



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA - UFPB
CENTRO DE TECNOLOGIA - CT
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS (PPCEM)

POLIANA SOARES MARTINS

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE SUCO DE
ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) EM PÓ OBTIDO ATRAVÉS DAS
TÉCNICAS DE *SPRAY DRYER* E *REFRACTANCE WINDOW***

JOÃO PESSOA/PB

2019

POLIANA SOARES MARTINS

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE SUCO DE
ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) EM PÓ OBTIDO ATRAVÉS DAS
TÉCNICAS DE *SPRAY DRYER* E *REFRACTANCE WINDOW***

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal da Paraíba, para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira
Co-orientadora: Profa. Dra. Veruscka Araújo
Silva

JOÃO PESSOA/PB

2019

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

M386c Martins, Poliana Soares.

Caracterização físico-química de suco de acerola
(Malpighia emarginata DC) em pó obtido através das
técnicas spray dryer e refractance window / Poliana
Soares Martins. - João Pessoa, 2019.

163 f. : il.

Orientação: Heber Sivini Ferreira.

Coorientação: Veruscka Araújo Silva.

Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

A Acerola. 2. Refractance window. 3. Spray dryer. 4.
Pó processado. 5. Caracterização física-química. 6.
Modelagem matemática. I. Ferreira, Heber Sivini. II.
Silva, Veruscka Araújo. III. Título.

UFPB/BC

POLIANA SOARES MARTINS

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE SUCO DE
ACEROLA (*Malpighia emarginata* DC) EM PÓ OBTIDO ATRAVÉS DAS
TÉCNICAS DE *SPRAY DRYER* E *REFRACTANCE WINDOW***

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal da Paraíba, para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Aprovada em: 27/02/2019

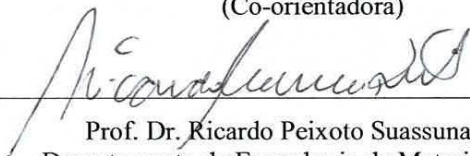
Banca Examinadora



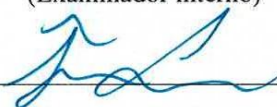
Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira
Departamento de Engenharia de Materiais- UFPB
(Orientador)



Prof. Dra. Veruscka Araújo Silva
Departamento de Engenharia Química - UFPB
(Co-orientadora)



Prof. Dr. Ricardo Peixoto Suassuna Dutra
Departamento de Engenharia de Materiais- UFPB
(Examinador interno)



Prof. Dr. Anoar de Abbas El Aouar
Departamento de Engenharia de Alimentos - UFPB
(Examinador externo)

DEDICATÓRIA

*À minha família, pelo apoio em todos os momentos da minha vida.
Dedico*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por mais uma etapa concluída.

Ao meu pai Nilson Paulo, à minha mãe Eurides Soares, aos meus irmãos Evandro Paulo e Weliton Soares, por acreditarem em mim, pelos ensinamentos e por todo amor. Obrigado mesmo!

Aos meus orientadores Heber Sivini Ferreira e Veruscka Araújo Silva pela orientação, paciência, amizade e ensinamento durante o desenvolvimento do trabalho.

A aluna de PIVIC, Bruna Maria de Vasconcelos Dantas e ao Aluno de PIBIC, Hevair Castro Silva que desenvolveram junto comigo o trabalho; obrigada por toda dedicação e amizade.

A aluna Veronica pela ajuda na implementação dos meus resultados.

A todos os técnicos e colegas de Laboratório pela amizade e ajuda nos experimentos.

As minha amiga Samantha.

Aos amigos de sempre, meus tios (a), primos (a) e avós, que sempre estarão presentes na minha vida.

A todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

EPÍGRAFE

*Nunca deixe que lhe digam que não vale
apena acreditar no sonho que se tem ou que
os seus planos nunca vão dar certo ou que
você nunca vai ser alguém...*

Renato Russo

RESUMO

A acerola é uma fruta rica em vitamina C de estrutura frágil e de fácil deterioração, por isso a necessidade de técnicas de processamento que aumentem o seu tempo de vida útil. O *refractance window* e o *spray dryer* são secadores usados para conservação e preservação de alimentos, através da redução da umidade. O presente trabalho teve como objetivo a obtenção da acerola em pó pelos métodos *refractance window* e *spray dryer* em diferentes condições de processamento, analisando a qualidade do produto final processado, através da comparação das propriedades físico-químicas do pó entre ambos os métodos e o suco concentrado, bem como também a avaliação da cinética de secagem e das isotermas de adsorção de vapor através da aplicação de modelos matemáticos. Foi desenvolvido um aparato de secagem para o *refractance window* com algumas modificações e adaptações. O suco concentrado de acerola foi submetido aos processos de secagem no *refractance window* nas temperaturas: 85, 90 e 95 °C, com concentrações de maltodextrinas: 20, 25 e 30% (p/p) e massa de suco de 150, 200 e 250 g; e no *spray dryer*, com temperatura de entrada: 140, 150 e 160 °C, com mesmas concentrações de maltodextrina do *refractance window* e vazão do soprador de: 2,5; 3,0 e 3,5 m³.min⁻¹. As análises físico-químicas (pH, sólidos solúveis totais e ácidos ascórbico) do suco concentrado de acerola em comparação com pó processado para ambos os métodos de secagem diferiram estatisticamente ($p \leq 0,05$) pelo teste tukey, com exceção do parâmetro de pH para *spray dryer*. O *spray dryer* apresentou melhores propriedades de pH, umidade, e atividade de água e o *refractance window* melhores resultados das densidades de bulk, tapped partícula, de ângulo de repouso, solubilidade e rendimento. O modelo de difusional aplicado a cinética de secagem do *refractance window* e o modelo de cinética exponencial paralelo (PEK) aplicado às isotermas de adsorção de vapor para ambos os métodos apresentaram um bom ajuste aos dados experimentais. As condições de processo não apresentaram influencia no diâmetro médio partículas nas análises de granulometria. As análises de morfologia do pó processado pelo *refractance window* apresentou partículas com formatos irregulares e para o *spray dryer* com formato esférico.

Palavras chaves: Acerola. *Refractance window*. *Spray dryer*. Pó processado. Caracterização física-química. Modelagem matemática

ABSTRACT

Acerola is a fruit rich in vitamin C of fragile structure and easily deteriorates, so the need for processing techniques that increase its shelf life. Refractance window and spray dryer are dryers used for food conservation by reducing moisture. The present work had the objective of obtaining the acerola powder by the refractance window and spray dryer methods in different processing conditions, analyzing the quality of the final processed product, by comparing the physicochemical properties of the powder between both methods and the concentrate juice, as well as the evaluation of drying kinetics and vapor adsorption isotherms through the application of mathematical models. A drying apparatus for the refractance window was developed with some modifications and adaptations. The concentrate juice of acerola was subjected to the drying processes in the refractance window at temperatures: 85, 90 and 95 °C, with concentrations of maltodextrins: 20, 25 and 30% (w/w) and juice mass of 150, 200 e 250 g; and in the spray dryer, with inlet temperature: 140, 150 and 160 °C, with the same of maltodextrin concentrations of refractance window and blower flow of: 2.5; 3.0 and 3.5 m³.min⁻¹. The physico-chemical analyzes (pH, total soluble solids and ascorbic acid) of the acerola concentrate juice compared to powder processed for both drying methods differed statistically ($p \leq 0.05$) by the tukey test, with the exception of the pH parameter for spray dryer. The spray dryer showed better properties of pH, moisture, and water activity and the refractance window showed better properties of bulk density, tapped, particle, angle of repose, solubility and yield. The diffusional model applied to the drying kinetics of the refractance window and the parallel exponential kinetic model (PEK) applied to the vapor adsorption isotherms for both methods presented a good fit to the experimental data. The process conditions had no influence on the mean particle diameter in the particle size analyzes. The analysis of the morphology of the powder processed by the refractance window presented particles with irregular shapes and for the spray dryer with spherical shape.

