi (*Ananas comosus*) desidratados. **Revista Ciência Agronômica**, v. 38, n. 3, p. 251-256, 2007.

OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior of lyophilized powder of grugru palm (*Acrocomia aculeata*). **American Journal of Analytical Chemistry**, v. 4, p. 1-7, 2013.

OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior and degree of caking of grugru palm (*Acrocomia aculeata*) powder. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 10, p. 2783-2789, 2014.

OLIVEIRA, G. S.; COSTA, J. M. C.; AFONSO, M. R. A. Caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 10, p. 1059-1064, 2014.

OSORIO, C.; ACEVEDO, B.; HILLEBRAND, S.; CARRIAZO, J.; WINTERHALTER, P.; MORALES, A. L. Microencapsulation by spray drying of anthocyanin pigments from corozo (*Bactris guineensis*) fruit. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, p. 6977-6985, 2010.

PAVAN, M. A.; SCHMIDT, S. J.; FENG, H. Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, refractance window dried and hot-air dried açai (*Euterpe oleracea* Martius) juice. **LWT-Food Science and Technology**, v. 48, p. 75-81, 2012.

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, n. 4, p. 993-1000, 2010.

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.

ROCHA, É. M. F. F.; NETO, L. G. M.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Influence of atomization parameters in the obtention of mango pulp powder. **Journal of Food Science and Engineering**, n. 3, p. 357-362, 2013.

ROCHA, É. M. F. F.; SOUSA, S. L.; COSTA, J. P.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 6, p. 646-651, 2014.

SANTOS, A. A. C.; FLORÊNCIO, A. K. G. D.; ROCHA, E. M. F. F.; COSTA, J. M. C. Physicochemical evaluation and hygroscopic behavior of powdered guava obtained by spray drying. **Revista Ciência Agronômica**, v. 45, n. 3, p. 508-514, 2014.

SÃO JOSÉ, A. R.; PIRES, M. M.; FREITAS, A. L. G. E.; RIBEIRO, D. P.; PEREZ, L. A. A. Atualidades e perspectivas das anonáceas no mundo. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 86-93, 2014.

STATSOFT. **Statistica for Windows**- Computer programa manual. Versão 7.0 Tulsa: Statsoft Inc. 2007.

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, 2008.

TONON, R.V.; BARONI, A. F.; BRABET, C.; GILBERT, O.; PALLET, D.; HUBINGER, M. D. Water sorption and glass transition temperature of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, v. 94, p. 215- 221, 2009.

WATANABE, H. S.; OLIVEIRA, S. L.; CAMARA, F. M.; ALMEIDA, G. V. B.; ALVES, A. A. Perfil de comercialização das anonáceas nas Ceasas brasileiras. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 65-70, 2014.

## 4 AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE SECAGEM E COMPORTAMENTO HIGROSCÓPICO DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR SECAGEM EM LIOFILIZADOR

### Introdução

O Brasil, atualmente, é o segundo maior produtor de graviola (*Annona muricata* L.) do mundo, no entanto, a graviola apresenta baixa expressão comercial quando comparada a outras frutas tropicais consumidas *in natura*. Apesar disso, o crescente interesse por parte da indústria de polpas e sucos faz com que a graviola se torne promissora para ser aproveitada por meio de novas formas de consumo e exportação (SAMARAO *et al.*, 2011; WATANABE *et al.*, 2014).

Dentre as novas formas de consumo, destacam-se as polpas de frutas em pó obtidas pelo processo de liofilização. Este processo consiste na sublimação do gelo contido no alimento congelado, em que a água passa do estado sólido para o estado gasoso em condições de pressão e temperatura adequadas na câmara do liofilizador. Como não há utilização de calor durante o processo de secagem, as características sensoriais, nutricionais e físico-químicas do produto final permanecem muito similares às do alimento fresco (SAGAR; SURESH KUMAR, 2010). Um processo de liofilização bem sucedida resulta em produtos altamente porosos e com excelente capacidade de reidratação (CEBALLOS; GIRALDO; ORREGO, 2012).

No caso das polpas de frutas, o alto conteúdo de açúcares pode acarretar a obtenção de produtos com alta higroscopicidade (CARLOS; RESENDE; CAL-VIDAL, 2005), o que ocasiona mudanças físicas indesejáveis e diminui a vida útil do alimento liofilizado. Portanto, é fundamental a utilização de adjuvantes de secagem com alto peso molecular antes da liofilização, visando reduzir a higroscopicidade dos pós obtidos e evitar problemas de aglomeração e empedramento do produto (ALVES *et al.*, 2008).

A maltodextrina é o adjuvante de secagem comumente empregado nas secagens de alimentos, em função de sua baixa higroscopicidade, alta solubilidade em água fria e baixo custo (MOSQUERA; MORAGA; MARTÍNEZ-NAVARRETE, 2010), podendo ser adicionada a polpas de frutas com a finalidade de reduzir a higroscopicidade dos pós obtidos por liofilização (OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014). Sua eficiência pode ser verificada por intermédio da caracterização higroscópica e morfológica da polpa de fruta em pó.

A caracterização higroscópica de um material, ou seja, o comportamento dos alimentos em pó frente às trocas de água com o ambiente que os envolve pode ser estabelecido por meio da construção de suas isotermas de sorção. Numerosas equações matemáticas que descrevem isotermas de sorção são encontradas na literatura, dentre as quais se destacam as de GAB (Guggenheim, Anderson e DeBoer), BET (Brunauer, Emmett e Teller), Henderson e Oswin.

O entendimento de isotermas de sorção de umidade em alimentos tem grande importância na ciência e tecnologia dos alimentos e é uma ferramenta muito útil para a criação e otimização de processos industriais, tais como os de secagem, modelagem das mudanças de umidade que ocorrem durante a secagem, apreciação dos problemas de embalagens, previsão da estabilidade de vida de útildo produto e prever misturas de ingredientes (OLIVEIRA *et al.*, 2013).

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar a influência do tempo de secagem e da concentração de maltodextrina sobre as características da polpa de graviola em pó produzida por liofilização, visando à determinação das condições ótimas de processamento e avaliar o comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó, obtida nas condições ótimas, por intermédio da determinação de suas isotermas de adsorção e de sua caracterização físico-química e morfológica.

## **Materiais e Métodos**

### ***Obtenção da matéria-prima***

A obtenção da matéria-prima foi realizada de acordo como descrito na página 35.

### ***Preparo e secagem das amostras***

As polpas formuladas com a devida concentração de adjuvante de secagem foram distribuídas em placas de 18 cm de diâmetro. Cada placa recebeu 100 gramas de polpa formulada, resultando numa lâmina com 5,0 mm de espessura. As placas foram, então, congeladas a -38 °C durante 24 horas em equipamento ultrafreezer da marca Terroni Equipamento Científicos Ltda. e, posteriormente, liofilizadas em equipamento liofilizador modelo LS3000, da marca Terroni Equipamento Científicos Ltda. Durante os processos de

liofilização, o tempo de secagem (h) e a concentração de maltodextrina (% m/m) sofreram variações de acordo com o planejamento experimental.

Após a secagem, os pós foram pesados para efeito de rendimento (R), expresso em percentual através da relação da quantidade de massa de sólidos obtidos pela massa de sólidos da alimentação, de acordo com a equação 1 do capítulo III, página 35, e então triturados, com auxílio de almofariz e pistilo, até a obtenção de pó com granulometria menor que 500  $\mu\text{m}$ , verificada através da passagem do material por uma peneira com mesh de 500  $\mu\text{m}$ .

### *Planejamento experimental e análise estatística*

Para avaliar a influência do tempo de secagem e da concentração de maltodextrina na polpa sobre o pó obtido no processo, foi realizado um delineamento do tipo composto central rotacional  $2^2$  com três repetições no ponto central, tendo como variáveis respostas a umidade, higroscopicidade e rendimento do pó. As faixas de variação entre os limites inferior e superior para variáveis independentes foram estabelecidas a partir de dados da literatura e de testes preliminares realizados (TABELA 9).

Tabela 9 - Níveis do planejamento experimental para secagem da polpa de graviola em liofilizador

Variáveis independentes	Níveis				
	-1,41	-1,0	0	+1,0	+1,41
Tempo de secagem (h)	15,5	18	24	30	32,5
Concentração de maltodextrina (% m/m)	10	12	17	22	24

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

A relação entre as variáveis independentes e as variáveis respostas foi estabelecida por intermédio de modelos matemáticos. O modelo utilizado foi uma equação de segunda ordem (16), em que Y é a variável resposta,  $\beta_0$  é a intersecção (constante),  $X_1$  e  $X_2$  são as variáveis independentes (tempo de secagem e concentração de maltodextrina), e  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ ,  $\beta_{11}$ ,  $\beta_{22}$ ,  $\beta_{12}$  são os coeficientes da regressão (linear, quadrático e interação).

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \text{Erro} \quad (16)$$

Após a análise estatística dos coeficientes, a análise de variância (ANOVA) foi aplicada com o intuito de testar a adequação dos modelos gerados por meio da avaliação do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e do teste F. Os termos que não eram estatisticamente significativos ( $p > 0,05$ ) foram excluídos do modelo básico e reajustados. Os coeficientes de determinação ( $R^2$ ), a determinação do coeficiente ajustado ( $R^2_{adj}$ ) e a análise da falta de ajuste foram usados para avaliar a qualidade dos novos modelos, e as parcelas de superfície foram geradas.

Para os modelos que apresentaram falta de ajuste significativo, foi realizado teste de Tukey para comparação entre as médias ( $\alpha = 0,05$ ), visando maior fundamentação na determinação das condições que geram a melhor polpa de graviola em pó. Os dados foram tratados estatisticamente com o auxílio do software Statistica 7.0 (STATSOFT, 2007), de forma a assegurar a validade dos coeficientes dentro de um intervalo de confiança de 95%.

### ***Determinações analíticas***

Todas as determinações físico-químicas, tanto na polpa integral quanto na polpa em pó obtida na melhor condição de processo, foram realizadas em triplicata, segundo metodologias descritas no capítulo 3, página 37, da presente tese.

As análises foram: atividade de água (determinada a 25°C em higrômetro digital Aqualab® 3TE da marca Decagon), teor de umidade (determinado por infra-vermelho em determinador de umidade digital, modelo ID50, série ID V1.8 da marca Marte), expresso em percentual, pH, acidez titulável, expressa em g/100 g de ácido cítrico e em g/100 g de ácido málico, e o teor de sólidos solúveis, expressos em °Brix (IAL, 2004).

O conteúdo de vitamina C foi determinado por intermédio do método titulométrico baseado na redução do indicador 2,6-diclorofenolindofenol pelo ácido ascórbico, e os resultados expressos em mg de ácido ascórbico por 100 g de amostra (AOAC, 1997).

A análise de cor foi realizada através do colorímetro Minolta modelo Chroma-Meter CR-410, com determinação da escala CIE  $L^* a^* b^*$ , que inclui as variáveis  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , Chroma ( $C^*$ ), ângulo Hue ( $H_0^*$ ) e a análise de densidade aparente, expressa em g/mL, foi realizada de acordo com a metodologia proposta por Goula e Adamopoulos (2010).

A caracterização higroscópica da polpa de graviola em pó obtida na melhor condição de processo também foi realizada em triplicata através das determinações de higroscopicidade (GOULA; ADAMOPOULOS, 2010), expressa em percentual (m/m) de

umidade adsorvida, grau de *caking* (JAYA; DAS, 2004), solubilidade (CANO-CHAUCA *et al.*, 2005), ambos expressos em percentual (m/m) e tempo de reidratação (GOULA; ADAMAPOULOS, 2010), expresso em segundos. Todas realizadas segundo metodologias descritas no capítulo 3, página 37, da presente tese.

Além das determinações físico-químicas e higroscópicas descritas acima, também foram realizadas a análise morfológica em microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss, modelo DSM940A, e a construção das isotermas de adsorção, feita por intermédio do método gravimétrico estático, utilizando diferentes soluções salinas saturadas preparadas de acordo com Greenspan (1977), com ajuste dos modelos matemáticos por meio do software Statistica 7.0 (STATSOFT, 2007). Todas realizadas segundo metodologias descritas no capítulo 3, página 37, da presente tese.

## **Resultados e Discussões**

O planejamento composto central rotacional utilizando como variáveis independentes o tempo de secagem (h) e concentração de maltodextrina (% m/m) e os resultados médios observados para as variáveis de rendimento, umidade e higroscopicidade são apresentados na Tabela 10.

O tempo de secagem e a concentração de maltodextrina, nos níveis utilizados, apresentaram falta de ajuste significativa ( $p < 0,05$ ) sobre a higroscopicidade e rendimento dos pós de polpa de graviola obtidos por liofilização e, portanto, não foi possível obter modelos matemáticos para as mesmas.

A higroscopicidade dos pós de polpa de graviola variou de 4,64 a 9,62%. De acordo com a classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), os pós de polpa de graviola obtidos nas condições utilizadas no planejamento são considerados não higroscópicos.

Oliveira *et al.* (2013), liofilizando polpa de macaúba, adicionada de 8% de maltodextrina, por 25 horas e Oliveira, Costa e Afonso (2014), liofilizando polpa de cajá, adicionada de 17% de maltodextrina, por 24 horas também relatam a obtenção de pós com higroscopicidade menor que 10%, considerados também como não higroscópicos.

Tabela 10 - Planejamento composto central rotacional utilizado para a secagem em liofilizador e resultados médios observados para os parâmetros de rendimento, higroscopicidade e umidade

Ensaio	Tempo (h)	Malto. (% m/m)	Rendimento (% m/m)	Higroscopicidade (% m/m)	Umidade (% m/m)
1	30 (+1)	22 (+1)	98,22±0,24 <sup>bcd</sup>	8,53±0,31 <sup>b</sup>	3,00±0,24
2	18 (-1)	22 (+1)	97,74±0,20 <sup>bcd</sup>	4,99±0,38 <sup>a</sup>	4,52±0,018
3	30 (+1)	12 (-1)	99,22±0,10 <sup>e</sup>	8,18±0,84 <sup>b</sup>	4,24±0,10
4	18 (-1)	12 (-1)	98,25±0,05 <sup>bcd</sup>	4,64±0,41 <sup>a</sup>	5,56±0,05
5	15,5 (-1,41)	17 (0)	98,45±0,15 <sup>d</sup>	8,63±0,61 <sup>b</sup>	4,34±0,14
6	32,5 (+1,41)	17(0)	98,27±0,07 <sup>cd</sup>	8,52±0,30 <sup>b</sup>	3,60±0,07
7	24 (0)	10 (-1,41)	97,7 ±0,50 <sup>bcd</sup>	9,15±1,21 <sup>b</sup>	5,38±0,05
8	24 (0)	24 (+1,41)	96,92±0,03 <sup>a</sup>	8,83±0,95 <sup>b</sup>	2,94±0,03
9	24 (0)	17 (0)	98,27±0,04 <sup>cd</sup>	9,62±2,10 <sup>b</sup>	4,20±0,04
10	24 (0)	17 (0)	98,29±0,04 <sup>cd</sup>	9,39±0,62 <sup>b</sup>	4,12±0,04
11	24 (0)	17 (0)	98,22±0,06 <sup>bcd</sup>	9,25±0,55 <sup>b</sup>	3,96±0,06

Letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa entre os tratamentos para  $p \leq 0,05$ .