Keywords: Acerola. Refractance window. Spray dryer. Processed powder. Physical-chemical characterization. Mathematical modeling

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Acerola.....	22
Figura 2 - Diagrama do processo de secagem.	25
Figura 3 - Diagrama simplificado do processo de secagem por <i>spray dryer</i>	27
Figura 4 - Equipamento esquemático de secagem por <i>spray dryer</i>	29
Figura 5 - Estrutura das microesfera.	31
Figura 6 - Equipamento industrial do <i>refractance window</i>	34
Figura 7 - Modelo esquemático do <i>refractance window</i>	35
Figura 8 - Mecanismo de troca de calor.	36
Figura 9 - Curvas de secagem.	38
Figura 10 - Etapas de processamento do suco de acerola.	67
Figura 11 - Esquema do aparato experimental do <i>refractance window</i> em batelada.	69
Figura 12 - Placa do produto seco no <i>refractance window</i>	70
Figura 13 - <i>Spray dryer</i>	71
Figura 14 - Armazenamento dos pós obtidos pelos processos de secagem com <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	72
Figura 15 - Análises aplicadas ao material de estudo.	74
Figura 16 - Análises de granulometria do pó processado pelo <i>spray dryer</i> em diferentes condições de secagem.....	107
Figura 17 - Análises de MEV do pó processado pelo <i>refractance window</i> em diferentes condições de secagem, com aumento de 5.00 kx.	110
Figura 18 - Análises de MEV do pó processado pelo <i>spray dryer</i> em diferentes condições de secagem, com aumento de 5.00 kx.	112
Figura 19 - Superfície de resposta para a densidade bulk com temperatura fixada em 95 °C.	118
Figura 20 - Superfície de resposta para a densidade partícula com massa fixada em 250 g.	120
Figura 21 - Superfície de resposta para o ângulo de repouso com massa fixada em 150g. ..	121
Figura 22 - Superfície de resposta para os sólidos solúveis totais com concentração de maltodextrina fixada em 30%.....	123
Figura 23 - Superfície de resposta para o rendimento com concentração de maltodextrina fixada em 20%.	124

Figura 24 - Superfície de resposta para a umidade com temperatura de entrada fixada em 160 °C.....	126
Figura 25 - Superfície de resposta para a atividade de água com vazão do soprador fixa em 3,5 m ³ .min ⁻¹	128
Figura 26 - Superfície de resposta para o ângulo de repouso com temperatura de entrada fixa em 140 °C	129
Figura 27 - Superfície de resposta para os sólidos solúveis com maltodextrina fixa em 30%.	131
Figura 28 - Gráfico da umidade de equilíbrio versus o tempo de secagem para massa do suco concentrado de 150 g.....	133
Figura 29 - Gráfico da umidade de equilíbrio versus o tempo de secagem para massa do suco concentrado de 250 g mais o ponto central.	134
Figura 30 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do <i>refractance window</i> com massa do suco concentrado de 150 g.....	137
Figura 31 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do <i>refractance window</i> com massa do suco concentrado de 250 g mais o ponto central.	137
Figura 32 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do <i>spray dryer</i> com vazão do soprador 2,5 m ³ .min ⁻¹	140
Figura 33 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do <i>spray dryer</i> com vazão do soprador 3,5 m ³ .min ⁻¹ mais o ponto central.....	140

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Valores nutricionais da fruta da acerola.	23
Tabela 2 - Condições de operação do processo por <i>refractance window</i>	69
Tabela 3 - Condições de operação do processo por <i>spray dryer</i>	71
Tabela 4 - Planejamento fatorial para secagem no <i>Refractance window</i>	72
Tabela 5 - Planejamento fatorial para secagem por <i>Spray dryer</i>	73
Tabela 6 - Níveis reais e codificados do planejamento fatorial $2^3 + 3$ pontos centrais para operação de secagem no <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	73
Tabela 7 - Resultados das análises de pH para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	85
Tabela 8 - Resultados das análises de densidade bulk para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	87
Tabela 9 - Resultados das análises de densidade tapped para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	88
Tabela 10 - Resultados das análises de densidade partícula para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	90
Tabela 11 - Análises de porosidade para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	91
Tabela 12 - Análises de solubilidade para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	92
Tabela 13 - Análises de ângulo de repouso para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	94
Tabela 14 - Análises de umidade para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	95
Tabela 15 - Análises de atividade de água para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	97
Tabela 16 - Análises de sólidos solúveis totais para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	98
Tabela 17 - Análises de rendimento para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	100
Tabela 18 - Análises de ácido ascórbico para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	102

Tabela 19 - Caracterização físico-química do suco concentrado e do pó processado a parti das médias obtidas pelas diferentes condições de processamento dos respectivos métodos <i>refractance window</i> e <i>spray dryer</i>	103
Tabela 20 - Parâmetros estatísticos determinados pela análise de variância pelo modelo de regressão.	116
Tabela 21 - Efeitos estimados para a densidade bulk.	117
Tabela 22 - Efeitos estimados para a densidade partícula.	119
Tabela 23 - Efeitos estimados para o ângulo de repouso.....	120
Tabela 24 - Efeitos estimados dos sólidos solúveis totais.	122
Tabela 25 - Efeitos estimados para o rendimento.....	123
Tabela 26 - Efeitos estimados para a umidade.	125
Tabela 27 - Efeitos estimados para a atividade de água.	127
Tabela 28 - Efeitos estimados para o ângulo de repouso.....	128
Tabela 29 - Efeitos estimados para os sólidos solúveis totais	130
Tabela 30 - Termos do ajuste do modelo difusional.	132
Tabela 31 - Parâmetros do modelo matemático de PEK do <i>refractance window</i>	135
Tabela 32 - Valores de ganho de umidade experimental e estimado pelo modelo matemático de PEK para o <i>refractance window</i>	136
Tabela 33 - Parâmetros do modelo matemático de PEK do <i>spray dryer</i>	138
Tabela 34 - Valores de ganho de umidade experimental estimado pelo modelo matemático de PEK para o <i>spray dryer</i>	139

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	17
1.1	OBJETIVOS	19
1.1.1.	Objetivo geral	19
1.1.1.1.	<i>Objetivos específicos</i>	<i>19</i>
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1.	ACEROLA.....	20
2.1.1.	Histórico e Cultivo no Brasil	20
2.1.2.	Características, aspectos nutricionais e tempo de vida útil.....	21
2.2.	SECAGEM	24
2.2.1.	Aspectos Gerais.....	24
2.2.2.	<i>Spray dryer (SD)</i>	26
2.2.2.1.	<i>Princípio de funcionamento e Características.....</i>	<i>27</i>
2.2.2.2.	<i>Agente encapsulante: Maltodextrina.....</i>	<i>30</i>
2.2.3.	<i>Refractance window (RW)</i>	33
2.2.3.1.	<i>Princípio de funcionamento e Características.....</i>	<i>34</i>
2.2.3.2.	<i>Troca de calor por convecção, condução e radiação</i>	<i>35</i>
2.2.4.	Cinética de secagem.....	37
2.2.4.1.	<i>Modelagem matemática: Modelo difusional.....</i>	<i>39</i>
2.2.5.	Isotermas de adsorção de vapor.....	42
2.2.5.1.	<i>Modelagem matemática: Modelo de cinética exponencial paralela.....</i>	<i>43</i>
2.3.	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA	45
2.3.1.	Potencial hidrogeniônico (pH).....	45
2.3.2.	Densidades.....	46
2.3.2.1.	<i>Densidade Bulk.....</i>	<i>47</i>
2.3.2.2.	<i>Densidade tapped</i>	<i>48</i>
2.3.2.3.	<i>Densidade partícula</i>	<i>49</i>
2.3.3.	Porosidade	50
2.3.4.	Solubilidade.....	51
2.3.5.	Ângulo de repouso	53
2.3.6.	Umidade	55
2.3.7.	Atividade de água (A_w).....	56
2.3.8.	Sólidos totais	57

2.3.9.	Sólidos solúveis totais (°Brix)	58
2.3.10.	Granulometria	59
2.3.11.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	61
2.3.12.	Ácido ascórbico	63
2.3.13.	Rendimento	64
3.	MATERIAL E MÉTODOS	67
3.1.	MATERIAL	67
3.2.	FLUXOGRAMA DO PROCESSO	67
3.3.	PREPARAÇÃO DA AMOSTRA DE SUCO CONCENTRADO DE ACEROLA SEM ADIÇÃO DE ÁGUA.....	68
3.4.	PROCESSO DE SECAGEM.....	68
3.4.1.	Secagem por <i>refractance window</i>	69
3.4.2.	Secagem por <i>spray dryer</i>	70
3.5.	ARMAZENAMENTO	71
3.6.	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DOS PROCESSOS DE SECAGEM.....	72
3.7.	ANÁLISES DO SUCO CONCENTRADO, DO PÓ PROCESSADO E ESTUDO DA SECAGEM	74
3.7.1.	Caracterização físico-química	74
3.7.1.1.	Potencial hidrogeniônico (pH).....	75
3.7.1.2.	Densidades	75
3.7.1.3.	Porosidade.....	77
3.7.1.4.	Solubilidade.....	77
3.7.1.5.	Ângulo de repouso.....	78
3.7.1.6.	Umidade.	78
3.7.1.7.	Atividade de água (A_w).....	78
3.7.1.8.	Sólidos totais	78
3.7.1.9.	Sólidos solúveis totais (°Brix)	79
3.7.1.10.	Granulometria	79
3.7.1.11.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	80
3.7.1.12.	Ácido ascórbico	80
3.7.1.13.	Rendimento	81
3.7.2.	Cinética secagem	82
3.7.3.	Isotermas de adsorção de vapor	82
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	84

4.1.	RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	84
4.1.1.	Sólidos totais	84
4.1.2.	Potencial hidrogeniônico (pH).....	84
4.1.3.	Densidades.....	86
4.1.3.1.	<i>Densidade bulk.....</i>	<i>87</i>
4.1.3.2.	<i>Densidade tapped.....</i>	<i>88</i>
4.1.3.3.	<i>Densidade partícula</i>	<i>90</i>
4.1.4.	Porosidade.....	91
4.1.5.	Solubilidade.....	92
4.1.6.	Ângulo de repouso.....	93
4.1.7.	Teor de Umidade	95
4.1.8.	Atividade de água (A_w).....	96
4.1.9.	Sólidos solúveis totais (°Brix)	98
4.1.10.	Rendimento	100
4.1.11.	Teor de ácido de ascórbico	101
4.1.12.	Comparação dos resultados das caracterizações físico-químicas do suco concentrado e do pó processado.....	103
4.1.13.	Análise granulométrica.....	107
4.1.14.	Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV	110
4.1.14.1.	<i>MEV do refractance window.....</i>	<i>110</i>
4.1.14.2.	<i>MEV do spray dryer</i>	<i>112</i>
4.2.	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL APLICADO AOS PROCESSOS DE SECAGEM	115
4.2.1.	Análises de variância (ANOVA) do modelo de regressão.....	115
4.2.1.1.	<i>Efeitos estimados para as variáveis não significativas.....</i>	<i>116</i>
4.2.1.2.	<i>Modelo de regressão e superfície de resposta para as variáveis significativas do refractance window.....</i>	<i>117</i>
4.2.1.3.	<i>Modelo de regressão e superfície de resposta para as variáveis significativas do spray dryer.....</i>	<i>125</i>
4.3.	CINÉTICA DE SECAGEM DO <i>REFRACTANCE WINDOW</i>	131
4.4.	ISOTERMA DE ADSORÇÃO DE VAPOR	135
4.4.1.	Isotermas de adsorção de vapor do <i>refractance window</i>.....	135
4.4.2.	Isotermas de adsorção de vapor do <i>spray dryer</i>	138
4.5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS DOS RESULTADOS	142

5. CONCLUSÃO	146
REFERÊNCIAS	148
APÊNDICE A	161

1. INTRODUÇÃO

A acerola é uma fruta de espécie nativa que se originou na América central, se propagando por vários países, incluindo o Brasil, que se tornou um dos maiores consumidores, produtores e exportadores, com pomares em quase todos os estados territoriais, principalmente na região Nordeste. É uma fruta conhecida pela sua diversidade em aroma, sabor e valor nutricional, rica em vitamina C, da qual apresenta um papel de relevância na nutrição alimentar e na sua composição química, seu teor pode alcançar até 5000 mg/100g de polpa. Porém é fruta perecível, com duração no máximo três dias em temperatura ambiente, de estrutura frágil e de fácil deterioração. Por isso, a necessidade de implementar técnicas de processamento que aumente o tempo de vida útil, reduza as perdas após colheita, facilite o transporte e agregue valor ao produto (ARAÚJO et al., 2017; DELVA; SCHNEIDER, 2013; MENDES et al., 2012; SOUZA et al., 2016).

Existem diversas técnicas empregadas no processamento de alimentos, porém a secagem é um processo de grande eficiência e muito utilizado no setor industrial, na conservação e preservação de alimentos através da redução da umidade e das reações de deterioração, prevenindo o crescimento microbiano e resultando em um produto com estabilidade, além de permitir menores custos com transporte e armazenamento. Entre as tecnologias mais modernas de secagem, se destacam os secadores por *spray dryers* e *refractance window* (NINDO; TANG, 2007; PAVAN; SCHMIDT; FENG, 2012; TONTUL; TOPUZ, 2017).

A técnica por *spray dryer* é uma operação contínua, controlada automaticamente e com tempo de resposta rápido, usada na desidratação de substâncias orgânica e inorgânicas, da qual consiste na transformação da matéria-prima fluida para um estado seco, através de uma fonte de calor. É um processo que faz uso de encapsulante para alimentos com alto teor de açúcar, devido à adesão da amostra nas paredes do secador, causando perda indesejável do material durante o processo. Um dos encapsulantes mais empregados nesse processo é a maltodextrina devido ao seu baixo custo, fácil obtenção, baixo peso molecular, entre outras vantagens (GOULA; ADAMOPOULOS, 2010; KESHANI et al., 2015; SILVA et al., 2013; SOUSA et al., 2015; STUNDA-ZUJEVA; IRBE; BERZINA-CIMDINA, 2017).

O processo por *refractance window* é um método relativamente barato, energeticamente, de fácil operação, de curto tempo de secagem. É uma tecnologia inovadora, aplicada principalmente aos alimentos sensíveis ao calor. Uma fina camada do material a ser

seco é espalhada numa correia transportadora de poliéster, que se movimenta sobre água quente circulante em um reservatório, transportando calor para amostra. É uma técnica que faz o uso indireto de temperaturas relativamente baixa, utilizando ondas infravermelhas para remoção da água, reduzindo o crescimento microbiano e mantendo as propriedades nutricionais e sensoriais, transformando líquidos, purês e fatias em produtos floculados ou na forma de pó (ABONYI et al., 2001; AZIZI et al., 2016; KAUR et al., 2017).

Os processos de secagem são caracterizados através da cinética de desidratação do material, a qual é importante no estudo da transferência de calor e massa, e no controle, de forma eficaz, do processo como um todo. Seu estudo ocorre através da aplicação de modelos matemáticos; um dos mais utilizados é o de Fick, o qual considera a difusividade líquida do material e descreve, de maneira associada, os fenômenos de transporte de massa, difundindo as curvas e avaliando os tempos de secagem da amostra (CASTRO; MAYORGA; MORENO; 2018; MARTINAZZO et al., 2007; TZEMPELIKOS et al., 2015).

O pó produzido pela secagem resulta em um material com propriedades diferentes da matéria-prima que o gerou, necessitando ser avaliado em relação a sua qualidade e ao seu valor nutricional, pois estas características influenciam nas etapas subsequentes de processamento, embalagem e no armazenamento do produto final. Dentre as características físico-químicas dos pós que podem ser avaliadas tem-se o teor de vitamina C, o teor de umidade, a atividade de água, os sólidos solúveis totais, a granulometria, a morfologia, o pH, a solubilidade, as isotermas de adsorção de vapor, entre outros (GOMES; FIGUEIREDO; QUEIROZ, 2002).

As isotermas de adsorção de vapor são de fundamental importância para prever a qualidade e a estabilidade física, química e microbiológica do produto durante o processo de armazenamento. As curvas de adsorção de vapor são determinadas pelo teor de umidade de equilíbrio, e podem ser expressas por diferentes correlações matemáticas. Vários modelos são relatados na literatura, dentre eles o de cinética exponencial paralela (PEK), usado recentemente em alguns trabalhos literários científicos, para o estudo das isotermas, o qual fornece ajustes adequados para as curvas de adsorção de vapor (CAPARINO et al., 2013; HILL; NORTON; NEWMAN, 2010).

Os estudos sobre a estabilidade de polpas e sucos de acerola são diversos, porém poucos estudos sobre a estabilidade da acerola em pó produzido via *spray dryer* ou *refractance window*. Por isso a necessidade de estudar, avaliar e caracterizar o pó obtido por esses métodos, com intuito de estabelecer as melhores condições de processo na obtenção de

um produto com qualidade e valor agregado para que, posteriormente, possa ser comercializado e usado na formulação de outros produtos.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1. Objetivo geral

Obtenção da acerola em pó pelos métodos *refractance window* e *spray dryer* em diferentes condições de processamento, analisando a qualidade do produto processado, através da comparação das propriedades físico-químicas do pó entre ambos os métodos e o suco concentrado, bem como a avaliação da cinética de secagem e das isothermas de adsorção de vapor através da aplicação de modelos matemáticos.

1.1.1.1. Objetivos específicos

- Caracterizar o suco concentrado de acerola em relação ao pH, vitamina C, sólidos totais e sólidos solúveis totais;
- Determinar os parâmetros físico-químicos do pó obtido em relação ao pH, densidade bulk, tapped e partícula, porosidade, solubilidade, ângulo de repouso, umidade, atividade de água, sólidos solúveis totais, granulometria, morfologia, ácido ascórbico e rendimento;
- Comparar as propriedades físico-químicas do suco concentrado com pó processado;
- Comparar os métodos de secagem através das características físico-químicas do pó do suco da acerola;
- Analisar se as caracterizações físico-químicas do pó processado foram influenciadas pelas condições de processamento;
- Avaliar a cinética secagem do *refractance window* pelo modelo difusional;
- Estudar as isothermas de adsorção de vapor do pó processado pelos diferentes métodos através do modelo de cinética exponencial paralela (PEK).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. ACEROLA

2.1.1. Histórico e Cultivo no Brasil

Aceroleira é uma árvore de pequeno porte, de espécie nativa, que se originou na América Central, se propagando pelo Sul da América e nas regiões tropicais da Ásia e da África. É um arbusto amplamente cultivado no Brasil, no Sudeste da Índia, nas áreas tropicais e subtropicais do Texas, através do México e em toda área territorial do Caribe (ARAÚJO et al., 2017; BELWAL et al., 2018; DELVA; SCHNEIDER, 2013; JÚNIOR et al., 2017). O fruto predominante dessa espécie nativa é conhecido como cereja das Índias Ocidentais ou de Barbados e acerola¹ (*Malpighia glabra* L., *Malpighia puniceifolia* L. ou *Malpighia emarginata* DC) (ARAÚJO et al., 2017; HORTA et al., 2016; PRAKASH et al., 2016; YAMASHITA et al., 2003).