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

O rendimento dos pós de polpa de graviola obtido nos ensaios foi elevado, variando de 96,92 a 99,22%, e apenas o ensaio 8, apresentando o menor rendimento, diferiu significativamente de todos os outros ensaios. No entanto, a variação pode ser explicada devido a perdas durante o processo de moagem da polpa liofilizada até a obtenção do pó com granulometria desejada de acordo com o exposto nos materiais e métodos.

Em relação à umidade, o modelo obtido foi satisfatório ( $p < 0,05$ ), mostrando uma falta de ajuste não significativa. A avaliação dos efeitos das variáveis independentes sobre o teor de umidades dos pós mostrou que somente os termos lineares tiveram influência significativa ( $p < 0,05$ ) (APÊNDICE – Tabela 24). Ambos apresentaram efeito negativo, ou seja, o aumento no tempo de secagem ou na concentração de maltodextrina acarreta na diminuição do teor de umidade dos pós.

O efeito negativo e linear do tempo de liofilização sobre o teor de umidade encontrado neste estudo é observado também ao analisarmos dados como os obtidos por Marques, Silveira e Freire (2006) e Moreira *et al.* (2013). Ambos avaliaram o processo de liofilização da polpa de manga. O primeiro, trabalhando com 12 horas de secagem, obteve pó com 7% de umidade e o segundo, trabalhando com 24 horas de secagem, obteve pó com 3% de umidade.

Estudos como os de Abadio, Domingues e Borges (2004) e Quek, Chuk e Swedluno (2007), trabalhando com desidratação de polpa de frutas em spray-dryer e utilizando maltodextrina como adjuvante de secagem, relatam que a adição de maltodextrina

umenta o teor de sólidos totais e reduz o teor de umidade do material a ser desidratado, facilitando a obtenção de pós com menor teor de umidade.

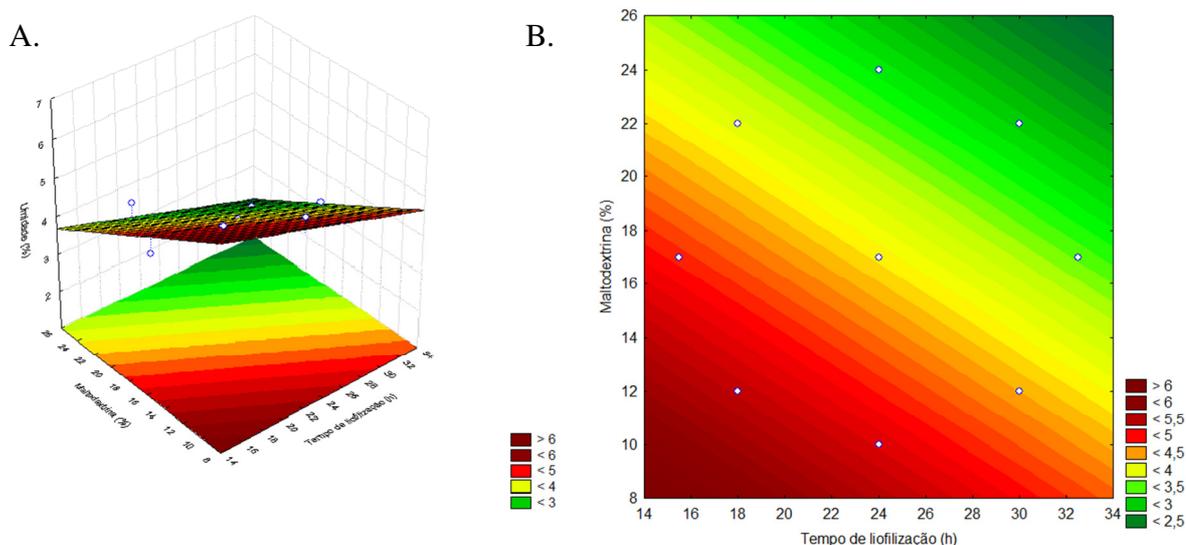
Oliveira, Costa e Afonso (2014) liofilizando polpa de cajá obtiveram um menor teor de umidade ao adicionarem 17% de maltodextrina à polpa. Tal fato associado aos resultados obtidos no presente estudo torna possível concluir que o efeito da adição de maltodextrina no processo de liofilização da polpa de graviola é similar ao efeito da adição da mesma em processos de secagem de polpa de frutas em spray-dryer.

Uma vez que somente os termos lineares foram significativos, um novo modelo foi gerado de modo que a qualidade do modelo não foi afetada (APÊNDICE – Tabela 26). O percentual de variação explicada pelo modelo foi maior que 88% e o valor de F calculado para o modelo foi de 29,06, ou seja, 6,52 vezes maior que o valor de F tabelado (4,46) no intervalo de 95% de confiança. Assim, o modelo gerado neste estudo pode ser considerado estatisticamente preditivo. Usando a equação 17, foi possível elaborar a superfície de resposta que mostra o comportamento das variáveis independentes sobre o teor de umidade da polpa de graviola em pó (Figura 5).

$$\text{Umidade (\%)} = 8,55 - 0,081T - 0,144M \quad (17)$$

$$(R^2 = 0,89; R^2_{\text{ajust}} = 0,88 \text{ e } p\text{-valor}_{[\text{falta de ajuste}]} = 0,06)$$

Figura 5 - Superfície de resposta (A) e curva de contorno (B) para a variável resposta umidade em função das variáveis independentes (tempo de secagem e concentração de maltodextrina) para a polpa de graviola desidratada em liofilizador



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

A Figura 5 mostra que maiores tempos de secagem e maiores concentrações de maltodextrina resultariam em pós com menor teor de umidade. No entanto, deve-se ressaltar que, como relatado por Nijhuis *et al.* (1998), os custos energéticos que envolvem a liofilização são altos e a produção de vácuo por um longo período constitui um custo adicional e que um dos fatores que influenciam o tempo de secagem é o teor de umidade final desejado.

Os ensaios 1, 6 e 8, correspondentes a 30, 32,5 e 24 horas de liofilização e 12, 17 e 24% (m/m) de maltodextrina, respectivamente, apresentaram os menores teores de umidade, na faixa de 2,9 a 3,6% (m/m), indicando que o uso de tempos de secagem maiores não seria necessário, pois foram obtidos teores de umidade relativamente baixos e considerados aceitáveis para a estabilidade de pós alimentícios. Ressalta-se, ainda, que os ensaios 1, 6 e 8, que apresentaram os menores teores de umidade, não diferiram significativamente quanto à higroscopicidade.

Por meio do exposto e visando a economia do processo por intermédio do uso de menor tempo de liofilização que resulte em pós com menor umidade, recomenda-se a secagem da polpa de graviola em liofilizador com adição de 24% (m/m) de maltodextrina e 24 horas de secagem.

Após a determinação da melhor concentração de maltodextrina e tempo mínimo de secagem, a polpa de graviola em pó obtida em tais condições foi caracterizada quanto a seus aspectos físico-químicos e higroscópicos. Na Tabela 11, se encontram os resultados das análises físico-químicas no que concerne aos parâmetros de acidez titulável, pH, sólidos solúveis, vitamina C, parâmetros de cor, umidade, atividade de água e densidade aparente, tanto para a polpa integral de graviola como para a polpa de graviola em pó.

A polpa de graviola integral apresentou acidez em torno de 0,88% de ácido málico, pH por volta de 3,7, teor de sólidos solúveis de 12,7 °Brix, e teor de vitamina C de 33 mg/100g. Resultados semelhantes são relatados em outros trabalhos (LIMA; ALVES; FILGUEIRAS, 2010; COSTA; ROCHA; COSTA, 2014). Ainda com relação aos resultados encontrados, verificou-se que todos estavam de acordo com os teores preconizados pelos padrões de identidade e na qualidade para este produto (BRASIL, 2000).

Observou-se um incremento nos valores dos parâmetros de acidez e no teor de vitamina C na polpa de graviola em pó quando comparado com a polpa integral, fato relacionado ao processo de secagem e, conseqüentemente, à concentração dos compostos no produto seco.

Tabela 11 - Caracterização físico-química da polpa de graviola integral (base úmida) e em pó (base seca) obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% (m/m) de maltodextrina e 24 horas de secagem

Parâmetro Analisado	Polpa integral (b.u.)	Polpa em pó (b.s.)
Acidez titulável (% m/m de ácido cítrico)	0,84±0,03	1,49±0,06
(% m/m de ácido málico)	0,88±0,03	1,56±0,06
Ph	3,74±0,10	3,44±0,10
Sólidos solúveis totais (°Brix)	12,73±0,12	*
Vitamina C (mg ácido ascórbico.100g <sup>-1</sup> )	33,01±0,20	85,03±0,50
L*	68,86±0,50	65,86±0,03
a*	-0,81±0,17	-2,32±0,01
Parâmetros de cor b*	14,55±0,32	5,23±0,40
H <sub>0</sub> *	96,25±0,02	114,95±0,94
C*	12,01±0,02	5,87±0,14
Umidade (% m/m)	86,33±0,05	2,33±0,21
Atividade de água	0,97±0,00	0,27±0,08
Densidade aparente	*	0,60±0,00

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

\* análise não aplicada ao material devido seu estado físico.

A polpa de graviola em pó apresentou-se em coloração branca verificada pelos baixos valores nos parâmetros a\*, b\*, C\* e elevado valor no parâmetro H<sub>0</sub>\*. A luminosidade da polpa de graviola integral e em pó foi de 68,86 e 65,86, respectivamente. O fato da luminosidade não ter sofrido alteração durante o processo pode ser visto como um aspecto positivo das condições de secagem utilizadas neste estudo, indicando que não houve escurecimento da polpa de graviola durante o processo.

As condições otimizadas da secagem definidas neste estudo resultaram em um pó com teor de umidade de 2,33% e atividade de água de 0,27. Isto significa que a polpa de graviola liofilizada pode ser considerada estável. No entanto, as condições de armazenamento irão desempenhar importante papel em sua estabilidade.

As polpas de frutas em pó, devido ao elevado teor de açúcares, podem apresentar elevada higroscopicidade e devem ser armazenadas adequadamente em embalagens com barreira à troca de gases e umidade, bem como mantidas em ambiente fresco e seco.

Na Tabela 12 encontram-se os resultados das análises higroscópicas no que concerne aos parâmetros de higroscopicidade, grau de *caking*, solubilidade e tempo de reidratação para a polpa em pó obtida por liofilização em 24 horas de secagem e 24% (m/m) de maltodextrina.

Tabela 12 - Parâmetros higroscópicos da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% (m/m) de maltodextrina e 24 horas de secagem

<b>Parâmetro Analisado</b>	<b>Polpa em pó</b>
Higroscopicidade (% m/m)	7,55±0,66
Grau de <i>caking</i> (% m/m)	13,40±1,78
Solubilidade (% m/m)	92,03±1,04
Tempo de Reidratação (s)	3,83±0,24

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

A higroscopicidade e grau de *caking* da polpa de graviola em pó foram de 7,55 e 13,4%, respectivamente. De acordo com a classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), o pó de polpa de graviola liofilizada por 24 horas com 24% (m/m) de maltodextrina é não higroscópico e com pouca formação de *caking*. O valor para grau de *caking* se encontra ainda de acordo com o desejado para alimentos em pó, que variam de 5,0 a 34,0%, como citam Jaya e Das (2004).

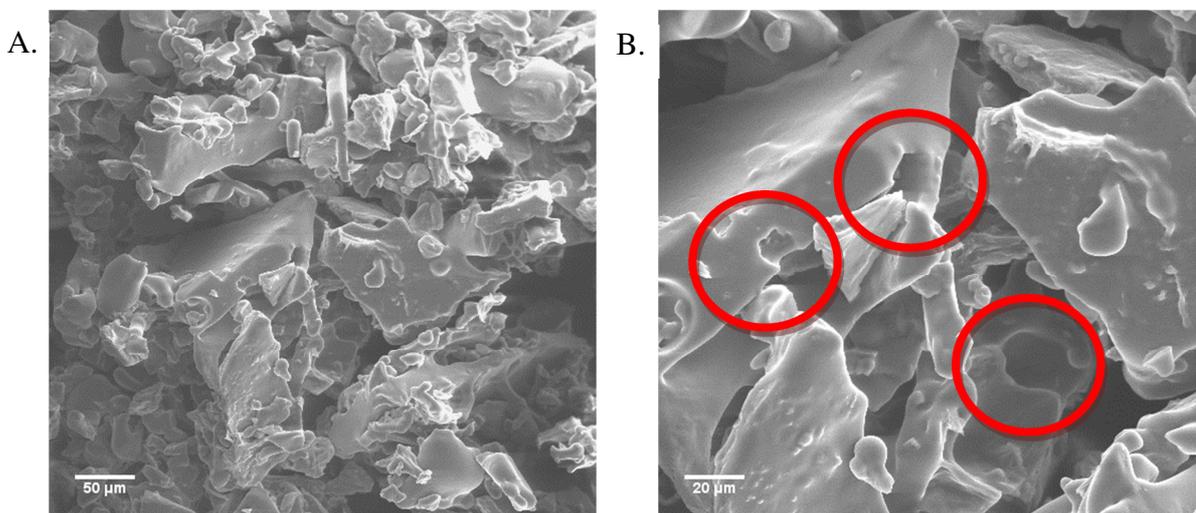
A maltodextrina caracteriza-se por ser um material de baixa higroscopicidade (TONONet *et al.*, 2009) e sua adição como adjuvante de secagem na liofilização de polpas de frutas tem se mostrado efetiva na diminuição da higroscopicidade e grau de *caking* (OLIVEIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014). Os resultados obtidos neste estudo reforçam a eficiência do seu uso no sentido de reduzir a higroscopicidade e o grau de *caking* de polpas de frutas liofilizadas.

Além de auxiliar na obtenção de pós alimentícios com baixa umidade e baixa higroscopicidade, o uso de maltodextrina como adjuvante de secagem contribui ainda com a solubilidade dos pós obtidos. Tal fato, segundo Cano-Chauca *et al.* (2005), deve-se à elevada solubilidade da maltodextrina em água. Conforme esperado, a polpa de graviola liofilizada com 24% de maltodextrina apresentou alta solubilidade, cerca de 92%.

O tempo de reidratação médio para a polpa de graviola em pó foi de 3,83 segundos, considerado rápido (GOULA; ADAMOPOULOS, 2010). A rápida reidratação pode estar relacionada ao baixo teor de umidade, uma vez que quanto menor o teor de umidade, menos pegajoso será o pó e, conseqüentemente, maior será a superfície de contato com a água de hidratação (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008).

A polpa de graviola em pó obtida por liofilização apresentou estruturas sem qualquer simetria, desordenadas, sem repetição de formas, além da presença de pequenas formas arredondadas e superfícies rugosas que, de acordo com ALVES *et al.* (2008) são características de estruturas amorfas (Figura 6).

Figura 6 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes - Barra = 50  $\mu\text{m}$  (A) e aumento de 500 vezes - Barra = 20  $\mu\text{m}$  (B), da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem.



Na imagem 6B podemos visualizar a presença de poros na estrutura. Caparino *et al.* (2012) também expõe a percepção de poros ao analisarem imagens microscópicas de polpa de manga em pó obtida por liofilização e relatam que os poros ocorrem porque o gelo no material durante a liofilização ajuda a evitar o encolhimento e colapso da estrutura, não resultando em alterações significativas em termos de volume. Os mesmos autores relatam ainda que esta é a razão pela qual os materiais liofilizados sempre apresentam maior porosidade quando comparados a outros métodos de secagem.

As polpas de frutas em pó obtidas por liofilização podem apresentar alguns problemas em suas propriedades, como tendência à aglomeração e ainda alta higroscopicidade, devido à presença de açúcares de baixo peso molecular e de ácidos orgânicos. O uso de adjuvantes de secagem de alto peso molecular é uma alternativa para a diminuição desses problemas, uma vez que a adição dos mesmos aumenta a temperatura de transição vítrea do material (CARLOS; RESENDE; CAL-VIDAL, 2005; SHRESTHA *et al.*, 2007).

Observando a Figura 6, percebe-se que a maltodextrina foi eficiente na estabilização da estrutura da polpa de graviola em pó, uma vez que somente alguns pontos de aglomeração são visualizados. Isso reforça a classificação da polpa de graviola em pó formulada com 24% (m/m) de maltodextrina e obtida por liofilização como material não higroscópico e de pouca formação de *caking*, segundo a classificação proposta por GEA Niro

Research Laboratory (2003).

Mosquera, Moraga e Martínez-Navarrete (2010) observaram que a adição de maltodextrina em polpa de borojó antes da liofilização melhorou a estabilidade da polpa em pó, diminuindo a higroscopicidade e aumentando a temperatura de transição vítrea (Tg). Fabra *et al.* (2011) também observou o mesmo comportamento ao adicionar maltodextrina à polpa de noni antes da liofilização.

Oliveira, Costa e Afonso (2014) e Oliveira *et al.* (2013), trabalhando em condições similares ao do presente estudo, também relatam que a liofilização de polpa de cajá formulada com 17% de maltodextrina e polpa de macaúba (*Acrocomia aculeata*) formulada com 8% de maltodextrina, respectivamente, resulta em pós não higroscópicos e sem formação de *caking*.

Os parâmetros dos modelos ajustados para as isotermas da polpa de graviola em pó, além dos valores dos coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e erros médios relativos E (%), são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 - Parâmetros dos modelos matemáticos para representação das isotermas de sorção da polpa de graviola em pó formulada com 24% de maltodextrina e obtida por secagem em liofilizador por 24 horas

Modelo	T (°C)	Parâmetros			$R^2$	E(%)
		$X_m$	C	K		
GAB	25	0,044	13,917	0,999	0,978	4,37
	30	0,043	13,891	1,009	0,984	5,80
	35	0,049	7,523	1,001	0,978	5,47
	40	0,052	6,521	1,005	0,992	12,78
BET		$X_m$	C	N		
	25	1,237	0,029	5,624	0,952	18,14
	30	0,959	0,038	5,836	0,955	17,21
	35	1,267	0,034	5,216	0,957	13,57
HENDERSON		a	b			
	25	4,393	0,720		0,967	8,18
	30	4,187	0,704		0,971	0,50
	35	4,182	0,725		0,970	0,53
OSWIN		a	b			
	25	0,082	0,741		0,976	1,69
	30	0,083	0,767		0,981	1,10
	35	0,088	0,758		0,977	2,38
	40	0,089	0,797		0,990	6,45

$R^2$  - coeficiente de determinação; E% - erro médio relativo;  $X_m$  - conteúdo de água na monocamada molecular (g de  $H_2O.g^{-1}$ ); C - Constante relativa ao calor total de sorção da primeira camada. K - Constante de GAB

relativa as multicamadas; n - Constante de BET relativa as multicamadas; a e b – parâmetros de ajuste para os modelos de Henderson e Oswin.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Os modelos matemáticos utilizados apresentaram altos coeficientes de determinação e baixos erros médios relativos para a maioria dos ajustes. Geralmente considera-se um modelo com ajuste aceitável quando o mesmo apresenta erros médios relativos menores que 10% (PEDRO; TELIS-ROMERO; TELIS, 2010; MOREIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA; CLEMENTE; COSTA, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA; COSTA; AFONSO, 2014; ROCHA *et al.*, 2014) e Labuza, Kaanane e Chen (1985) relatam que a representação de isotermas é extremamente boa quando o erro relativo for menor que 5%, sendo estes os parâmetros utilizados para definir o modelo que melhor se ajusta a este estudo.

No presente estudo, o modelo de OSWIN forneceu o melhor ajuste para a polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador, com coeficientes de determinação ( $R^2$ ) maiores que 0,97 e erros médios (E) menores que 5%, exceto na temperatura de 40 °C, na qual o erro médio (E) foi de 6,45, mas que ainda assim pode ser considerado baixo.

As constantes “a” e “b” do modelo Oswin estão dentro das expectativas, pois, segundo Blahovec (2004), o modelo de Oswin deve apresentar “a” > 0 e  $1 \geq$  “b” > 0. De acordo com o mesmo autor, o fato de o modelo Oswin referidos parâmetros dentro desses intervalos indica que não há ponto de inflexão na curva e, sendo assim, não há mudanças na concavidade das funções; logo, esses parâmetros possuem consistência matemática e física (ALCÂNTARA *et al.*, 2009).

Oliveira *et al.* (2013), trabalhando nas mesmas faixas de temperatura do presente estudo e determinando o comportamento higroscópico da polpa de macaúba formulada com 8% de maltodextrina e obtida por liofilização, também relata o modelo de Oswin como sendo o que apresentou melhores ajustes, com erros menores que 1% e Constantes “a” e “b” dentro das expectativas.

Oliveira, Costa e Afonso (2014), determinando o comportamento higroscópico a 25 °C da polpa de cajá liofilizada, também obtiveram bom ajuste de dados e erro médio menor que 10%, utilizando o modelo de Oswin. No entanto, o mesmo modelo apresentou erro médio superior a 13% no ajuste dos dados para a polpa de cajá formulada com 17% de maltodextrina.

Oliveira, Afonso e Costa (2011), determinando o comportamento higroscópico a 23 °C da polpa de sapoti liofilizada, obtiveram erro médio de 18% utilizando os modelos de

Oswin e GAB e, apesar do elevado erro médio, considerou-os como de melhor ajuste, uma vez que os outros modelos apresentaram erros ainda maiores.

Além de apresentar bons ajustes na representação de isotermas de polpas de frutas em pó formuladas ou não com maltodextrina, o modelo de Oswin também apresenta bons ajustes ao representar isotermas de outros alimentos como batata, alho, maçã e inhame (IGUEDJAL; LOUKA; ALLAF, 2008; MORAES; ROSA; PINTO, 2008; MONTES *et al.*, 2009). Al-Muataseb, McMinn e Magee (2002), em levantamento bibliográfico sobre as características das isotermas de sorção de produtos alimentares, relatam que o modelo de Oswin representa em torno de 57% das isotermas descritas para alimentos.

As isotermas de adsorção de umidade para a polpa de graviola em pó nas temperaturas de 25, 30, 35 e 40°C foram construídas pelo ajuste ao modelo OSWIN (Figura 6). O comportamento das isotermas foi do tipo exponencial, apresentando formato do tipo III (formato de J), característica de alimentos ricos em açúcar (HÉRBRARD *et al.*, 2003).

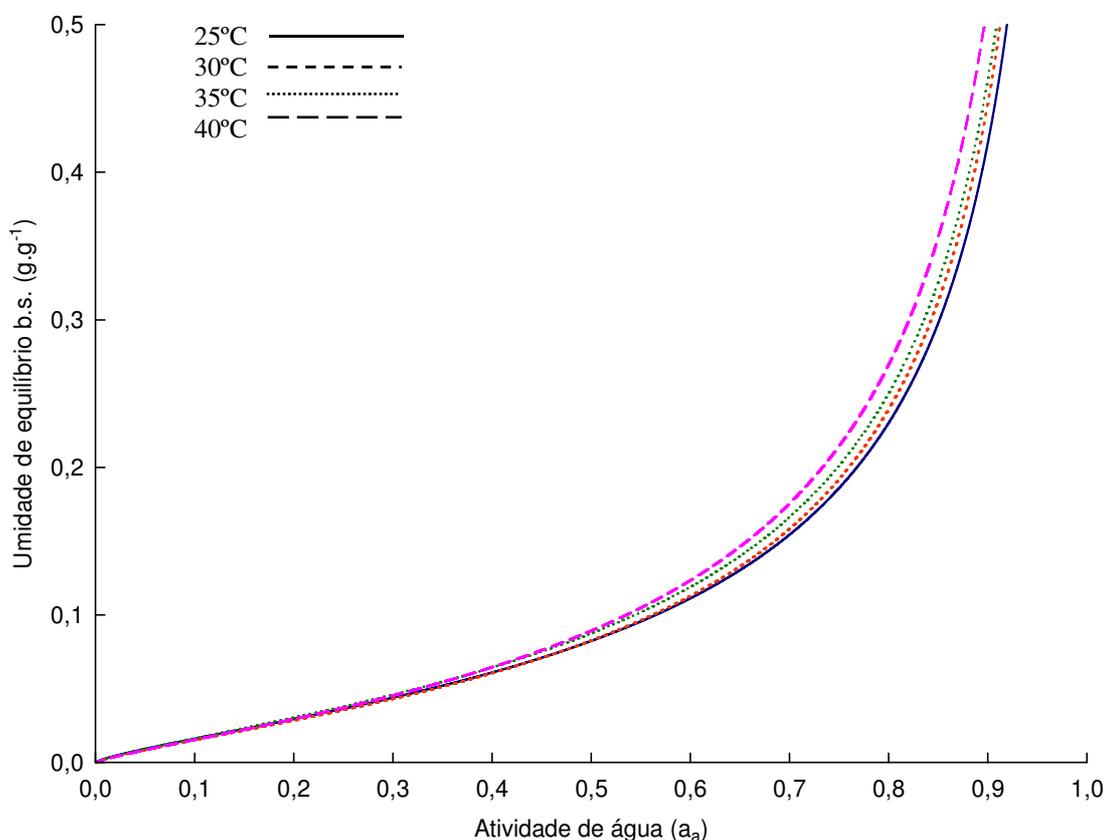
Por intermédio da Figura 7 pode-se observar que as isotermas apresentam condições de atividade de água e umidade de equilíbrio muito próximas devido à estreita faixa de temperatura avaliada (25 a 40 °C) e que a partir de valores de atividade de água de 0,3, um aumento da temperatura resulta em um aumento na umidade de equilíbrio para uma mesma atividade de água. Pedro, Telis-Romero e Telis (2010) relatam que esse comportamento pode ser explicado pelo aumento da solubilidade dos açúcares em água, devido à temperatura.

O mesmo tipo de isoterma e o mesmo comportamento frente ao aumento da temperatura são relatados por outros autores em estudos com diversas polpas de frutas em pó formuladas ou não com maltodextrina e obtidas por secagem em liofilizador (OLIVEIRA; AFONSO; COSTA, 2011; MOREIRA *et al.*, 2013; OLIVEIRA *et al.* 2013), levando a crer que esse comportamento seja típico para polpas de frutas em pó.

Esse comportamento fica ainda mais evidente a partir de valores de atividade de água de 0,6, nos quais um pequeno aumento da atividade de água resulta em um grande ganho de umidade pelo pó. Nesta última região, a água exerce uma forte influência sobre a estabilidade do pó, uma vez que, estando na forma de moléculas livres, pode dissolver componentes, resultando em uma aceleração de reações indesejáveis (SANTOS *et al.*, 2014).

O comportamento observado nas isotermas de adsorção frente às mudanças de temperatura mostra ainda que o armazenamento da polpa de graviola em pó deve ser realizado em ambientes com umidade relativa menor que 60%, pois em valores de umidade relativa maiores a estabilidade do material fica comprometida.

Figura 7 – Isotermas de adsorção de acordo com o modelo OSWIN a 25, 30, 35 e 40°C para a polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem



A polpa de graviola em pó obtida por liofilização pode ser considerada um pó de qualidade, pois apresentou baixos teores de umidade, atividade de água, higroscopicidade e grau de *caking*, além de elevada solubilidade e rápido tempo de reidratação. Características comumente descritas como importantes para alimentos em pós (BAKAR *et al.*, 2013) e mostra o potencial uso da polpa de graviola em pó obtida por liofilização como ingrediente para produtos alimentícios, como bebidas, preparados de sobremesa instantâneas e outros.

## Conclusões

A umidade da polpa de graviola em pó diminui com o aumento do tempo de secagem e da concentração de maltodextrina utilizada durante o processo de liofilização.

O uso de 24% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem e 24 horas de secagem resulta em um processo com ótimo rendimento e produção de polpa de graviola em pó com umidade e higroscopicidade aceitáveis.

A polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com 24% (m/m) de maltodextrina e 24 horas de secagem pode ser considerada como não higroscópica, de pouca formação de *caking* e apresenta microestruturas amorfas.

As isotermas de sorção em diferentes temperaturas da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com 24% (m/m) de maltodextrina e 24 horas de secagem foram melhor representadas pelo modelo OSWIN, apresentaram comportamento do tipo III e revelaram que um aumento da temperatura numa mesma atividade de água resulta em aumentos no teor de umidade do pó.

Recomenda-se o armazenamento da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com 24% (m/m) de maltodextrina e 24 horas de secagem em ambientes com umidade relativa menor que 60% e que acima desse valor a estabilidade do material passa a ser comprometida.

## REFERÊNCIAS

ABADIO, F. D. B.; DOMINGUES, A. M.; BORGES, S. V. Physical properties of powdered pineapple (*Ananás comosus*) juice-effect of maltodextrin concentration and atomization speed. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 3, p. 285–287, 2004.

ALCÂNTARA, S. R.; ALMEIDA, F. DE A. C.; SILVA, F. L. H. DA; GOMES, J. P. Isotermas de adsorção do pedúnculo seco do caju. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 13, n. 1, p. 81–87, 2009.

AL-MUHTASEB, A. H.; MCMINN, W. A. M.; MAGEE, T. R. A. Moisture sorption isotherm characteristics of food products: a review, **Food and Bioproducts Processing**, v. 80, n. 2, p. 118-128, 2002.

ALVES, C. C. DE O.; RESENDE, J. V. DE; 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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 4, p. 830-839, 2008.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the AOAC**. Washington, v. 2, 1997.

BAKAR, J.; EE, S. C.; MUHAMMAD, K.; HASHIM, D. M.; ADZAHAN, N. Spray-drying optimization for red pitaya peel (*Hylocereus polyrhizus*). **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 5, p. 1332-1342, 2013.

BLAHOVEC, J. Sorption isotherms in materials of biological origin mathematical and physical approach. **Journal of Food Engineering**, v. 65, p. 489-495, 2004.

BRASIL. Instrução Normativa nº 1, de 07 de janeiro de 2000. Dispõe sobre o regulamento técnico geral para fixação dos padrões de identidade e qualidade para polpa de fruta. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, 2000.

CANO-CHAUCA, M.; STRIGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420-428, 2005.

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. A.; RESENDE, J. V.; CAL-VIDAL, J. Redução da higroscopicidade de pós liofilizados pela indução da cristalização em soluções-modelo de açúcares constituintes de frutas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, p. 163- 173, 2005.

CEBALLOS, A. M.; GIRALDO, G. I.; ORREGO, C. E. Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 111, p. 360-365, 2012.