O maior cultivo da acerola foi a partir de 1946, com desenvolvimento dessa plantação em Porto Rico, Cuba, Flórida e o Havaí. O Japão é um dos mercados primordiais dos produtos produzidos a partir dessa fruta, seguido dos Estados Unidos que se destaca na sua aplicação na indústria farmacêutica e de suplementos alimentares, depois Alemanha, França, Hungria e países Árabes do qual seu uso é principalmente para consumo de suco. Estima-se que o mercado global de sua produção alcance US\$ 17,5 bilhões até 2026, com cerca de 8% da taxa de crescimento por ano, esse crescimento é possivelmente devido a um desenvolvimento na produção de bebidas, produtos de confeitaria e entre outros (BELWAL et al., 2018; DELVA; SCHNEIDER, 2013; MENDES et al., 2012).

O Brasil se destaca como um grande produtor, consumidor e exportador devido à sua boa adaptação ao solo e ao clima, com pomares em quase todos os estados territoriais, estimado em 10.000 hectares, principalmente nos estados da Bahia, Ceará, Paraíba, Pernambuco, Pará, São Paulo e Rio de Janeiro. Essa fruta é de grande relevância econômica para o país, principalmente no setor de processamento que gera em torno de 18 mil toneladas de polpas por ano, na exportação e no desenvolvimento industrial de sucos, geleias, licor concentrados, sorvetes, xaropes, entre outros produtos (DELVA; SCHNEIDER, 2013; FREITAS et al., 2006; JAESCHKE; MARCZAK; MERCALI, 2016; JÚNIOR et al., 2017).

¹ Popularmente chamada no Brasil.

O Nordeste é o maior produtor mundial de acerola, com área cultivada em torno de 3.100 hectares, com produtividade média de 150 mil toneladas por ano, com mais de 60% da produção do Brasil, à frente de Porto Rico e dos Estados Unidos, devido às condições locais que permite o cultivo dessa fruta durante quase o ano todo, até mesmo no período em que os mercados europeus, asiáticos e norte americano estão desabastecidos, concentrando-se a maior produção e comercialização de sucos e polpas, do qual são exportados principalmente para os países europeus, Japão, China e Estados Unidos. A acerola é uma fruta com grande potencial agroindustrial, com excelente concepção econômica que atrai diversos mercados com foco em consumidores por produtos exóticos e naturais (DELVA; SCHNEIDER, 2013; JÚNIOR et al., 2017; MENDES et al., 2012).

2.1.2. Características, aspectos nutricionais e tempo de vida útil

A árvore da acerola possui um tronco fino e curto, com uma altura média em torno de 3 a 5 m, produzindo normalmente de 3 a 4 safras por ano. Os frutos (**Figura 1**) da aceroleira são pequenos, possuindo uma drupa arredondada, carnuda, com endocarpo constituído por três caroços unidos, que contém no seu interior uma semente, variando de forma, tamanho e peso médio de 3 a 16 g, crescendo isoladamente ou em cachos de dois ou mais nas axilas das folhas. Outra característica fundamental é a cor da casca que é um componente decisivo na sua aprovação pelo consumidor e também na indicação de seu amadurecimento, apresentando coloração verde, passando para verde-claro no estágio imaturo, em seguida, laranja a vermelho-alaranjado no início da maturação, alcançando entre 25 e 75% da sua superfície e por último avançando para vermelho intenso no estágio totalmente maduro. É uma fruta conhecida pela sua diversidade em aroma, sabor e pelo seu valor nutricional (DELVA; SCHNEIDER, 2013; FREITAS et al., 2006; MENDES et al., 2012; RIBEIRO; COSTA; AFONSO, 2016).

Figura 1 - Acerola.



Fonte - Própria autora, 2019.

A acerola é uma fruta considerada pelos pesquisadores como uma “superfruta” que se difundiu entre os consumidores como um alimento funcional com grandes benefícios para saúde (DELVA; SCHNEIDER, 2013; PRAKASH et al., 2016; RIBEIRO; COSTA; AFONSO, 2016; SOUSA et al., 2016). É um alimento rico em ácido ascórbico (vitamina C), vitamina A, B1 e B2, fontes de antocianinas², compostos fenólicos e carotenoides³, esses compostos são conhecidos como bioativos de grande capacidade antioxidante, anti-inflamatória, antianêmico, antitumoral, controle de hiperglicemia, diminuição do estresse oxidativo e hepatoprotetora, além de conter proteínas, gorduras, carboidratos e minerais (ferro e fósforo) (BELWAL et al., 2018; DELVA; SCHNEIDER, 2013; DÜSMAN et al., 2012; JAESCHKE; MARCZAK; MERCALI, 2016; LEFFA et al., 2017; MENDES et al., 2012). A **Tabela 1** mostra a composição de alguns valores nutricionais da acerola *in natura*, de acordo com os estudos, os benefícios nutricionais dessa fruta atuam na proteção de doenças cardiovasculares, alguns tipos de câncer, estimulante de apetite, e é indicado no tratamento de diabetes, doenças do fígado, reumatismo, febres em geral, gripes, resfriados, tuberculoses, úlceras varicosas, fraturas ósseas, contusões, sangramento nas gengivas, disenteria e entre outras doenças (DÜSMAN et al., 2012; PRAKASH et al., 2016).

² Que caracteriza o pigmento avermelhado da acerola.

³ Os principais são b-caroteno, b-criptoxantina, luteína e violaxantina.

Tabela 1 - Valores nutricionais da fruta da acerola.

Nutrientes	Acerola <i>in natura</i> (para cada 100 g da fruta)
Água (g)	91,41
Energia (kcal)	32,00
Proteína (g)	0,40
Lipídeos Totais (g)	0,30
Cinzas (g)	0,20
Carboidratos por diferença (g)	7,69
Fibra dietética total (g)	1,10
Minerais:	
Cálcio (mg)	12,00
Ferro (mg)	0,20
Magnésio (mg)	18,00
Fósforo (mg)	11,00
Potássio (mg)	146,00
Sódio (mg)	7,00
Zinco (mg)	10,00
Cobre (mg)	0,09
Selênio (mcg)	0,60
Vitaminas:	
Vitamina C (mg)	1677,60
Vitamina B6 (mg)	8,70
Vitamina B2 (mg)	0,07
Vitamina B1 (mg)	0,02
Tiamina (mg)	0,02
Riboflavina (mg)	0,06
Niacina (mg)	0,40
Ácido pantotênico (mg)	0,30
Folato alimentar (mcg)	14,00
Vitamina A (IU)	767,00

Fonte - USDA, 2003 apud FREITAS et al., 2006.

O ácido ascorbico presente na acerola desempenha um papel de destaque na sua composição química, sua variação pode alcançar até 5000 mg por 100 g de polpa, essa variação vai depender dos estágios de maturação, das condições ambientais, do cultivo e da colheita. Esse índice chega a ser 100 vezes superior ao da laranja e 10 vezes ao da goiaba, semelhante apenas ao camu-camu (*Mirciaria dubia*), uma planta nativa da região amazônica, que contém aproximadamente 3000 mg de vitamina C por 100 g de polpa (DELVA; SCHNEIDER, 2013; MENDES et al., 2012). A alta concentração do teor de ácido ascórbico dessa fruta encontra-se no período imaturo; nesse estágio ela é muito usada para o desenvolvimento de produtos com alto teor dessa vitamina e em empresas nutracêuticos, quando suas características sensoriais como sabor e aroma não são de relevância. À medida que acontece seu amadurecimento ocorre uma diminuição do ácido ascórbico, isso pode está

relacionado ao efeito da enzima desse ácido ou da oxidação bioquímica (DELVA; SCHNEIDER, 2013).

A vitamina C é indispensável para o organismo humano, cuja deficiência é mais presente, alguns estudos relataram que consumo do suco com aproximadamente 500 mg de dessa vitamina durante um período de tempo foi satisfatório para manutenção e o acréscimo significativo desse nutriente no organismo, principalmente de pessoas idosas; e no aumento da hemoglobina em crianças anêmica; ocorrendo a introdução dessa fruta em programas de alimentação para pessoas com alto risco de anemia, além de auxiliar no tratamento de diversas patologias, grandes medidas estão sendo realizadas para que ocorra o seu consumo, principalmente nas regiões mais carentes do Brasil, sendo introduzida como parte da dieta alimentar em escolas, creches, hospitais, entre outros lugares (FREITAS et al., 2006; MENDES et al., 2012).

A acerola é uma fruta muito perecível, de pouco de tempo de vida útil, com duração de dois a três dias em temperatura ambiente, de elevada taxa respiratória e metabólica, com estrutura frágil de difícil transporte e manuseio, a sua pele no estágio maduro é fina e delicada, fazendo com que um pequeno impacto a danifique durante o processo de colheita, ocasionando sua deterioração, dano de sua polpa e afetando de forma geral a sua qualidade; levando a uma perda de 40% dessa fruta, após a colheita (BELWAL et al., 2018; DELVA; SCHNEIDER, 2013; SOUZA et al., 2016).