COSTA, J. P.; ROCHA, É. M. F. F.; COSTA, J. M. C. Study of the physicochemical characteristics of soursop powder obtained by spray-drying. **Food Science and Technology**, v. 34, n. 4, p. 663-666, 2014.

DAMONDARA, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química dos alimentos de Fennema**. 4.ed. Porto Alegre: Artmed, 2010. 900p.

FABRA, M. J.; MÁRQUEZ, E.; CASTRO, D.; CHIRALT, A. Effect of maltodextrins in the water-content-water activity-glass transition relationships of noni (*Morinda citrifolia* L.) pulp powder. **Journal of Food Engineering**, v. 103, p. 47-51, 2011.

GEA NIRO RESEARCH LABORATORY. **Analytical methods dry milk products**: GEA Niro analytical methods nº 14a and 15a. Soeborg, 2003. 103 p.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, p. 342-351, 2010.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. Powder properties. **Drying Technology**, v. 26, p. 726-737, 2008.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp: effect of feed concentration. **Drying Technology**, v. 22, p. 2309-2330, 2004.

GREENSPAN, L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. **Journal of Research of the National Bureau of Standards – Physics and Chemistry**, v. 81, n. 1, p. 89-96, 1977.

IGUEDJAL, T.; LOUKA, N.; ALLAF, K. Sorption isotherms of potato slices dried and texturized by controlled sudden decompression. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 2, p. 180-190, 2008.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ - IAL. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 4.ed./1.ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2004. 1020p.

JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. **Journal of Food Engineering**, v. 63, p. 125-134, 2004.

LABUZA, T. P.; KAAANANE, A.; CHEN, J. Y. Effects of temperature on moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. **Journal of Food Science**, v. 50, p. 385-392, 1985.

LIMA, M. A. C. DE; ALVES, R. E.; FILGUEIRAS, H. A. C. Comportamento respiratório e amaciamento de graviola (*Annona muricata* L.) após tratamentos pós-colheita com cera e 1-metilciclopropeno. **Revista Ciência e Agrotecnologia**, v. 34, n. 1, p. 155-162, jan./fev., 2010

MARQUES, L. G.; SILVEIRA, A. M.; FREIRE, J. T. Freeze-drying characteristics of tropical fruits. **Drying Technology**, v. 24, p. 457-463, 2006.

MONTES, E.; TORRES, R.; ANDRADE, R.; PÉREZ, O.; MARIMON, J.; MEZA, I. Models of desorption isotherms of yam (*Dioscorea rotundata*). **Dyna**, v. 72, n. 157. P. 145-152, 2009.

MORAES, M. A.; ROSA, G. S.; PINTO, L. A. Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of apple Fuji and garlic. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 43, n. 10, p. 1824-1831, 2008.

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. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 17, n. 10, p. 1093-1098, 2013.

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**, v. 97, p. 72-78, 2010.

NIJHUIS, H. H.; TORRINGA, H. M.; MURESAN, S.; YUKSEL, D.; LEGUIJT, C.; KLOEK, W. Approaches to improving the quality of dried fruit and vegetables. **Trends in Food Science and Technology**, v. 9, p. 13-20, 1998.

OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. da. Hygroscopic behavior of lyophilized powder of grugru palm (*Acrocomia aculeata*). **American Journal of Analytical Chemistry**, v. 4, p. 1-7, 2013.

- OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior and degree of caking of grugru palm (*Acrocomia aculeata*) powder. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 10, p. 2783-2789, 2014.
- OLIVEIRA, G. S.; COSTA, J. M. C.; AFONSO, M. R. A. Caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 10, p. 1059–1064, 2014.
- 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, 2011.
- 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, n. 4, p. 993-1000, 2010.
- 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.
- ROCHA, E. M. F. F.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Mathematical modeling for isotherms of mango pulp powder, obtained by atomization. **Journal of Encapsulation and Adsorption Science**, v. 4, p. 8-14, 2014.
- SAGAR, V. R.; SURESH KUMAR, P. Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review. **Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 1, p. 15-26, 2010.
- SANTOS; A. A. C.; FLORÊNCIO, A. K. G. D.; ROCHA, É. M. F. F.; COSTA, J. M. C. Avaliação físico-química e comportamento higroscópico de goiaba em pó obtida por spray-dryer. **Revista Ciência Agronômica**, Fortaleza, v. 45, n. 3, p. 508-514, 2014.
- SARAMAO, S. S.; RODRIGUES, L. A.; MARTINS, M. A.; MANHÃES, T. N.; ALVIN, , L. A. M. Desempenho de mudas de gravioleira inoculadas com fungos micorrízicos arbusculares em solo não esterelizado, com diferentes doses de fósforo. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 33, n. 1, p. 81-88, 2011.
- SHRESTHA, A. K. *et al.* Glass transition behavior of spraydried orange juice powder measured by differential scanning calorimetry (DSC) and mechanical compression test (TMCT). **International Journal of Food Properties**, v. 10, p. 661-673, 2007.
- STATSOFT. **Statistica for Windows** - Computer program manual. Versão 7.0 Tulsa: Statsoft Inc. 2007.
- TONON, R.V.; BARONI, A. F.; BRABET, C.; GILBERT, O.; PALLET, D.; HUBINGER, M. D. Water sorption and glass transition temperature of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, v. 94, p. 215- 221, 2009.

WATANABE, H. S.; OLIVEIRA, S. L.; CAMARA, F. M.; ALMEIDA, G. V. B.; ALVES, A. A. Perfil de comercialização das anonáceas nas Ceasas brasileiras. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 65-70, 2014.

## 5 ESTABILIDADE DAS POLPAS DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDAS POR SECAGEM EM SPRAY-DRYER E LIOFILIZAÇÃO

### Introdução

A transformação de polpas de frutas em pó permite a obtenção de um produto com maior estabilidade e maior vida útil, possibilitando que o consumidor tenha acesso a esse produto durante o ano inteiro e não apenas no período de safra. Dentre as técnicas de secagem de polpa de frutas destacam-se a secagem por spray-dryer e a secagem por liofilização.

O processo de secagem por spray-dryer 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 (OLIVEIRA; PETROVICK, 2009).

A liofilização é um processo que consiste na sublimação do gelo contido no alimento congelado, em que a água passa do estado sólido para o estado gasoso em condições de pressão e temperatura adequadas na câmara do liofilizador (SAGAR; SURESH KUMAR, 2010).

Apesar das garantias propostas pelos métodos de secagem é por meio do monitoramento do produto embalado que se permite ao consumidor ter acesso às reais condições do alimento antes do consumo. A embalagem fica em contato com o alimento e pode ser considerada a ferramenta mais simples e viável de fornecer informações sobre a qualidade do alimento embalado durante o transporte e acondicionamento (OLIVEIRA *et al.*, 2015).

A conservação de polpas de frutas em pó exige propriedades específicas das embalagens utilizadas no acondicionamento das mesmas. De forma geral, estas embalagens devem apresentar propriedade de barreira e resistência mecânica adequadas para sua aplicação, dentre outras propriedades inerentes a embalagens de alimentos. Embalagens laminadas têm sido mais efetivas em relação às de polietileno no prolongamento da vida útil de sucos desidratados devido à maior proteção contra a oxidação e absorção de umidade (ENDO *et al.*, 2007).

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar a estabilidade da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer e por liofilização durante o armazenamento em embalagens laminadas sob condições ambientais.

## **Materiais e Métodos**

### ***Obtenção da matéria-prima***

A obtenção da matéria-prima foi realizada conforme descrito no capítulo 3, página 35, da presente tese.

### ***Preparo e secagem das amostras***

Para a secagem em spray-dryer, utilizou-se as condições de secagem determinadas no capítulo 3 (169 °C como temperatura de secagem e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem). Para a secagem em liofilizador, utilizou-se as condições de secagem determinadas no capítulo 4 (24 h de secagem e 24% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem).

Ambos os processos de secagem foram realizados em triplicata, conforme descritos nos subitens 3.2.2 e 4.2.2 da presente tese, e o pó obtido em cada triplicata foi então dividido em embalagens do tipo laminada flexível sanfonada ESA 038 estruturada com Polietileno Tereftalato (PET) + Alumínio + Poliestireno (PE), com gramatura de 122 g/m<sup>2</sup>, contendo no mínimo 10 g de pó cada e fechadas com auxílio de seladora tipo Multiple-315 da marca Orvede e Brock Ltda. As embalagens foram armazenadas sob condições ambientais por um período de 180 dias compreendidos entre os meses de setembro de 2014 e março de 2015.

Com o intuito de monitorar a estabilidade das amostras embaladas e armazenadas nas condições descritas acima, foram realizados, no início do armazenamento (tempo 0) e a cada 30 dias, as determinações analíticas descritas a seguir.

### ***Determinações analíticas***

Foram monitorados os parâmetros de atividade de água; teor de umidade; pH; acidez titulável; teor de vitamina C; análise dos parâmetros de cor; higroscopicidade; grau de *caking*; solubilidade e tempo de reidratação conforme metodologias descritas no capítulo 3, página 37, da presente tese.

Possíveis mudanças que pudessem ocorrer na morfologia e na superfície dos pós ao longo do armazenamento foram acompanhadas por intermédio de análises em microscópio

eletrônico de varredura (MEV). Todas as determinações analíticas foram realizadas em triplicata, representadas pelos sachês em cada parcela do tempo de armazenamento.

### ***Planejamento experimental e análise estatística***

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado em esquema fatorial 2x6 (tratamento x tempo de armazenamento) com três repetições, analisado por intermédio de análise de variância pelo programa SISVAR versão 4.3 (Ferreira, 2000), com comparação entre médias pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

### **Resultados e Discussões**

Na Tabela 14 são apresentados os resultados médios para os parâmetros de acidez titulável (AT), pH, vitamina C (Vit. C) e parâmetros de cor de luminosidade ( $L^*$ ), intensidade de verde ( $-a^*$ ), intensidade de amarelo ( $+b^*$ ), croma ( $C^*$ ) e ângulo Hue ( $H_0^*$ ) da polpa de graviola em pó obtida por spray-dryer e liofilização armazenadas em embalagens laminadas por 180 dias sob condições ambientais.

As polpas de graviola em pó obtidas por secagens em spray-dryer e liofilização (tempo zero) apresentaram acidez titulável de 1,83 e 1,49% em ácido cítrico, pH de 3,4 e 3,5 e teor de vitamina C de 84,38 e 85,02 mg/100g de pó respectivamente. Ambos os pós apresentaram coloração branca verificada pelos baixos valores nos parâmetros  $a^*$ ,  $b^*$ ,  $C^*$  e elevados valores nos parâmetros de  $L^*$  e  $H_0^*$ .

Avaliando o parâmetro de acidez titulável e pH da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer, observa-se que, apesar de se notar diferença significativa entre os tempos 90 dias e 180 dias nos resultados, não houve diferença estatística entre os valores de acidez e pH do tempo “zero” e os tempos citados, sugerindo estabilidade do material. A estabilidade destes parâmetros também é observada na polpa de graviola obtida por secagem em liofilizador.

Tabela 14 - Valores médios, equações e coeficientes de regressão para os parâmetros de acidez titulável, pH, vitamina C e para os parâmetros de cor de luminosidade ( $L^*$ ), intensidade de verde ( $-a^*$ ), intensidade de amarelo ( $+b^*$ ), croma ( $C^*$ ) e ângulo Hue ( $H_0^*$ ) da polpa de graviola em pó obtida por spray-dryer (17% m/m de maltodextrina e 169 °C como temperatura de secagem) e liofilização (24% m/m de maltodextrina e 24 horas de secagem), armazenadas em embalagens laminadas por 180 dias, sob condições ambientais.

Parâmetro analisado		Tempo de armazenamento (dias)						
		0	30	60	90	120	150	180
AT(% m/m)	S	1,83±0,13 <sup>bAB</sup>	1,95±0,06 <sup>bAB</sup>	1,93±0,16 <sup>bAB</sup>	2,17±0,25 <sup>bB</sup>	1,93±17 <sup>bAB</sup>	1,75±0,25 <sup>bA</sup>	1,65±0,18 <sup>aA</sup>
	L	1,49±0,06 <sup>aA</sup>	1,54±0,00 <sup>aA</sup>	1,52±0,03 <sup>aA</sup>	1,57±0,02 <sup>aA</sup>	1,54±0,09 <sup>aA</sup>	1,49±0,07 <sup>aA</sup>	1,41±0,20 <sup>aA</sup>
pH	S	3,54±0,04 <sup>aAB</sup>	3,58±0,01 <sup>aAB</sup>	3,56±0,02 <sup>bAB</sup>	3,48±0,14 <sup>aA</sup>	3,65±0,06 <sup>bAB</sup>	3,55±0,06 <sup>aAB</sup>	3,67±0,03 <sup>aB</sup>
	L	3,44±0,01 <sup>aA</sup>	3,61±0,04 <sup>aA</sup>	3,44±0,09 <sup>aA</sup>	3,58±0,01 <sup>aA</sup>	3,46±0,09 <sup>aA</sup>	3,50±0,09 <sup>aA</sup>	3,59±0,02 <sup>aA</sup>
Vit. C(mg ácido ascórbico.100 <sup>-1</sup> )	S	84,38±0,42 <sup>aA</sup>	70,76±5,18 <sup>aA</sup>	74,30±1,17 <sup>aA</sup>	78,50±5,42 <sup>aA</sup>	69,75±4,38 <sup>aA</sup>	80,99±6,29 <sup>aA</sup>	75,39±3,31 <sup>bA</sup>
	L	85,03±0,50 <sup>aB</sup>	78,13±5,46 <sup>aB</sup>	82,95±5,49 <sup>aB</sup>	82,10±4,84 <sup>aB</sup>	75,66±0,90 <sup>aB</sup>	71,63±5,22 <sup>aB</sup>	54,83±6,40 <sup>aA</sup>
$L^*$	S	68,69±0,56 <sup>bBC</sup>	69,11±0,01 <sup>bCD</sup>	67,75±0,02 <sup>bA</sup>	68,25±0,06 <sup>bAB</sup>	69,50±0,10 <sup>bDE</sup>	70,05±0,08 <sup>bEF</sup>	70,15±0,01 <sup>bF</sup>
	L	65,86±0,03 <sup>aA</sup>	66,24±0,46 <sup>aABC</sup>	66,49±0,02 <sup>aC</sup>	66,48±0,01 <sup>aC</sup>	66,43±0,01 <sup>aBC</sup>	66,29±0,34 <sup>aABC</sup>	65,88±0,01 <sup>aAB</sup>
$-a^*$	S	-2,60±0,01 <sup>aB</sup>	-2,61±0,01 <sup>aB</sup>	-2,57±0,01 <sup>aB</sup>	-2,60±0,01 <sup>aB</sup>	-2,68±0,01 <sup>aA</sup>	-2,69±0,01 <sup>aA</sup>	-2,70±0,00 <sup>aA</sup>
	L	-2,32±0,01 <sup>bAB</sup>	-2,34±0,09 <sup>bAB</sup>	-2,33±0,01 <sup>bAB</sup>	-2,32±0,01 <sup>bAB</sup>	-2,34±0,01 <sup>bAB</sup>	-2,37±0,05 <sup>bA</sup>	-2,28±0,01 <sup>bB</sup>
$+b^*$	S	5,11±0,04 <sup>aA</sup>	5,16±0,01 <sup>aA</sup>	5,57±0,33 <sup>bAB</sup>	5,85±0,01 <sup>aB</sup>	5,44±0,02 <sup>aAB</sup>	5,45±0,01 <sup>aAB</sup>	5,20±0,01 <sup>aA</sup>
	L	5,23±0,40 <sup>aAB</sup>	5,37±0,57 <sup>aABC</sup>	5,19±0,00 <sup>aA</sup>	5,55±0,00 <sup>aABC</sup>	5,40±0,01 <sup>aABC</sup>	5,71±0,28 <sup>aBC</sup>	5,88±0,28 <sup>bC</sup>
$C^*$	S	5,74±0,03 <sup>aA</sup>	5,79±0,01 <sup>aA</sup>	5,96±0,01 <sup>aA</sup>	6,42±0,03 <sup>bB</sup>	6,43±0,06 <sup>bB</sup>	6,07±0,06 <sup>aAB</sup>	5,86±0,01 <sup>aA</sup>
	L	5,87±0,14 <sup>aA</sup>	5,86±0,31 <sup>aA</sup>	5,68±0,01 <sup>aA</sup>	6,02±0,01 <sup>aA</sup>	5,89±0,01 <sup>aA</sup>	6,01±0,39 <sup>aA</sup>	6,45±0,01 <sup>bB</sup>
$H_0^*$	S	116,88±0,07 <sup>bBC</sup>	116,84±0,09 <sup>bBC</sup>	115,57±0,03 <sup>bAB</sup>	113,96±0,10 <sup>bA</sup>	113,98±2,20 <sup>aA</sup>	117,62±0,43 <sup>bC</sup>	117,43±0,02 <sup>bBC</sup>
	L	114,95±0,94 <sup>aC</sup>	114,99±0,12 <sup>aC</sup>	114,18±0,04 <sup>aBC</sup>	112,67±0,03 <sup>aBC</sup>	113,450,05 <sup>aBC</sup>	112,26±1,39 <sup>aAB</sup>	110,56±0,50 <sup>aAB</sup>

S – Spray-dryer, L – Liofilização.

As médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas nas colunas e maiúsculas nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey, a 0,05 de probabilidade.

Acidez titulável (AT): MG = 1,69; CV = 8,51%; DMS para colunas = 0,24; DMS para linhas = 0,37; pH: MG= 3,55; CV= 1,91%; DMS para colunas = 0,11; DMS para linhas = 0,17; Vitamina C: MG= 76,03; CV= 8,38%; DMS para colunas = 10,65; DMS para linhas = 16,50.  $L^*$ : MG= 67,65; CV= 0,32%; DMS para colunas = 0,36; DMS para linhas = 0,56;  $a^*$  MG= -2,48; CV= -1,13%; DMS para colunas = 0,05; DMS para linhas = 0,07;  $b^*$ : MG= 5,44; CV= 3,70%; DMS para colunas = 0,34; DMS para linhas = 0,52;  $C^*$ : MG= 6,00; CV= 2,34%; DMS para colunas = 0,23; DMS para linhas = 0,36;  $H_0^*$ : MG= 114,66; CV= 0,66%; DMS para colunas = 1,27; DMS para linhas = 1,97.

MG - Média geral; CV - Coeficiente de variação; DMS - Desvio mínimo significativo.

Fonte: Elaborada pelo próprio autor

Os comportamentos dos parâmetros de acidez e pH observados nas polpas de graviola em pó obtidos por spray-dryer e liofilização indicam que os ácidos orgânicos presentes sofrem pouco ou nenhum processo de oxidação durante o armazenamento nas condições do presente estudo. Comportamento semelhante são relatados em estudo sobre a estabilidade de diversas polpas de frutas e outros vegetais em pó, envasadas em embalagens a base de diferentes matérias, sob temperatura ambiente (GALDINO, *et al.*, 2003; PEREIRA; QUEIROZ; FIGUEIREDO, 2006; LISBÔA *et al.*, 2012; JULIANO *et al.*, 2014; OLIVEIRA *et al.*, 2015).

Para o parâmetro de vitamina C, verificou-se que não há diferença significativa ao longo do tempo para ambas as polpas de graviola em pó e que apesar da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilização apresentar teor de vitamina C inferior e diferente significativamente em relação aos outros tempos, a manutenção deste parâmetro ao longo de 150 dias sugere sua estabilidade.

A estabilidade da vitamina C na polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer e em secagem por liofilização é interessante sob o aspecto nutricional do produto. No entanto, este comportamento não é comum durante armazenamento de outras polpas de frutas em pó obtidas por diferentes métodos de secagem, como verificado no presente estudo.

Em estudos como os de Menezes *et al.* (2009), Moraga *et al.* (2012), Lee, Wu e Siow (2013), Alexandre *et al.* (2014) e Oliveira *et al.* (2015), trabalhando com diferentes polpas de frutas em pó obtidas por diferentes métodos de secagem, dentre eles spray-dryer e liofilização, envasadas em diferentes tipos de embalagens e armazenadas sob condições ambientais, observou-se uma diminuição do teor de vitamina C ao longo do armazenamento, geralmente iniciada após os 30 primeiros dias de estocagem.

Para Moreira *et al.* (2011), os teores de vitamina C são, após o processo de desidratação, dependentes do método empregado, do tempo de estocagem e da embalagem utilizada; tais fatores podem contribuir para a redução do teor de vitamina C, por meio de reações de oxidação e químicas.

Ao final dos 180 dias de armazenamento, as polpas de graviola em pó obtidas por secagem em spray-dryer e liofilização apresentaram ainda acidez titulável de 1,65 e 1,41% em ácido cítrico, pH de 3,67 e 3,59 e teor de vitamina C de 75,39 e 54,83 mg/100 g de pó, respectivamente.

Ambos os pós, de um modo geral, apresentaram parâmetros de cor de

luminosidade ( $L^*$ ), intensidade de verde ( $-a^*$ ) e intensidade de amarelo ( $+b^*$ ) considerados estáveis, uma vez que a tendência de seus comportamentos gera pequenas variações somente no final do armazenamento.

A diminuição do parâmetro de luminosidade ( $L^*$ ) ao longo do armazenamento é um indicador da ocorrência de escurecimento que pode ser ocasionado tanto por reações oxidativas quanto pelo aumento da concentração de pigmentos (KADER, 2010). O fato da luminosidade não ter sofrido grandes alterações durante o armazenamento pode ser visto como um aspecto positivo das condições de armazenamento utilizadas neste estudo, indicando que não houve escurecimento dos pós.

O pó obtido por secagem em spray-dryer apresentou tendência de aumento do parâmetro  $C^*$  (parâmetro relacionado à pureza da cor) até os 120 dias, seguido de tendência à diminuição, enquanto que o parâmetro  $H_0^*$  (parâmetro relacionado à tonalidade da cor) apresentou variação significativa entre os tempos contrária ao parâmetro  $C^*$ . O pó obtido por liofilização apresentou tendência ao aumento do parâmetro  $C^*$  e diminuição do parâmetro  $H_0^*$  ao longo do armazenamento.

Em estudos como os de Caparino *et al.* (2012), Lisbôa *et al.* (2012), Juliano *et al.* (2014) e Oliveira *et al.* (2015); trabalhando com diferentes polpas de frutas em pó obtidas por diferentes métodos de secagem, dentre eles spray-dryer e liofilização, envasadas em diferentes tipos de embalagens com barreira a luz e armazenadas sob condições ambientais, observou-se que os parâmetros de cor, principalmente luminosidade ( $L^*$ ), mantém-se estáveis ao longo do armazenamento.

Fellows (2006) relata que as taxas de escurecimento em produtos de frutas desidratados durante o armazenamento dependem da atividade de água do produto e da temperatura do ambiente de estocagem e aumenta consideravelmente quando o teor de água do alimento for maior que 4 a 5% e a temperatura de estocagem for superior a 38°C.

Na Tabela 15 são apresentados os resultados médios para os parâmetros de umidade, atividade de água, higroscopicidade, grau de *caking*, solubilidade e tempo de reidratação das polpas de graviola em pó obtidas por spray-dryer e liofilização e armazenadas em embalagens laminadas por 180 dias sob condições ambientais.

Tabela 15 - Valores médios, equações e coeficientes de regressão para os parâmetros de umidade, atividade de água, higroscopicidade, grau de *caking*, solubilidade e tempo de reidratação da polpa de graviola em pó obtida por spray-dryer (17% m/m de maltodextrina e 169 °C como temperatura de secagem) e liofilização (24% m/m de maltodextrina e 24 h de secagem) armazenadas em embalagens laminadas por 180 dias sob condições ambientais

Parâmetro analisado		Tempo de armazenamento (dias)						
		0	30	60	90	120	150	180
Umidade (% m/m)	S	1,33±0,20 <sup>aAB</sup>	1,91±0,17 <sup>aBC</sup>	1,08±0,07 <sup>aA</sup>	1,24±0,13 <sup>Aab</sup>	1,39±0,11 <sup>aAB</sup>	1,49±0,31 <sup>aAB</sup>	2,53±0,08 <sup>aC</sup>
	L	2,96±0,13 <sup>bA</sup>	3,37±0,38 <sup>bAB</sup>	3,51±0,65 <sup>bAB</sup>	3,7±0,27 <sup>Bab</sup>	3,33±0,44 <sup>bAB</sup>	3,63±0,26 <sup>bAB</sup>	3,90±0,28 <sup>bB</sup>
<i>a<sub>w</sub></i>	S	0,17±0,00 <sup>aA</sup>	0,25±0,01 <sup>aB</sup>	0,28±0,00 <sup>aB</sup>	0,26±0,03 <sup>aB</sup>	0,22±0,01 <sup>aAB</sup>	0,24±0,03 <sup>aAB</sup>	0,24±0,04 <sup>aAB</sup>
	L	0,27±0,08 <sup>bA</sup>	0,31±0,06 <sup>bA</sup>	0,33±0,01 <sup>aA</sup>	0,31±0,00 <sup>aA</sup>	0,29±0,01 <sup>bA</sup>	0,3±0,013 <sup>bA</sup>	0,44±0,01 <sup>bB</sup>
Higroscopicidade (% m/m)	S	10,38±1,06 <sup>bA</sup>	9,63±0,55 <sup>aAB</sup>	10,54±0,67 <sup>bB</sup>	9,47±0,66 <sup>bAB</sup>	8,45±2,03 <sup>aAB</sup>	7,44±2,08 <sup>aA</sup>	7,77±0,33 <sup>aAB</sup>
	L	7,55±0,66 <sup>aA</sup>	7,89±1,19 <sup>aA</sup>	7,7±0,25 <sup>aA</sup>	7,5±0,12 <sup>aA</sup>	7,5±1,37 <sup>aA</sup>	7,3±1,16 <sup>aA</sup>	8,71±0,29 <sup>aA</sup>
<i>Caking</i> (% m/m)	S	74,91±1,99 <sup>bA</sup>	84,45±3,09 <sup>bA</sup>	75,23±0,66 <sup>bA</sup>	77,23±6,43 <sup>bA</sup>	82,22±7,81 <sup>bA</sup>	77,88±4,84 <sup>bA</sup>	80,91±8,92 <sup>bA</sup>
	L	13,7±1,29 <sup>aA</sup>	18,48±4,01 <sup>aAB</sup>	20,14±2,86 <sup>aABC</sup>	36,7±4,12 <sup>aBC</sup>	36,75±10,01 <sup>aBC</sup>	37,09±3,22 <sup>aC</sup>	29,45±1,44 <sup>aABC</sup>
Solubilidade (% m/m)	S	85,20±4,93 <sup>aB</sup>	85,61±2,74 <sup>aB</sup>	78,47±1,00 <sup>aB</sup>	72,23±7,08 <sup>aAB</sup>	75,77±7,38 <sup>aAB</sup>	60,23±6,03 <sup>aA</sup>	72,62±8,16 <sup>aAB</sup>
	L	92,03±1,04 <sup>aBC</sup>	94,13±4,41 <sup>aC</sup>	89,73±9,23 <sup>aABC</sup>	72,24±1,31 <sup>aA</sup>	75,74±7,40 <sup>aAB</sup>	80,49±5,75 <sup>bABC</sup>	73,22±10,76 <sup>aA</sup>
Reidratação (s)	S	3,83±4,93 <sup>aA</sup>	3,50±0,00 <sup>bA</sup>	3,50±0,00 <sup>bA</sup>	3,67±0,29 <sup>bA</sup>	4,17±0,29 <sup>bA</sup>	3,50±0,50 <sup>bA</sup>	3,67±0,29 <sup>aA</sup>
	L	3,83±0,29 <sup>aC</sup>	1,67±0,29 <sup>aA</sup>	1,83±0,29 <sup>aAB</sup>	2,00±0,00 <sup>aAB</sup>	2,33±0,29 <sup>aAB</sup>	2,50±0,50 <sup>aA</sup>	3,33±0,29 <sup>aAB</sup>

S – Spray-dryer; L - Liofilização

As médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas nas colunas e maiúsculas nas linhas, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey, a 0,05 de probabilidade.

Umidade: MG= 2,53; CV= 11,57%; DMS para colunas = 0,49; DMS para linhas = 0,76; Atividade de água: MG= 0,28; CV= 10,87%; DMS para colunas = 0,05; DMS para linhas = 0,08; Higroscopicidade: MG= 8,42; CV= 12,74%; DMS para colunas = 1,79; DMS para linhas = 2,78; Grau de *Caking*: MG= 53,22; CV= 13,44%; DMS para colunas = 11,96; DMS para linhas = 18,53; Tempo de Reidratação: MG= 3,09; CV= 9,65%; DMS para colunas = 0,50; DMS para linhas = 0,77; Solubilidade: MG = 79,12; CV = 8,71%; DMS para colunas = 11,52; DMS para linhas = 17,85.

MG - Média geral; CV - Coeficiente de variação; DMS - Desvio mínimo significativo.

Fonte: Elaborada pelo próprio autor

As polpas de graviola em pó obtidas por secagens em spray-dryer e liofilização (tempo zero) apresentaram teor de umidade de 1,33 e 2,96% e atividade de água de 0,17 e 0,27, respectivamente, e de acordo com GEA Niro Research Laboratory (2003), a polpa de graviola em pó obtida por spray-dryer pode ser considerada como pó ligeiramente higroscópico (10,38%) e de extrema formação de *caking* (74,91%), enquanto que a polpa de graviola em pó obtida por liofilização foi considerada como não higroscópica (7,55%) e pouca formação de *caking* (13,70%). Ambas podem ainda ser consideradas como pós de alta solubilidade e rápida reidratação.

O teor de umidade e de atividade de água de ambos os pós, acondicionados à embalagem laminada flexível e armazenados sob condições ambientais, apresentaram tendência de aumento durante o armazenamento. Embora não seja observada diferença significativa entre todas as médias, verificou-se um aumento de 90% no teor de umidade na polpa em pó obtida por spray-dryer e de 31% para a obtida por liofilização, provavelmente consequência da umidade do ar residual contido na embalagem.

Observa-se que a embalagem laminada não impediu a absorção de água pela polpa de graviola em pó. Comportamento semelhante são relatados por Ee *et al.* (2014), durante o armazenamento de casca de pitaiá em pó obtida por spray-dryer em embalagens de polietileno de baixa densidade (PEBD) durante 180 dias e por Juliano *et al.* (2014), durante o armazenamento de polpa de camu-camu em pó obtida por liofilização em embalagens de nylon, polietileno e polietileno com camada laminada durante 150 dias, ambos sob condições ambientais.