Para contornar esses problemas e aumentar seu tempo de vida útil, são necessário emprego de técnica de preservação que mantenha as propriedades física e química, reduza as perdas após colheita, mantenha a estabilidade do alimento, facilite o transporte e agregue valor ao produto, esses processos podem incluir polpas, lavagem, congelamento, atmosfera modificada usando poliméricos do tipo PVC e secagem com ar forçado do qual é umas técnicas mais utilizadas no setor industrial (ARAÚJO et al., 2017; BELWAL et al., 2018; MENDES et al., 2012; RIBEIRO; COSTA; AFONSO, 2016).

2.2. SECAGEM

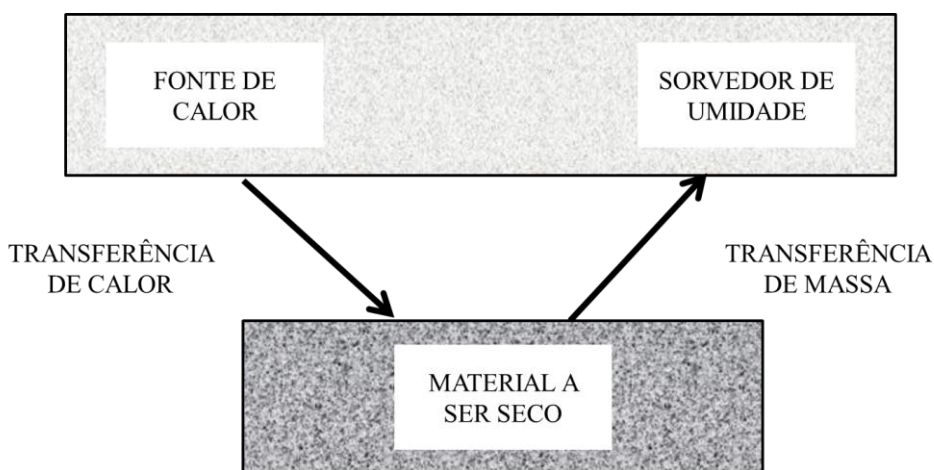
2.2.1. Aspectos Gerais

A secagem é uma técnica antiga e de grande eficiência, amplamente usada na conservação e preservação de alimentos através da redução da umidade e consequentemente da atividade de água, diminuindo as reações de deterioração e prevenindo o crescimento

microbiano, resultando em um produto com estabilidade, além de permitir menores custos com transporte e armazenamento que estão diretamente ligados com o tamanho e o volume do produto seco, de grande importância nas indústrias alimentícias, farmacêuticas e químicas (CASTRO; MAYORGA; MORENO, 2018; DAĞHAN et al., 2018; KARA; DOYMAZ, 2015; PAVAN; SCHMIDT; FENG, 2012; RUIZ-LOPEZ et al., 2011; TONTUL; TOPUZ, 2017; YANG, 2017).

É uma operação unitária que envolve vários mecanismos de troca de calor e massa, do qual se faz o uso de uma fonte quente para transferência de calor para o alimento, evaporando a água contida no mesmo, seguida da transferência de massa que é responsável pela migração da água no interior do alimento até a sua superfície, passando por um sorvedor para remoção do vapor de água, conforme o esquema da **Figura 2**, ocasionando o encolhimento da estrutura celular do material, devido à perda de umidade e resultando em um produto sólido no final do processo, que pode ser na forma de folhas, flocos, filmes, pós ou grânulos (DEFRAEYE; RADU, 2018; NINDO; TANG, 2007; PARK et al., 2014; RUIZ-LOPEZ et al., 2011).

Figura 2 - Diagrama do processo de secagem.



Fonte - Adaptado conforme a ilustração de PARK et al., 2014.

Alguns parâmetros são de fundamental importância no estudo do mecanismo de secagem: o conteúdo de água presente no material que é o principal responsável pela degradação e alterações por reações químicas nos alimentos e a umidade que está relacionado a consistência final do produto, ambos os parâmetros estão diretamente ligados para obtenção de um produto com qualidade e vida útil elevada. A variação do teor de umidade é determinada pela porcentagem em base úmida ($\%X_{b,u}$) e base seca ($\%X_{b,s}$) conforme a

Equação 1 e 2 respectivamente. A água presente no material biológico pode está na forma não ligada da qual ocupa os espaços entre os poros do alimento e mantém suas propriedades físicas; e água combinada que se resulta da soma entre a água absorvida e ligada, presente na superfície das macromoléculas e associada quimicamente a outras substâncias presente no alimento (CELESTINO 2010).

$$\%X_{b,u} = (\text{massa de água/massa da amostra}) * 100 \quad (1)$$

$$\%X_{b,s} = (\text{massa de água/massa de sólidos}) * 100 \quad (2)$$

Várias técnicas de secagem estão sendo amplamente empregadas nos setores industriais, principalmente alimentício; iniciando pela secagem solar que é o método mais antigo e barato, usado principalmente para produtos agrícolas, porém é uma prática com limitações e desvantagens, tais como a contaminação do produto com poeiras, sujeiras, microrganismos e impossibilidade do controle da taxa de aquecimento, entre outros problemas; passando por tecnologias mais modernas, desenvolvidas com intuito de oferecer produtos com alta qualidade; destacando-se a secagem em bandejas, liofilização, congelamento, leite fluidizado, secadores de rolos, secagem em tambor, micro-ondas, secagem de leito de jorro, frequência de rádio, secagem por infravermelho, manta de espuma, secadores por pulverização (*spray dryer*) e *refractance window* (CLARKES, 2004; SHISHIR; CHEN, 2017; TZEMPELIKOS et al., 2015).

2.2.2. *Spray dryer* (SD)

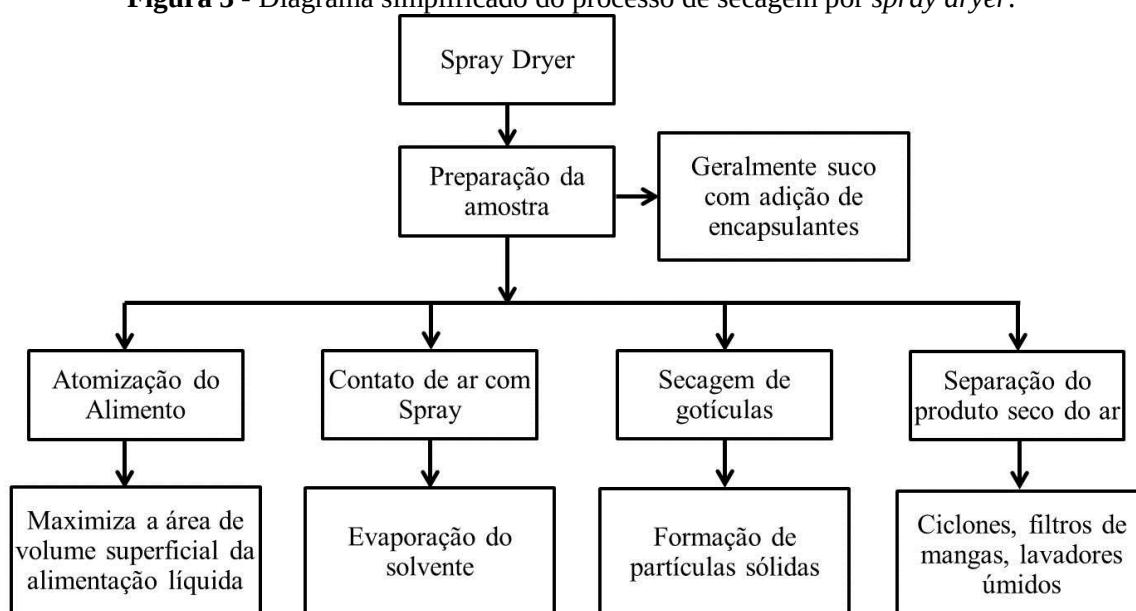
A técnica por *spray dryer* é uma operação contínua, controlada automaticamente e com tempo de resposta rápido, aplicada a materiais sensíveis ao calor; é uma prática sofisticada usada em larga escala na produção de partículas em pó, usualmente conhecida como secagem por convecção ou otimização. É um método aplicado na desidratação de substâncias orgânicas ou inorgânicas, transformando a matéria-prima fluida para um estado seco com baixa atividade de água e umidade, através de uma fonte de calor. A alimentação no secador pode ser na forma de emulsões, suspensões, soluções, pasta ou líquido. O uso do *spray dryer* começou na década de 1920, com aplicações nas indústrias de leite e detergente, sendo expandido posteriormente para as indústrias alimentícias na produção de produtos provenientes de ovos, bebidas, proteínas vegetais, frutas, carboidratos, extratos de chá, iogurte

e outros produtos em pó (CAVALCANTE, et al., 2018; KESHANI et al, 2015; SHISHIR; CHEN, 2017; TZEMPELIKOS et al., 2015; STUNDA-ZUJEVA; IRBE; BERZINA-CIMDINA, 2017).