Assim como a umidade, o aumento da atividade de água para ambos os pós foi gradativo, principalmente no pó obtido por liofilização com aumento de 63%. Apesar disso, nenhum dos pós chegou ao final do armazenamento com valores superiores a 0,5, mostrando que, de acordo com Ee *et al.* (2014) e Oliveira *et al.* (2015), as polpas de graviola em pó obtidas por ambos os métodos são seguras e estáveis sob tais condições de armazenamento.

O pó obtido por secagem em spray-dryer, classificado como ligeiramente higroscópico, ou seja, com ligeira capacidade de absorção de umidade, ganhou umidade gradativamente durante o armazenamento e, como consequência, apresentou tendência à diminuição de sua higroscopicidade. Já o pó obtido por liofilização, classificado como não higroscópico, ou seja, com baixa capacidade de absorção de umidade, apresentou-se estável com relação à higroscopicidade.

As polpas de graviola em pó obtidas por secagens em spray-dryer e liofilização

apresentaram, durante todo o armazenamento, valores de higroscopicidade inferiores ao relatado por Ee *et al.* (2014) para a casca de pitaiá em pó formulada com 15% de maltodextrina 10DE, desidratada em spray-dryer, envasada em embalagem laminada de PEBD e armazenada à temperatura ambiente por 180 dias.

Para o parâmetro de grau de *caking*, podemos observar que apesar da variação dos valores nesses parâmetros nas polpas de graviola em pó obtidas por secagem em spray-dryer e por secagem em liofilizador, ambas podem ser consideradas estáveis. No entanto, a variação ocorrida na polpa de graviola em pó obtida por liofilização ao final do armazenamento faz com que a mesma sofra mudanças na classificação proposta por GEA Niro Research Laboratory (2003), que diz que materiais com grau de *caking* superior a 25% (m/m) devem ser considerados como de extrema formação de *caking*. O aumento desse parâmetro, ainda que não significativo em todos os tempos de armazenamento, pode ser atribuído ao ganho de umidade sofrido pela amostra.

O mesmo comportamento, porém de forma inversa, pôde ser observado para o parâmetro de solubilidade de ambas as amostras. Goula e Adamopoulos (2005) atribuem a diminuição da solubilidade ao ganho de umidade do material e este comportamento também é relatado por Liu *et al.* (2010) em estudo com polpa de tomate desidratada em spray-dryer a 160 °C e armazenada a 25°C em embalagem metalizada.

A diminuição não significativa da solubilidade das polpas de graviola em pó obtidas por secagem em spray-dryer e secagem em liofilizador não afetaram de forma drástica o tempo de reidratação das amostras ao longo do armazenamento.

Ao final dos 180 dias de armazenamento, as polpas de graviola em pó obtidas por secagens em spray-dryer e liofilização apresentaram teor de umidade de 2,53 e 3,90%, atividade de água de 0,24 e 0,44, higroscopicidade de 7,77 e 8,71% e grau de *caking* de 80,91 e 29,45%, respectivamente. Ambas podem ainda ser consideradas como pós de alta solubilidade (>70%) e rápida reidratação.

A polpa de graviola em pó obtida em spray-dryer apresentou formato esférico, de diversos tamanhos, superfície lisa e uniforme (Figura 8), características desejáveis para a estabilidade do material (OSORIO *et al.*, 2010), enquanto que a polpa de graviola em pó obtida por liofilização apresentou estruturas sem qualquer simetria, desordenadas, sem repetição de formas (Figura 9), características típicas de estruturas amorfas comuns em produtos liofilizados (ALVES *et al.*, 2008).

Figura 8 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes (Barra = 50  $\mu\text{m}$ ), durante o armazenamento da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer à temperatura de 169 °C e 17% (m/m) de maltodextrina como adjuvante de secagem

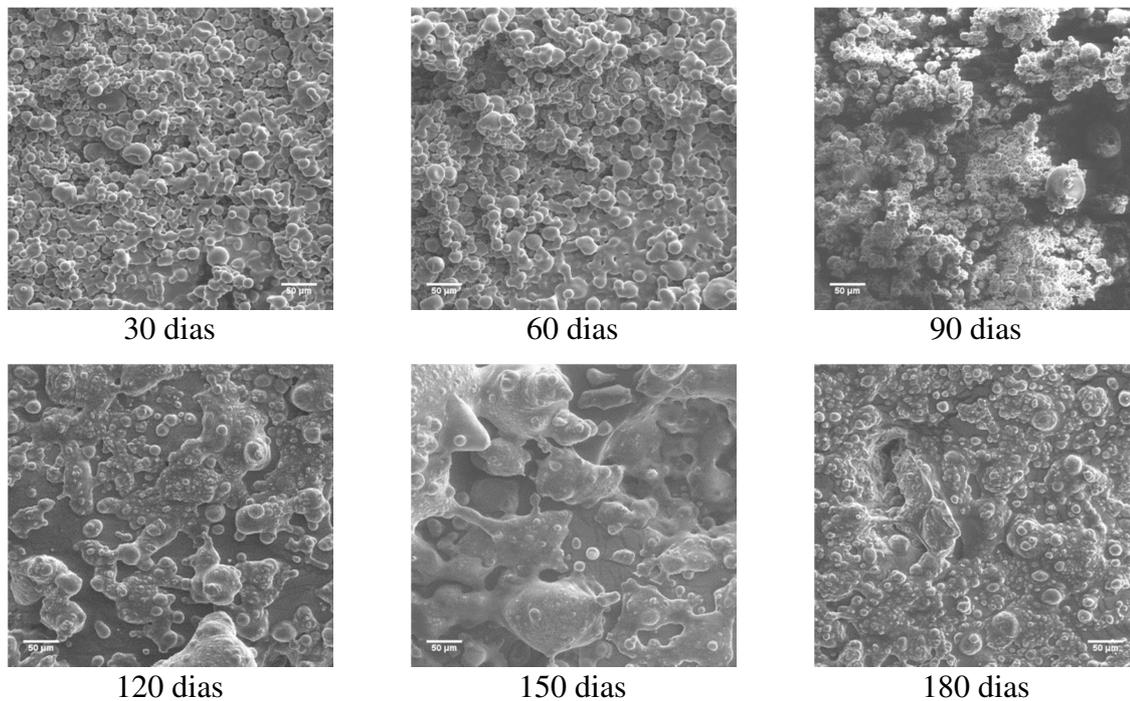
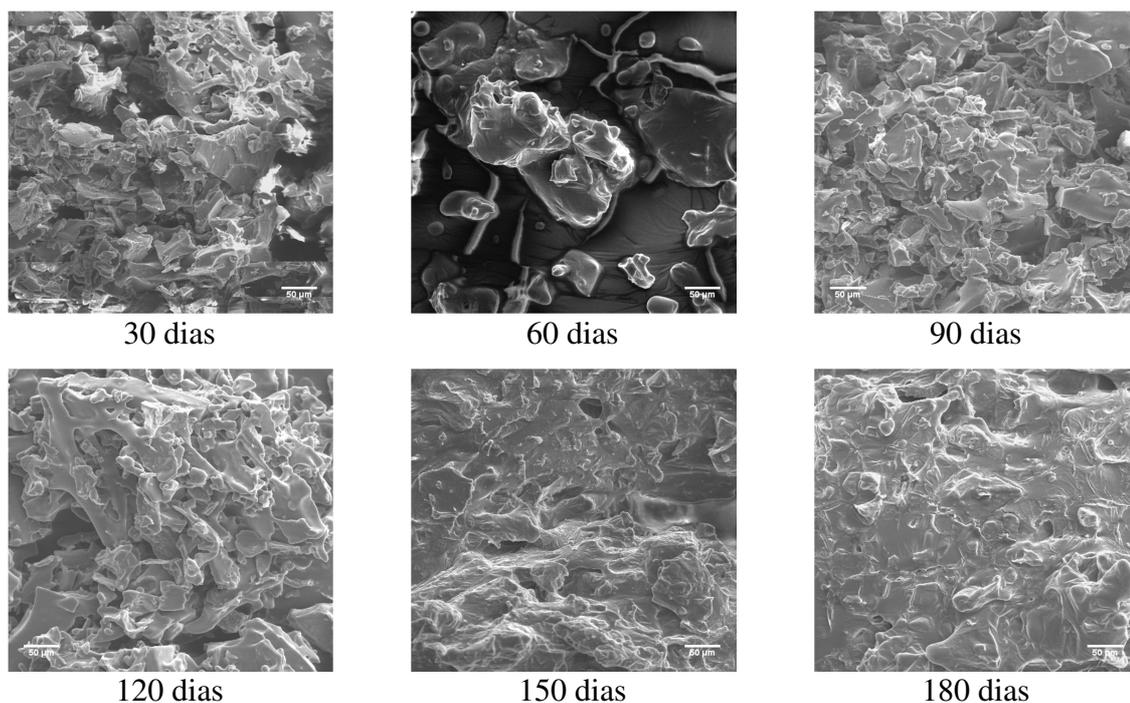


Figura 9 – Imagens microscópicas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com aumento de 200 vezes (Barra = 50  $\mu\text{m}$ ), durante o armazenamento da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador com adição de 24% de maltodextrina e 24 horas de secagem



As consequências do ganho de umidade das amostras ao longo do armazenamento sobre o parâmetro de grau de *caking*, ainda que o mesmo não apresente diferenças significativas, é observada nas Figuras 8 e 9. Por intermédio das imagens foi possível observar, para ambos os pós, a adesão de partículas menores na superfície das partículas maiores formando aglomerados. De acordo com Cano-Chauca *et al.* (2005), a forte aderência das partículas menores em torno das maiores demonstra a ausência de superfícies cristalinas e é característica de produtos amorfos.

## Conclusões

As polpas de graviola em pó obtidas por secagem em spray-dryer e por secagem em liofilizador, armazenadas em embalagem laminada por 180 dias apresentaram tendência ao ganho de umidade e ao aumento no teor de atividade de água.

O uso de embalagens laminadas foi eficaz na manutenção da qualidade das polpas de graviola em pó obtidas por secagem em spray-dryer e por liofilização por um período de 180 dias sob condições ambientais.

## REFERÊNCIAS

ALEXANDRE, H. V.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; OLIVEIRA, E. N. A. Armazenamento de pitanga em pó. **Comunicata Scientiae**, v. 5, n. 1, p. 83-91, 2014.

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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 4, p. 830-839, 2008.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of the AOAC**. v. 2, 1997.

CANO-CHAUCA, M.; STRIGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420-428, 2005.

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.

EE, S. C.; JAMILAH, B.; MUHAMMAD, K.; HASHIM, D. M.; ADZAHAN, N. Physico-chemical properties of spray-dried red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel powder during storage. **International Food Research Journal**, v. 21, n. 1, p. 155-160, 2014.

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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, p. 382-386, 2007.

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

FERREIRA, D. F. SISVAR – Sistema de análises de variância para dados balanceados: programa de análises estatísticas e planejamento de experimentos. Versão 4.3. Lavras: UFLA, 2000.

GALDINO, P. O.; QUEIROZ, A. J. DE M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. DE; SILVA, G. N. R. Avaliação da estabilidade da polpa de umbu em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 5, p. 73-80, 2003.

GEA Niro Research Laboratory. **Analytical methods dry milk products**. GEA Niro analytical methods 14a e 15a. 2003. 103 p.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, p. 342-351, 2010.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. **Journal of Food Engineering**, v. 66, p. 35-42, 2005.

IAL - Instituto Adolfo Lutz. **Normas analítica do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 4.ed./1.ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2004. 1020p.

JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. **Journal of Food Engineering**, v. 63, p. 125-134, 2004.

JULIANO, F. F.; SILVA, P. P. M. da; CASEMIRO, R. C.; COSTA, M. H.; SPOTO, M. H. F. Polpa de camu-camu liofilizada e armazenada em diferentes embalagens. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 8, n. 2, p. 1374-1384, 2014.

KADER, A. A. Future of modified atmosphere research. **Acta Horticulturae**, v. 857, p. 212-217, 2010.

LEE, K. H.; WU, T. Y.; SIOW, L. F. Spray drying of red (*Hylocereus polyrhizus*) and white (*Hylocereus undatus*) dragon fruit juices: Physicochemical and antioxidant properties of the powder. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 48, p. 2391-2399, 2013.

LISBÔA, C. G. C.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. DE; QUEIROZ, A. J. DE M. Armazenamento de figo-da-índia em pó. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 16, p. 216-221, 2012.

MENEZES, A. R. V.; SILVA, A. J.; CRUZ, H. L. L.; ARAUJO, D. R.; SAMPAIO, D. D. Estudo comparativo do pó da acerola verde (*Malpighia emarginata* d.c) obtido em estufa por circulação de ar e por liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 11, n. 1, p. 169-174, 2009.

MORAGA, G.; IGUAL, M.; GARCÍA-MARTÍNEZ, E.; MOSQUERA, L. H.; MARTÍNEZ-NAVARRETE, N. Effect of relative humidity and storage time on the bioactive compounds and functional properties of grapefruit powder. **Journal of Food Engineering**, v. 112, p. 191-199, 2012.

MOREIRA, J. S. A.; SOUZA, M. L.; ARAÚJO NETO, S. E.; SILVA, R. F. Estudo da estabilidade microbiológica e físico-química de polpa de cupuaçu desidratada em estufa. **Revista Caatinga**, v. 24, p. 26-32, 2011.

OLIVEIRA, A. S.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; BRITO, J. G. Estabilidade da polpa do *Cereus jamacaru* em pó durante o armazenamento. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 19, n. 2, p. 147–153, 2015.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R.. Secagem por aspensão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 20, n. 4, p. 641-650, ago-set, 2010.

OSORIO, C.; ACEVEDO, B.; HILLEBRAND, S.; CARRIAZO, J.; WINTERHALTER, P.; MORALES, A. L. Microencapsulation by spray drying of anthocyanin pigments from corozo (*Bactris guineensis*) fruit. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, p. 6977–6985, 2010.

PEREIRA, I. E.; QUEIROZ, A. J. DE M.; FIGUEIREDO, R. M. F. DE. Características físico-químicas do tomate em pó durante o armazenamento. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 6, p. 83-90, 2006.

SAGAR, V. R.; SURESH KUMAR, P. Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review. **Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 1, p. 15-26, 2010.

## 6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os efeitos do aumento da temperatura do ar de entrada na secagem em spray-dryer; do aumento do tempo de secagem na secagem em liofilizador e o aumento da concentração de maltodextrina sobre a umidade da polpa de graviola em pó são lineares e negativos, ou seja, um aumento em qualquer um desses fatores acarreta numa menor umidade do pó.

O rendimento do processo de secagem em spray-dryer associado ao uso de maltodextrina como adjuvante de secagem foi considerado baixo e resultou em um pó ligeiramente higroscópico e de muita formação de *caking*, enquanto que o processo de secagem em liofilizador associado ao uso de maltodextrina como adjuvante de secagem apresentou elevado rendimento e pó não higroscópico e de pouca formação de *caking*.

A polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray-dryer apresentou formato esférico, de diversos tamanhos com superfície lisa e uniforme, enquanto que a obtida por liofilização apresentou estruturas sem qualquer simetria, desordenadas, sem repetição de formas.

Os pós-obtidos em ambos os processos apresentaram comportamento higroscópico representados por isotermas classificadas como do tipo III (no formato de J) e, para maior estabilidade do material, recomenda-se o armazenamento em ambientes com umidade relativa menor que 60%.

O uso de embalagens laminadas foi eficaz na manutenção da qualidade das polpas de graviola em pó obtidas por secagem em spray-dryer e por liofilização por um período de 180 dias sob condições ambientais.

## REFERÊNCIAS

- ABADIO, F. D. B.; DOMINGUES, A. M.; BORGES, S. V. Physical properties of powdered pineapple (*Ananás comosus*) juice-effect of maltodextrin concentration and atomization speed. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 3, p. 285–287, 2004.
- AGUILERA, J. M.; DEL VALLE, J. M.; KAREL, M. Caking phenomena in amorphous food powders. **Trends in Food Science and Technology**, v. 6, p. 149-154. 1995).
- ALCÂNTARA, S. R.; ALMEIDA, F DE A. C.; SILVA, F. L. H. DA; GOMES, J. P. Isotermas de adsorção do pedúnculo seco do caju. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 13, n. 1, p. 81–87, 2009.
- ALEXANDRE, H. V.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Moisture adsorption isotherms of red brazilian cherry powder. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 7, p. 11-20, 2007.
- ALEXANDRE, H. V.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; OLIVEIRA, E. N. A. Armazenamento de pitanga em pó. **Comunicata Scientae**, v. 5, n. 1, p. 83-91, 2014.
- AL-MUHTASEB, A. H.; MCMINN, W. A. M.; MAGEE, T. R. A. Moisture sorption isotherm characteristics of food products: a review, **Food and Bioproducts Processing**, v. 80, n. 2, p. 118-128, 2002.
- ALMEIDA, M. M. B.; SOUSA, P. H. M.; FONSECA, M. L.; MAGALHÃES, C. E. C.; LOPES, M. F. G.; LEMOS, T. L. G. Avaliação de macro e microminerais em frutas tropicais cultivadas no nordeste brasileiro. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 3, p. 581-586, 2009.
- 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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 4, p. 830-839, 2008.
- ALVES, F. M. S.; MACHADO, V. A.; QUEIROGA, K. H. Alimentos produzidos a partir de farinha de caju obtida por secagem **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 6, n. 3, p. 131-138, 2011.
- AMÂNCIO, L. M.; SILVA, W. L. C. P.; SANTOS, V. M. Liofilização: perspectivas para um novo mercado na região do Vale do São Francisco. **Revista Semiárido De Visu**, v. 2, n. 3, p. 326-337, 2014.
- ANDRADE, R.D.; LEMUS, R.; PÉREZ, C. E. Models of sorption isotherms for food: uses and limitations. **Vitae, revista de la facultad de química farmacêutica**, v. 18, n. 3, p. 325-334, 2011.

ANSELMO, G. C. S.; MATA, M. E. R. M. C.; ARRUDA, P.C. Determinação da higroscopicidade do cajá em pó por meio da secagem por atomização. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 6, n. 2, p. 58-65, 2006.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of the AOAC**. v. 2, 1997.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the AOAC**. Washington, v.2, 1997.

AZEREDO, H. M. C.; BRITO, E. S. Alterações físicas em alimentos durante a estocagem. In: AZEREDO, H. M. C. (Ed.). **Fundamentos de estabilidade de alimentos**. 2 ed. rev. ampl. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012. p. 80 – 82.

BAKAR, J.; EE, S. C.; MUHAMMAD, K.; HASHIM, D. M.; ADZAHAN, N. Spray-drying optimization for red pitaya peel (*Hylocereus polyrhizus*). **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 5, p. 1332-1342, 2013.

BARBOSA, L. S.; MACEDO, J. L.; SANTOS, C. M.; MACHADO, A. V. Estudo da secagem de frutos tropicais do Nordeste. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 9, n. 1, p. 186-190, 2014.

BASU, S.; SHIVHARE, U. S.; MUJUMDAR, A. S. Models for sorption isotherms for foods: A review. **Dry Technology**, v. 24, p. 917-930, 2006.

BLAHOVEC, J. Sorption isotherms in materials of biological origin mathematical and physical approach. **Journal of Food Engineering**, v. 65, p. 489-495, 2004.

BLAHOVEC, J.; YANNIOTIS, S. Modified classification of sorption isotherms. **Journal of Food Engineering**, v. 91, p. 72-77, 2009.

BRASIL. Instrução Normativa nº 1, de 07 de janeiro de 2000. Dispõe sobre o regulamento técnico geral para fixação dos padrões de identidade e qualidade para polpa de fruta. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, 2000.

BRUNAUER, S.; DEMING, L. S.; TELLER, E. On a theory of Van der Waals adsorption of gases. **Journal of the American Chemical Society**, v.62, p.1723-1732, 1940.

CANO-CHAUCA, M.; STRIGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420–428, 2005.

CANUTO, H. M. P.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior of freeze-dried papaya pulp powder with maltodextrin. **Acta Scientiarum Technology**, v.36, n.1, 179-185, 2014.

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. A.; RESENDE, J. V.; CAL-VIDAL, J. Redução da higroscopicidade de pós liofilizados pela indução da cristalização em soluções-modelo de açúcares constituintes de Frutas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, n. 2, p. 163-173, 2005.

CARVALHO, R. F.; CAL-VIDAL, J. Higroscopicidade do pó de goiaba liofilizada. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 20, n. 4, p.455-460, 1985.

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. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 35, p. 1196- 1203, 2011.

CEBALLOS, A. M.; GIRALDO, G. I.; ORREGO, C. E. Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 111, p. 360-365, 2012.

COMUNIAN, T. A.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; THOMAZINI, M.; BALIEIRO, J. C. C.; PICCONE, P.; PITTIA, P.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried chlorophyllide, a natural food colourant, using gum Arabic, maltodextrin and soy protein isolate-based carrier systems. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 46, p. 1259-1265, 2011.

CORRÊA, P. C.; JÚNIOR, P. C. A.; RIBEIRO, D. M.; SILVA, F. S. Equilíbrio higroscópico de milho, alpiste e painço: obtenção e modelagem. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. v. 10, n. 1, p. 162-167, 2006.

COSTA, J. P.; ROCHA, É. M. F. F.; COSTA, J. M. C. Study of the physicochemical characteristics of soursop powder obtained by spray-drying. **Food Science and Technology**, v. 34, n. 4, p. 663-666, 2014.

DAMONDARA, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química dos alimentos de Fennema**. 4.ed. Porto Alegre: Artmed, 2010. 900p.

EE, S. C.; JAMILAH, B.; MUHAMMAD, K.; HASHIM, D. M.; ADZAHAN, N. Physico-chemical properties of spray-dried red pitaya (*Hylocereus polyrhizus*) peel powder during storage. **International Food Research Journal**, v. 21, n. 1, p. 155-160, 2014.

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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, p. 382-386, 2007.

FABRA, M. J.; MÁRQUEZ, E.; CASTRO, D.; CHIRALT, A. Effect of maltodextrins in the water-content–water activity–glass transition relationships of noni (*Morinda citrifolia* L.) pulp powder. **Journal of food Engineering**, v. 103, p. 47–51, 2011.

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

FERRARI, C. C.; GERMER, S. P. M.; ALVIM, I. D.; VISSOTTO, F. Z.; AGUIRRE, J. M. Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, p. 1237-1245, 2012.

FERRARI, C. C.; RIBEIRO, C. P.; AGUIRRE, J. M. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n. 2, p. 157-165, 2012.

FERREIRA, D. F. SISVAR – Sistema de análises de variância para dados balanceados: programa de análises estatísticas e planejamento de experimentos. Versão 4.3. Lavras: UFLA, 2000.

GABAS, A. L.; TELIS, V. R. N.; SOBRAL, P. J. A.; TELIS-ROMERO, J. Effect of maltodextrin and Arabic gum in water vapor sorption thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. **Journal of Food Engineering**, v. 82, p. 246-252, 2007.

GALDINO, P. O.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; SILVA, R. N. G. Avaliação da estabilidade da polpa de umbu em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 5, n. 1, p. 73-80, 2003.

GEA NIRO RESEARCH LABORATORY. **Analytical methods dry milk products**: GEA Niro analytical methods n° 14a and 15a. Soeborg, 2003. 103 p.

GOGUS, F.; MASKAN, M.; KAYA, A. Sorption isotherms of turkish delight. **Journal of Food Protection**, v. 22, p. 345-357, 1998.

GOMES, P. M. A.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Armazenamento da polpa de acerola em pó a temperatura ambiente. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 24, n. 3, p. 384-389, 2004.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, p. 342-351, 2010.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. Powder properties. **Drying Technology**, v. 26, p. 726-737, 2008.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. **Journal of Food Engineering**, v. 66, p. 35-42, 2005.

GOULA, A. M.; KARAPANTSIOS, T. D.; ACHILIAS, D. S.; ADAMOPOULOS, K. G. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 1, p. 73-83, 2008.

GRANT, W. D. Life at low water activity. **Philosophical Transactions of the Royal Society – B: Biological Science**, v. 359, p. 1249-1267, 2004.

GREENSPAN, L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. **Journal of Research of the National Bureau of Standards – Physics and Chemistry**, v. 81, n. 1, p. 89-96, 1977.

GUEDES, A. F. L. M.; MACHADO, E. C. L.; FONSECA, M. C.; ANDRADE, S. A. C.; STAMFORD, T. L. M. Aproveitamento de soro lácteo na formulação de bebidas com frutas e hortaliças. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v. 65, n. 4, p. 1231-1238, 2013.

HÉRBRARD, A.; OULAHNA, D.; GALET, L.; CUQ, B.; ABECASSIS, J.; FAGES, J. Hydration properties of durum wheat semolina: influence of particle size. **Powder Technology**, v. 130, n. 1-3, p. 211-218, 2003.

IAL - Instituto Adolfo Lutz. **Normas analítica do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 4.ed./1.ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2004. 1020p.

IGNÁRIO, R. M.; LANNES, S. C. S. Preparation of powdered egg yolk using a mini spray dryer. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 4, p. 729-732, 2007.

IGUEDJAL, T.; LOUKA, N.; ALLAF, K. Sorption isotherms of potato slices dried and texturized by controlled sudden decompression. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 2, p. 180-190, 2008.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ - IAL. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 4.ed./1.ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2004. 1020p.

JAYA, S.; DAS, H. Glass transition and sticky point temperatures and stability/ mobility diagram of fruit powders. **Food and Bioprocess Technology**, v. 2, n. 1, p. 89-95, 2009.

JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powders properties. **Journal of Food Engineering**, v. 63, p. 125-134, 2004.

JAYASUNDERA, M.; ADHIKARI, B.; ADHIKARI, R.; ALDRED, P. The effects of proteins and low molecular weight surfactants on spray drying of model sugar-rich foods: Powder production and characterization. **Journal of Food Engineering**, v. 104, n. 2, p. 259-271, 2011.

JULIANO, F. F.; SILVA, P. P. M. da; CASEMIRO, R. C.; COSTA, M. H.; SPOTO, M. H. F. Polpa de camu-camu liofilizada e armazenada em diferentes embalagens. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 8, n. 2, p. 1374-1384, 2014.

KADER, A. A. Future of modified atmosphere research. **Acta Horticulturae**, v. 857, p. 212-217, 2010.

- LABUZA, T. P.; KAAANANE, A.; CHEN, J. Y. Effects of temperature on moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. **Journal of Food Science**, v. 50, p. 385-392, 1985.
- LEE, K. H.; WU, T. Y.; SIOW, L. F. Spray drying of red (*Hylocereus polyrhizus*) and white (*Hylocereus undatus*) dragon fruit juices: Physicochemical and antioxidant properties of the powder. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 48, p. 2391-2399, 2013.
- LEMOS, E. E. P. A produção de anonáceas no Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 36, ed. esp., p. 78-85, 2014.
- LIMA, M. A. C.; ALVES, R. E.; FILGUEIRAS, H. A. C. Comportamento respiratório e amaciamento da graviola (*Annona muricata* L.) após tratamentos pós-colheita com cera e 1-metilciclopropeno. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 34, n. 1, p. 155-162, 2010.
- LISBÔA, C. G.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Armazenamento de figo-da-índia em pó. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 16, n. 2, p. 216-221, 2012.
- LOKSUWAN, J. Characteristics of microencapsulated  $\beta$ -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. **Food Hydrocolloids**, v. 21, p. 928-935, 2007.
- MARQUES, L. G.; SILVEIRA, A. M.; FREIRE, J. T. Freeze-drying characteristics of tropical fruits. **Drying Technology**, v. 24, p. 457-463, 2006.
- MATHLOUTHI, M.; ROGÉ, B. Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. **Food Chemistry**, v. 82, n. 1, p. 61-71, 2003.
- MENEZES, A. R. V.; SILVA, A. J.; CRUZ, H. L. L.; ARAUJO, D. R.; SAMPAIO, D. D. Estudo comparativo do pó da acerola verde (*Malpighia emarginata* d.c) obtido em estufa por circulação de ar e por liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 11, n. 1, p. 169-174, 2009.
- METTA, F. I. K.; AYROSA, A. M. I. B.; PALETTA, F. C. O papel da liofilização na conservação de alimentos pelo controle da umidade. XII Safety, Health and Environment World Congress. São Paulo, Brazil, pg. 162-165, july, 22-25, 2012.
- MIRANDA, V. A. M.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; SANTOS, D. C. Viscosidade aparente de polpas de graviola com diferentes concentrações. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 13, n. Especial, p. 363-374, 2011.
- MONTES, E.; TORRES, R.; ANDRADE, R.; PÉREZ, O.; MARIMON, J.; MEZA, I. Models of desorption isotherms of yam (*Dioscorea rotundata*). **Dyna**, v. 72, n. 157. P. 145-152, 2009.
- MORAES, M. A.; ROSA, G. S.; PINTO, L. A. Moisture sorption isotherms and thermodynamic properties of apple Fuji and garlic. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 43, n. 10, p. 1824-1831, 2008.