2.2.2.1. Princípio de funcionamento e Características

O processo de secagem pelo *spray dryer* ocorre basicamente por cinco etapas simplificadas conforme a **Figura 3** (KESHANI et al., 2015; LIU; CHEN; SELOMULYA, 2015; SHISHIR; CHEN, 2017; TONTUL; TOPUZ, 2017).

Figura 3 - Diagrama simplificado do processo de secagem por *spray dryer*.



Fonte - KESHANI et al., 2015; LIU; CHEN; SELOMULYA, 2015; SHISHIR; CHEN, 2017; TONTUL; TOPUZ, 2017.

Durante o processo por *spray dryer*, a amostra líquida é bombeada para um atomizador, que pulveriza o líquido em pequenas gotículas de aproximadamente 50 µm dentro de uma câmara de secagem, essas gotículas entram em contato com ar aquecido, que por convecção fornece energia para evaporar e secar maior parte do solvente presente na sua superfície, através da transferência de calor e massa, logo após o contato com ar quente, a temperatura das gotas aumenta até a temperatura do bulbo úmido, a evaporação de água continua a temperatura constante e pressão parcial de vapor, igualando a taxa de difusão à taxa de secagem, desenvolvendo uma camada seca na superfície da gota; a secagem se finaliza quando a temperatura das partículas e do ar é uniformizada, formando partículas em pó (CASTRO; MAYORGA; MORENO, 2018; GOULA; ADAMOPOULOS, 2010; LISBOA;

DUARTE; CAVALCANTE-MATA, 2018; MOREIRA et al., 2009; SCHUCK et al., 2009; SHISHIR; CHEN, 2017; TONTUL; TOPUZ, 2017).

O processo de secagem é conduzido pela forte conexão entre o transporte de calor e massa, tanto dentro do material como na interface com ar de secagem. O procedimento de transferência de massa ocorre através da migração do sólido presente nas gotículas para sua superfície, formando uma casca, e pela difusividade de vapor e permeabilidade através dessa casca, esse transporte é afetado principalmente pela concentração do alimento, tamanho inicial das partículas e pela geometria do equipamento (TONTUL; TOPUZ, 2017; TZEMPELIKOS et al., 2015; STUNDA-ZUJEVA; IRBE; BERZINA-CIMDINA, 2017).

Os secadores por *spray dryer* são dimensionados de acordo com direção do ar na câmara de secagem, que podem ser por fluxo em co-corrente, onde o líquido é pulverizado na mesma direção do ar quente, adequado para produtos sensíveis ao calor, pois a evaporação do solvente é rápida com tempo de residência pequeno, evitando a degradação do produto, muito usado nas indústrias alimentícias; fluxo em contracorrente, a direção da pulverização é oposta ao fluxo de ar, fazendo se uso eficiente do calor, porém não é adequado para produtos sensíveis a temperaturas; e fluxo misto, modelo combinado da secagem co-corrente e contracorrente, onde o jato de ar é intermediário entre as duas correntes (LIU; CHEN; SELOMULYA, 2015; KESHANI et al., 2015; TONTUL; TOPUZ, 2017; SHISHIR; CHEN, 2017),

A secagem por *spray dryer* é caracterizada pela energia disponível, usada para gerar o *spray* através de atomizadores rotativos, bicos hidráulicos, pneumáticos e ultrassônicos, produzindo gotículas arredondadas ou ovais, com crosta lisa ou áspera, de diferentes tamanhos que são relativamente estreitos para evitar uma ampla variação na taxa de secagem (LIU; CHEN; SELOMULYA, 2015; SHISHIR; CHEN, 2017; STUNDA-ZUJEVA; IRBE; BERZINA-CIMDINA, 2017; TONTUL; TOPUZ, 2017).

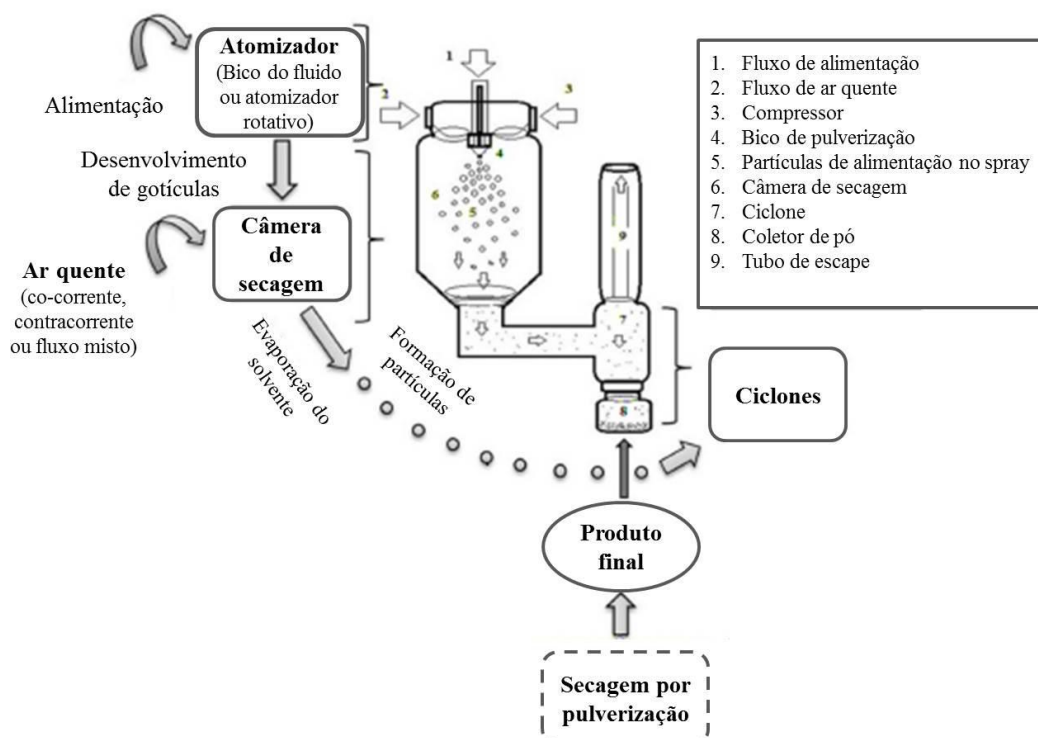
Os materiais que passam pela secagem no *spray dryer* podem ser classificados como não colantes ou pegajosos. Os elementos pegajosos causam adesão das gotículas nas paredes do secador, causando perda indesejável do material durante o processo, afetando a qualidade do produto final através da degradação das partículas depositadas, isso ocorre devido à alta concentração de açúcares de baixo peso molecular, comportamento viscoso e baixas temperaturas de transição vítrea⁴ do material, gerando pós altamente higroscópicos e emborrachados. Para solucionar esses problemas alguns agentes de transporte, como

⁴ Temperatura na qual o estado do produto muda de vítreo (amorfo) para pegajoso pelo processo de absorção térmica.

maltodextrinas ou gomas são adicionados à amostra antes da secagem, além resolver esses transtornos, os agentes também aumenta o rendimento do processo e melhora as características físicas do produto final (GOULA; ADAMOPOULOS, 2010; KESHANI et al., 2015; MOREIRA et al., 2009; SHISHIR; CHEN, 2017; TONTUL; TOPUZ, 2017).

A **Figura 4** mostra um modelo simplificado de um equipamento de secagem por *spray dryer*.

Figura 4 - Equipamento esquemático de secagem por *spray dryer*.



Fonte - Adaptado de acordo com a ilustração de ISLAM; CHEM, 2017.

Diversos trabalhos literários usaram a técnica de secagem por *spray dryer* em alimentos, entre os quais citados foram: Moreira et al. (2009) na secagem por pulverização do bagaço do extrato de acerola; Goula e Adamopoulos (2010) na secagem por *spray dryer* de suco de laranja concentrado; Zotarelli et al. (2017) na produção de manga em pó obtido na secagem por otimização; Cavalcante et al. (2018), no comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó obtida por secagem em *spray dryer*; Uscategui, Velásquez e Valencia (2018) no estudo de concentrados de caldo de cana e proteína *whey* por secagem por otimização e suas combinações; Rezende, Nogueira e Narain (2018) na microencapsulação de extratos de compostos bioativos obtidos de polpa de acerola (*Malpighia emarginata* DC) e resíduo por *spray dryer*.

2.2.2.2. Agente encapsulante: Maltodextrina

A técnica de encapsular é um procedimento alternativo de agente transportador, muito usado nas indústrias de alimentos, do qual partículas ou gotículas são revestidas por uma matriz⁵ homogênea ou heterogênea que consiste em insolar o agente ativo⁶ para protegê-lo contra fatores ambientais como, luz, oxigênio, água, umidade, degradação de radicais livres, entre outros, perdas sensoriais e nutricionais, promover sua liberação controlada, reduzir sua viscosidade, sua higroscopicidade, aumentar sua estabilidade, o seu tempo de vida de prateleira e sua temperatura de transição vítrea (AGHBASHLO et al., 2013; ALIAKBARIAN et al., 2018; REZENDE; NOGUEIRA; NARAIN, 2018; SAÉNZ et al., 2009; SHISHIR; CHEN, 2017; SILVA et al., 2013).