- MORAGA, G.; IGUAL, M.; GARCÍA-MARTÍNEZ, E.; MOSQUERA, L. H.; MARTÍNEZ-NAVARRETE, N. Effect of relative humidity and storage time on the bioactive compounds and functional properties of grapefruit powder. **Journal of Food Engineering**, v. 112, p. 191-199, 2012.
- MOREIRA, G. E. G.; COSTA, M. G. M.; SOUZA, A. C. R.; BRITO, E. S.; MEDEIROS, M. DE F. D.; AZEREDO, H. M. C. Physical properties of spray dried acerola pomace extract as affected by temperature and drying aids. **LWT – Food Science and Technology**, Zurich, v. 42, n. 2, p. 641-645, 2009.
- MOREIRA, J. S. A.; SOUZA, M. L.; ARAÚJO NETO, S. E.; SILVA, R. F. Estudo da estabilidade microbiológica e físico-química de polpa de cupuaçu desidratada em estufa. **Revista Caatinga**, v. 24, p. 26-32, 2011.
- 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**, v. 97, p. 72–78, 2010.
- 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. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 17, n. 10, p. 1093-1098, 2013.
- MOURA NETO, L. G.; ROCHA, E. M. de F. F.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Adsorption isotherms of hog plum (*Spondias mombin* L.) pulp powder obtained by spray dryer. **Acta Scientiarum**, v. 37, n. 2, p. 273-277, 2015.
- MUSSOI, C. S. **Determinação de isotermas de sorção d'água a partir da composição química de alimentos**. 2015. 48 p. Monografia (Graduação em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- NIJDAM, J. J.; LANGRISH, T. A. J. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 4, p. 919-925, 2006.
- NIJHUIS, H. H.; TORRINGA, H. M.; MURESAN, S.; YUKSEL, D.; LEGUIJT, C.; KLOEK, W. Approaches to improving the quality of dried fruit and vegetables. **Trends in Food Science and Technology**, v. 9, p. 13-20, 1998.
- NIREESHA, G. R.; DIVYA, L.; SOWMYA, C.; VENKATESHAN, N. NIRANJAN BABU, M.; LAVAKUMAR, V. Liophilization/Freeze drying – an review. **International journal of novel trends in pharmaceutical science**. v. 3, n. 4, p. 87-98, 2013.
- OLIVEIRA, A. R. G.; BORGES, S. V.; FARIA, R. K.; ENDO, E.; GREGÓRIO, S. R. Influência das condições de secagem por atomização sobre as características sensoriais de sucos maracujá (*Passiflora edulis*) e abacaxi (*Ananas comosus*) desidratados. **Revista Ciência Agronômica**, v. 38, n. 3, p. 251-256, 2007.

- OLIVEIRA, A. S.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. de M.; BRITO, J. G. Estabilidade da polpa de *Cereus jamacaru* em pó durante o armazenamento. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 19, n. 2, p. 147-153, 2015.
- OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior and degree of caking of grugru palm (*Acrocomia aculeata*) powder. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 10, p. 2783-2789, 2014.
- OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. da. Hygroscopic behavior of lyophilized powder of grugru palm (*Acrocomia aculeata*). **American Journal of Analytical Chemistry**, v. 4, p. 1-7, 2013.
- OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, D. C.; SANTOS, Y. M. G.; OLIVEIRA, F. A. A. Agroindustrial utilization of soursop (*Annona muricata* L.) for production of liqueurs: Sensory evaluation. **Journal of Biotechnology and Biodiversity**, v. 5, n. 1, p. 33-42, 2014.
- OLIVEIRA, G. S.; COSTA, J. M. C.; AFONSO, M. R. A. Caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 10, p. 1059-1064, 2014.
- 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, 2011.
- OLIVEIRA, W. O.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspensão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, n. 4, p. 641-650, 2010.
- ORSI, D. C.; CARVALHO, V. S.; NISHI, A. C. F.; DAMIANI, C.; ASQUIERI, E. R. Use of sugar apple, atemoya and soursop for technological development of jams - chemical and sensorial composition. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 36, n. 5, p. 560-566, 2012.
- OSORIO, C.; ACEVEDO, B.; HILLEBRAND, S.; CARRIAZO, J.; WINTERHALTER, P.; MORALES, A. L. Microencapsulation by spray drying of anthocyanin pigments from corozo (*Bactris guineensis*) fruit. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, p. 6977-6985, 2010.
- 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.
- PAVAN, M. A.; SCHMIDT, S. J.; FENG, H. Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, refractance window dried and hot-air dried açai (*Euterpe oleracea* Martius) juice. **LWT-Food Science and Technology**, v. 48, p. 75-81, 2012.
- 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, n. 4, p. 993-1000, 2010.

PEREIRA, I. E.; QUEIROZ, A. J. DE M.; FIGUEIREDO, R. M. F. DE. Características físico-químicas do tomate em pó durante o armazenamento. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 6, p. 83-90, 2006.

QUEK, M. C.; CHIN, N. L.; YUSOF, Y. A. Modelling of rheological behaviour of soursop juice concentrates using shear rate temperature concentration superposition. **Journal of Food Engineering**, v. 118, n. 4, p. 380-386, 2013.

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. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 3, p. 626-631, 2006.

ROBERTSON, G. L. Food quality and indices of failure. In: ROBERTSON, G. L. (ed.). **Food packing and shelf life: a practical guide**. 2009.

ROCHA, É. M. F. F.; SOUSA, S. L.; COSTA, J. P.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 6, p. 646–651, 2014.

ROCHA, É. M. F. F.; NETO, L. G. M.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Influence of atomization parameters in the obtention of mango pulp powder. **Journal of Food Science and Engineering**, n. 3, p. 357-362, 2013.

ROUSTAPOUR, O. R.; HOSSEINALIPOUR, M.; GHOBADIAN, B.; MOHAGHEGH, F.; AZAD, N. M. A proposed numerical-experimental method for drying kinetics in a spray dryer. **Journal of Food Engineering**, v. 90, p. 20-26, 2009.

SABLANI, S. S.; KASAPIS, S.; RAHMAN, M. S. Evaluating water activity and glass transition concepts for food stability. **Journal of Food Engineering**, v. 78, p. 266-271, 2007.

SAGAR, V. R.; SURESH KUMAR, P. Recent advances in drying and dehydration of fruits and vegetables: a review. **Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 1, p. 15-26, 2010.

SANTOS, D. C.; MOREIRA, A. S.; OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, Y. M. G. elaboração de bebida tipo néctar de graviola adoçada com mel de *apis mellifera*. **Revista Caatinga**, v. 27, n. 4, p. 216–225, 2014.

SÃO JOSÉ, A. R.; PIRES, M. M.; FREITAS, A. L. G. E.; RIBEIRO, D. P.; PEREZ, L. A. A. Atualidades e perspectivas das anonáceas no mundo. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 86-93, 2014.

SARAMÃO, S. S.; RODRIGUES, L. A.; MARTINS, M. A.; MANHÃES, T. N.; ALVIN, L. A. M. Desempenho de mudas de gravioleira inoculadas com fungos micorrízicos arbusculares

em solo não esterelizado, com diferentes doses de fósforo. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 33, n. 1, p. 81-88, 2011.

SHRESTHA, A. K. *et al.* Glass transition behavior of spraydried orange juice powder measured by differential scanning calorimetry (DSC) and mechanical compression test (TMCT). **International Journal of Food Properties**, v. 10, p. 661-673, 2007.

SILVA, M.A.; SOBRAL, P.J.A.; KIECKBUSCH, T.G. State diagrams of freeze-dried camu-camu (*Myrciaria dubia* (HBK) Mc Vaugh) pulp with and without maltodextrina addition. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 3, p. 426-432, 2006.

SOUZA, D. S.; PIMENTEL, D. R.; MARQUES, L. G.; NARAIN, N. Estudo da cinética de reidratação do pó da polpa do abacate liofilizado. **Revista Scientia Plena**. v. 7, n. 6, p. 1-6, 2011.

STATSOFT. **Statistica for Windows**- Computer programa manual. Versão 7.0 Tulsa: Statsoft Inc. 2007.

TONON, R.V.; BARONI, A. F.; BRABET, C.; GILBERT, O.; PALLET, D.; HUBINGER, M. D. Water sorption and glass transition temperature of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, v. 94, p. 215- 221, 2009.

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**, Essex, v. 88, n. 3, p. 411-418, 2008.

VIEIRA, A. H.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Isotermas de adsorção de umidade da pitanga em pó. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**. v. 7, n. 1, p. 11-20, 2007.

YOUSEFI, S.; EMAM-DJOMEH, Z.; MOUSAVI, S. M. Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum* L.). **Journal of Food Science and Technology**, v. 48, n. 6, p. 677-684, 2011.

WATANABE, H. S.; OLIVEIRA, S. L.; CAMARA, F. M.; ALMEIDA, G. V. B.; ALVES, A. A. Perfil de comercialização das anonáceas nas Ceasas brasileiras. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 36, ed. esp., p. 65-70, 2014.

**APÊNDICE A – EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE T, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (P) PARA OS FATORES DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA EM SPRAY-DRYER.**

Fatores	Efeito Estimado	Erro Puro	t(2)	p -valor
Temperatura de secagem (L)	-0,267*	0,016*	-16,667*	0,004*
Temperatura de secagem (Q)	0,129*	0,019*	6,696*	0,022*
Concentração de Maltodextrina (L)	-0,383*	0,016*	-23,894*	0,002*
Concentração de Maltodextrina (Q)	0,093*	0,019*	4,842*	0,040*
Temperatura de secagem x Concentração de maltodextrina	-0,085	0,023	-3,752	0,064

\*Valores significativos a  $p \leq 0,05$ ; (L): termo linear; (Q): termo quadrático.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Tabela 21– Análise de variância para o parâmetro de umidade da polpa de graviola em pó obtida em spray-dryer.

Fonte de Variação	Soma quadrática	GL	Média quadrática	Valor de F	F <sub>tab</sub>
Regressão	0,47	5	0,095	34,65	5,05
Residual	0,01	5	0,003		
Falta de Ajuste	0,01	3	0,004	8,29	5,05
Erro puro	0,00	2	0,001		
Total	0,49	10			

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

**% da variação explicada (R<sup>2</sup>) de 0,97**

$$\text{Equação do modelo} = 10,33 - 0,096T + 0,0003T^2 - 0,006M + 0,002M^2 - 0,0006TM$$

**APÊNDICE B – EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE *T*, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (*P*) PARA OS FATORES SIGNIFICATIVOS DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA EM SPRAY-DRYER.**

<b>Fatores</b>	<b>Efeito Estimado</b>	<b>Erro Puro</b>	<b>t(2)</b>	<b><i>p</i> -valor</b>
Temperatura de secagem (L)	-0,267*	0,016*	-16,667*	0,004*
Temperatura de secagem (Q)	0,129*	0,019*	6,696*	0,022*
Concentração de Maltodextrina (L)	-0,383*	0,016*	-23,894*	0,002*
Concentração de Maltodextrina (Q)	0,093*	0,019*	4,842*	0,040*

\*Valores significativos a  $p \leq 0,05$ ; (L): termo linear; (Q): termo quadrático.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Tabela 23– Análise de variância ajustada (excluindo os termos não significativos) para o parâmetro de umidade da polpa de graviola em pó obtida em spray-dryer.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>Soma quadrática</b>	<b>GL</b>	<b>Média quadrática</b>	<b>Valor de F</b>	<b>F<sub>tab</sub></b>
Regressão	0,466	4	0,117	33,59	4,53
Residual	0,021	6	0,003		
Falta de Ajuste	0,020	4	0,005	9,74	19,25
Erro puro	0,001	2	0,001		
Total	0,487	10			

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

**% da variação explicada ( $R^2_{adj}$ ) de 0,96**

Equação do modelo ajustado =  $11,95 - 0,106T + 0,0003T^2 - 0,102M + 0,002M^2$

**APÊNDICE C – EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE *T*, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (*P*) PARA OS FATORES DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR LIOFILIZAÇÃO.**

<b>Fatores</b>	<b>Efeito Estimado</b>	<b>Erro Puro</b>	<b>t(2)</b>	<b><i>p</i> –valor</b>
Tempo de liofilização (L)	-0,970*	0,086*	-11,240*	0,008*
Tempo de liofilização (Q)	0,009	0,102	0,084	0,941
Concentração de Maltodextrina (L)	-1,438*	0,087*	-16,563*	0,004*
Concentração de Maltodextrina (Q)	0,206	0,104	1,971	0,187
Tempo de liofilização x Concentração de maltodextrina	-0,100	0,122	-0,818	0,499

\*Valores significativos a  $p \leq 0,05$ ; (L): termo linear; (Q): termo quadrático.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Tabela 25– Análise de variância para o parâmetro de umidade da polpa de graviola em pó obtida por liofilização.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>Soma quadrática</b>	<b>GL</b>	<b>Média quadrática</b>	<b>Valor de F</b>	<b><math>F_{tab}</math></b>
Regressão	6,051	5	1,210	8,010	5,050
Residual	0,755	5	0,151		
Falta de Ajuste	0,726	3	0,242	16,196	5,050
Erro puro	0,030	2	0,015		
Total	6,807	10			

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

**% da variação explicada ( $R^2$ ) de 0,89**

Equação do modelo =  $9,05 - 0,058T + 0,0001T^2 - 0,244M + 0,004M^2 - 0,002TM$

**APÊNDICE D – EFEITO ESTIMADO, ERRO PURO, COEFICIENTE *T*, GRAU DE SIGNIFICÂNCIA ESTATÍSTICA (*P*) PARA OS FATORES SIGNIFICATIVOS DO MODELO CODIFICADO PARA A UMIDADE DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR LIOFILIZAÇÃO.**

<b>Fatores</b>	<b>Efeito Estimado</b>	<b>Erro Puro</b>	<b>t(2)</b>	<b><i>p</i> –valor</b>
Tempo de liofilização (L)	-0,970*	0,086*	-11,240*	0,008*
Concentração de Maltodextrina (L)	-1,438*	0,087*	-16,563*	0,004*

\*Valores significativos a  $p \leq 0,05$ ; (L): termo linear; (Q): termo quadrático.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Tabela 27– Análise de variância ajustada (excluindo os termos não significativos) para o parâmetro de umidade da polpa de graviola em pó obtida por liofilização.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>Soma quadrática</b>	<b>GL</b>	<b>Média quadrática</b>	<b>Valor de F</b>	<b><math>F_{tab}</math></b>
Regressão	5,98	2	2,99	29,06	4,46
Residual	0,82	8	0,10		
Falta de Ajuste	0,79	6	0,13	8,86	19,33
Erro puro	0,03	2	0,01		
Total	6,81	10			

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

**% da variação explicada ( $R^2_{adj}$ ) de 0,88**

Equação do modelo ajustado =  $8,55 - 0,081T - 0,144M$

**APÊNDICE E – VALORES EXPERIMENTAIS DA UMIDADE DE EQUILÍBRIO ( $U_{EQ}$ ) DA POLPA DE GRAVIOLA EM PÓ OBTIDA POR SECAGEM EM SPRAY-DRYER EM FUNÇÃO DA ATIVIDADE DE ÁGUA ( $A_w$ ) NAS TEMPERATURAS DE 25, 30, 35 E 40 °C.**

<b>Temperaturas</b>				
<b>25 °C</b>	<b>30 °C</b>	<b>35 °C</b>	<b>40 °C</b>	<b><math>X_{eq}</math> (b.s.)</b>
<b><math>A_w</math></b>				
0,33	0,33	0,32	0,31	0,05
0,43	0,44	0,42	0,42	0,07
0,56	0,56	0,55	0,54	0,12
0,67	0,66	0,66	0,65	0,20
0,78	0,77	0,76	0,75	0,30
0,88	0,88	0,87	0,86	0,46

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Tabela 29– Valores experimentais da umidade de equilíbrio ( $U_{eq}$ ) da polpa de graviola em pó obtida por secagem em liofilizador em função da atividade de água ( $a_w$ ) nas temperaturas de 25, 30, 35 e 40 °C.

<b>Temperaturas</b>				
<b>25 °C</b>	<b>30 °C</b>	<b>35 °C</b>	<b>40 °C</b>	<b><math>X_{eq}</math> (b.s.)</b>
<b><math>a_w</math></b>				
0,26	0,35	0,27	0,30	0,03
0,48	0,50	0,48	0,42	0,09
0,59	0,58	0,57	0,56	0,13
0,76	0,75	0,73	0,73	0,19
0,86	0,88	0,87	0,84	0,30
0,90	0,89	0,89	0,88	0,46

Fonte: Elaborado pelo próprio autor