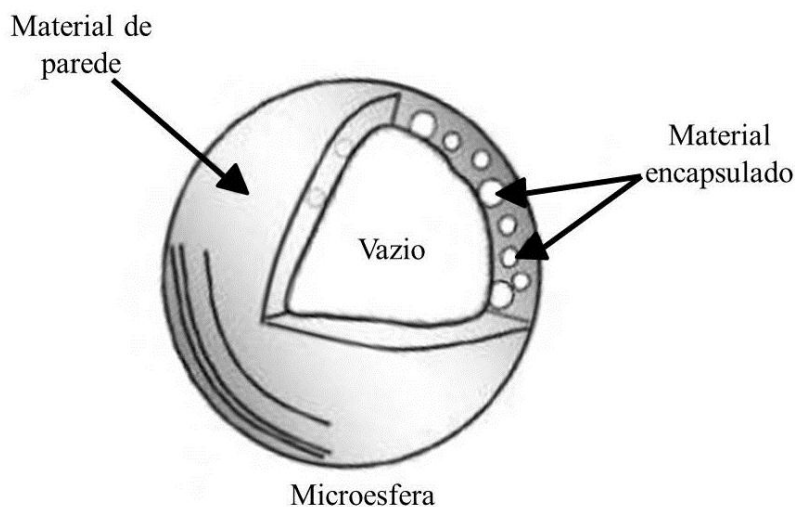
Vários métodos podem ser usados no processo de encapsulação, que se diferencia entre eles na forma de aprisionar o material que será encapsulado, se dividindo em: físicos, como por exemplo, disco rotativo, leito fluidizado, liofilização, *spray dryer*, entre outros; químicos que envolvem inclusão molecular e polarização interfacial e físico-químico como lipossomas, lipoesferas, evaporação de solventes, coacervação simples e complexas. Esses métodos devem ser simples, rápido e reprodutível, e sua escolha vai depender da aplicação, da finalidade, da estrutura do material de parede e do mecanismo de liberação do encapsulante (NUNES; MENEZES, 2015; SOUSA et al., 2015).

As cápsulas produzidas durante o processo de secagem pelo *spray dryer* são fisicamente conhecidas como microesfera (**Figura 5**), onde o núcleo é incorporado, adsorvido ou ligado a matriz encapsulante, com a área central permanecendo vazia. O agente ativo ao ser encapsulado é permutado a uma solução do composto que compõe o carreador, formando uma emulsão, o líquido da solução do material encapsulado é evaporado ao ser otimizado dentro do secador, desenvolvendo uma membrana ao redor das gotas do material ativo. Esse método de encapsulação apresenta algumas vantagens em relação aos outros, como o desenvolvimento de produtos com mais qualidades, partículas relativamente uniforme e esférica, boa eficiência e baixo custo do processo (SOUSA et al., 2015).

⁵ Material de parede, carreador ou agente encapsulante.

⁶ Material encapsulado ou núcleo.

Figura 5 - Estrutura das microesfera.



Fonte - Adaptado de acordo com trabalho de TONON, 2009 apud SOUSA et al., 2015.

Dentre os agentes encapsulantes mais avaliados para o processo por *spray dryer*, destacam-se os biopolímeros, conhecidos por gomas arábicas, carragenas, alginatos, amidos, gelatina, derivados do leite e as maltodextrinas. Várias qualidades são necessárias para determinar a escolha e a eficácia proteção de um carreador, entre as quais são: suas propriedades filmogênicas, emulsificantes, físicas e químicas, sua biodegradabilidade, sua resistência ao trato gastrointestinal e seu baixo custo, entre outras propriedades (SHISHIR; CHEN, 2017; SILVA et al., 2013).

A maltodextrina é uma ótima opção como agente encapsulante no processo de secagem por *spray dryer* de sucos de frutas e vegetais, pois além de apresentar as características mencionadas anteriormente, também apresenta baixa higroscopicidade e viscosidade, propriedades antioxidantes, retenção de compostos voláteis, baixo peso molecular, alta temperatura de transição vítrea, alta solubilidade, sabor suave e soluções incolores (ALIAKBARIAN et al., 2018; REZENDE; NOGUEIRA; NARAIN, 2018; SAÉNZ et al., 2009; SHISHIR; CHEN, 2017; SILVA et al., 2013).

A maltodextrina é um pó branco, resultante da hidrólise ácida, enzimática ou ambas, de vários amidos (milho, batata e outros). As hidrólises consistem em unidades D-glicose ligadas por ligações glicosídicas (1→4), apresentando fórmula molecular geral $[C_6H_{10}O_5]_n H_2O$. Os amidos hidrolizados são classificados de acordo com sua equivalência de dextrose (DE), apresentando unidades de α -D-glicose anidro ligado ao grau de polimerização (DP). Os amidos hidrolizados com até 20DE são denominados de maltodextrinas, acima são caracterizados como xarope de glucose. A dextrose da maltodextrina está relacionada à sua

capacidade de redução e ao seu peso molecular (FARAHNAKY et al., 2016; SAÉNZ et al., 2009; SILVA et al., 2013; SOUSA et al., 2015; TONTUL; TOPUZ, 2017).

Vários trabalhos são mencionados na literatura mostrando a influência da maltodextrina nas características físico química de alimentos desidratados pelo processo por *spray dryer*:

Fabra et al. (2011) no estudo do efeito de maltodextrinas nas relações de água-índice-atividade-água-transição de pó de polpa noni (*Morinda citrifolia* L.), verificaram que a adição de maltodextrina ao noni sólido, em uma razão maior que 1,3, aumentou a Tg na faixa de baixo teor de umidade (0 a 10%) e diminuiu o caráter higroscópico do pó. O pó de polpa de noni com maltodextrina foi mais estável, contribuindo para uma prevenção de deterioração controlada por aglomeração e difusão do processo.

Goulas e Adamopoulos (2010) no desenvolvimento do trabalho de uma nova técnica para secagem por *spray dryer* de suco de laranja concentrado verificaram que a formação de resíduos, higroscopicidade, grau de aglomeração e densidade aparente diminuíram e a capacidade de reidratação aumentou com o aumento da concentração de maltodextrina e diminuição do equivalente de dextrose. Assim, as maltodextrinas melhoraram a higroscopicidade, a aglomeração e a reidratação do pó.

Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, eles observaram que o aumento da concentração do agente transportador ou diminuição do equivalente de dextrose da maltodextrina, causou um aumento no rendimento de secagem e na solubilidade; e uma diminuição na densidade aparente, no teor de umidade e na atividade da água. Na microestrutura de pós produzidos com maltodextrina 20DE, verificou-se que as partículas eram maiores, amorfas, todas empastadas e com forte atração umas das outras, com a diminuição do equivalente de dextrose da maltodextrina as partículas se tornaram mais esféricas e mais dispersas. O presente trabalho mostrou que os resultados obtidos com maltodextrina 6DE foi o melhor agente transportador para a secagem por atomização do suco de amora preta em comparação com a maltodextrina 9 e 20DE e a goma arábica.

Silva et al. (2013) no estudo da otimização de parâmetros para microencapsulação por *spray drying* de extratos de casca de jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) utilizando análise simultânea de respostas; de acordo com trabalho dos autores o uso de 30% de maltodextrina (10DE) como agente transportador combinado com a temperatura de secagem de 180 °C foi recomendado como uma condição de otimização simultânea. O uso da função de desejo foi bem-sucedido na otimização da temperatura do transportador e da secagem ao ar para a

produção de pigmentos em pó originários de extratos de cascas de jabuticaba com propriedades desejáveis para todas as respostas, na análise microestrutural das microesferas obtidas com diferentes portadores, o uso de maltodextrina permitiu a formação de partículas mais homogêneas, o que é recomendado no processo de microencapsulação por secagem por pulverização.

Oberoi e Sogi (2015) estudaram o efeito de métodos de secagem e concentração de maltodextrina no teor de pigmentos do suco de melancia em pó, eles analisaram que a maltodextrina foi um auxiliar de secagem que ajudou a reduzir a viscosidade e alterou as propriedades físico-químicas do pó de melancia, com aumento na concentração de maltodextrina, o teor de umidade do *spray dryer* diminuiu enquanto que o tempo para reconstituição e o teor de açúcar aumentou. A maltodextrina foi adicionada ao suco para obter um pó em fluxo livre com melhor propriedade de reconstituição.

2.2.3. *Refractance window (RW)*

O processo de secagem por *refractance window*, conhecido como janela de refração é um método relativamente barato, eficiente em termos energéticos, de fácil operação e de curto tempo de secagem, do qual foi desenvolvido pelos proprietários da MCD Technologies, Inc., Tacoma, Washington, EUA e patenteada em 1986 por Magoon (**Figura 6**). É uma tecnologia inovadora, aplicada principalmente aos alimentos sensíveis ao calor, transformando líquidos, polpas, purês e fatias em produtos floculados ou na forma de pó, muito empregado nas indústrias alimentícias, farmacêuticas e cosméticas, no desenvolvendo de produtos de suplemento nutricionais, sucos, lácteos, especiarias, extratos de vegetais, molhos e pigmentos, tanto na forma concentrada como seca. É uma técnica que faz o uso indireto de temperaturas de processamento relativamente baixa, utilizando ondas infravermelhas para remoção da água, reduzindo o crescimento microbiano e mantendo as propriedades nutricionais e sensoriais em relação à cor, aroma e sabor do alimento (AZIZI et al., 2016; CELLI et al., 2016; CLARKE, 2004; JAFARI et al., 2015; KAUR et al., 2017; NINDO; TANG, 2007; OCORÓ-ZAMORA; AYALA-APONTE, 2013; ORTIZ-JEREZ et al., 2015; PAVAN; SCHMIDT; FENG, 2012; ZOTARELLI; CARCIOFI; LAURIND, 2015).

Figura 6 - Equipamento industrial do *refractance window*.



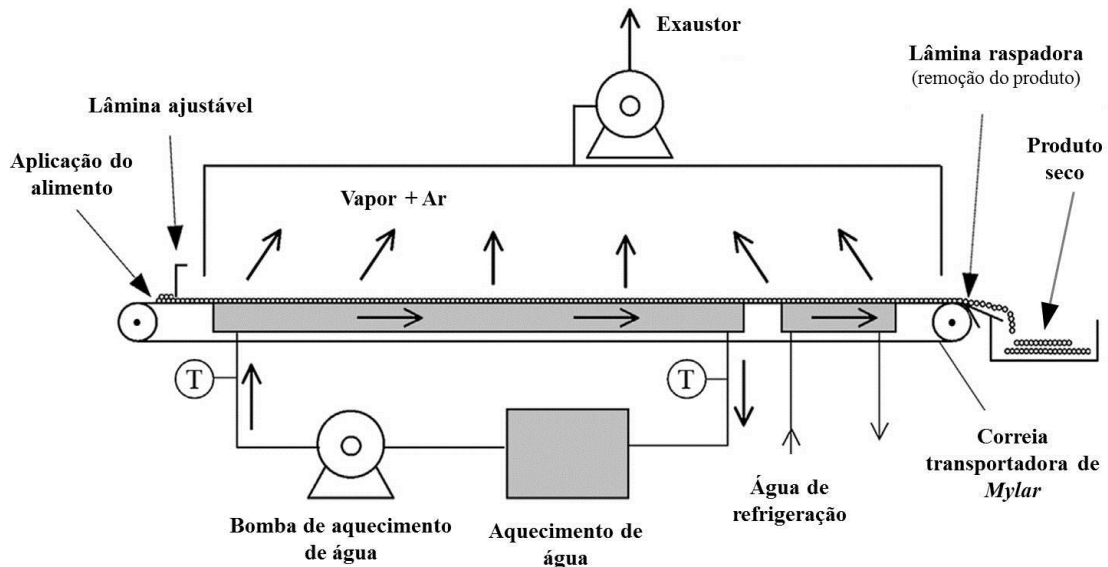
Fonte - NINDO; TANG, 2007.

2.2.3.1. Princípio de funcionamento e Características

No processo por *refractance window*, uma fina camada do material a ser seco é espalhado uniformemente em um filme plástico (poliéster), conhecido como *Mylar* (DuPont, EUA) do qual é parcialmente transparente a radiação infravermelho, esse poliéster é usado como uma correia transportadora que se movimenta sobre água quente (95 a 97 °C) circulante em um reservatório a pressão atmosférica, o *mylar* tem sua superfície inferior em contato direto com a água quente, da qual transporta energia térmica por condução e radiação para o material a ser desidratado, o calor não usado é reciclado, melhorando assim a eficiência do sistema, a medida que o material se move na correia, seu nível de umidade diminui e a janela por radiação se fecha gradativamente, devido a redução do teor de água do material, permitindo um processo de secagem brando durante o período de transição de uma ponta para a outra da correia, evitando a degradação e mantendo a qualidade do produto. Na extremidade da transportadora circula água fria para facilitar a remoção do produto da superfície do plástico através de um mecanismo de raspagem; e acima da correia encontra-se um exaustor que é usado no processo para remoção do vapor formado na superfície do alimento. Uma planta industrial do *refractance window* tem aproximadamente 6 m de comprimento por 2,4 m de largura e com velocidade de 3 m.min⁻¹. A **Figura 7** mostra um esquema de funcionamento do equipamento (ABONYI et al., 2001; BAEGHBALI; NIAKOUSARI; FARAHNAKY, 2016; CASTOLDI et al., 2015; CELLI et al., 2016; CLARKE, 2004; HERNÁNDEZ-SANTOS et al., 2016; JAFARI et al., 2015; NINDO; TANG, 2007; OCORÓ-ZAMORA;

AYALA-APONTE, 2013; ORTIZ-JEREZ et al., 2015; PAVAN; SCHMIDT; FENG, 2012; ZOTARELLI; CARCIOFI; LAURIND, 2015).

Figura 7- Modelo esquemático do *refractance window*.



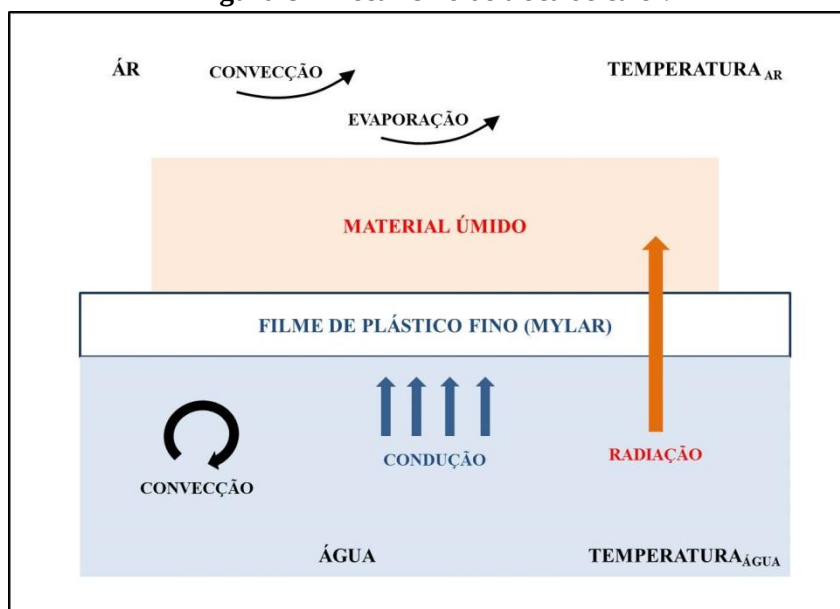
Fonte - Modificado de acordo com o modelo de BAEGHBALI; NIAKOUSARI; FARAHNAKY, 2016.

2.2.3.2. Troca de calor por convecção, condução e radiação

Durante o processo de secagem, os três modos de transferência de calor estão ativos, ocorrendo na água. A água quente circulante do reservatório transfere energia térmica para o filme de poliéster, como o *mylar* é muito fino, ele acaba atingindo a temperatura da água quente que flui por baixo, fazendo com que ocorra a troca de calor por condução; à medida que o alimento úmido é espalhado na correia transportadora de plástico, a transferência radiante ocorre, surgindo uma “janela” refrativa que se refere à passagem da radiação térmica através do poliéster, quando um material molhado está em contato com este, ou seja, como se esse o polímero não existisse, correspondendo à janela sendo aberta, fazendo com que o calor irradiado passe da água para o material úmido. À medida que o alimento seca, a janela se fecha lentamente e a transferência por condução torna-se predominante, diminuindo a radiação. A troca de calor por convecção ocorre entre água e o plástico e principalmente entre a transferência de energia térmica do alimento para o ar do ambiente, que também é responsável pelo resfriamento evaporativo do material, do qual é muito intensa e importante no consumo de energia. A **Figura 8** esquematiza as três trocas de calor ocorrendo durante o

processo secagem pelo *refractance window* (CASTOLDI et al., 2015; CLARKE, 2004; NINDO; TANG, 2007; ORTIZ-JEREZ et al., 2015).

Figura 8 - Mecanismo de troca de calor.



Fonte - Modificado de acordo com a literatura NINDO; TANG, 2007.

Alguns autores relataram o uso da secagem por *refractance window* na obtenção de alimentos desidratados, entre eles:

Castoldi et al. (2015) no estudo da produção de pó de tomate por *refractance window*, os autores expuseram que as curvas de secagem da polpa de tomate apontou que a radiação infravermelha emitida pela água quente, contribuiu para a transferência de calor durante a secagem; e que foi mais considerável na menor espessura da polpa e nas temperaturas mais altas da água, indicando que o pó de tomate com características adequadas pode ser produzido por esse método.

Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) estudaram a secagem por *refractance window* de suco de romã, eles descreveram que esse secador é um método de secagem com eficiência energética e de boa capacidade de retenção da qualidade; apresentando cor e teor total de antocianinas e atividade antioxidante do suco de romã reconstituído superior ao produto seco por pulverização.

Kaur et al. (2017) no trabalho de secagem de polpa de manga por *refractance window*, relataram que o estudo por *refractance window* usando folha de poliéster em banho de água quente demonstrou eficácia na secagem, consumo mínimo de energia, na temperatura

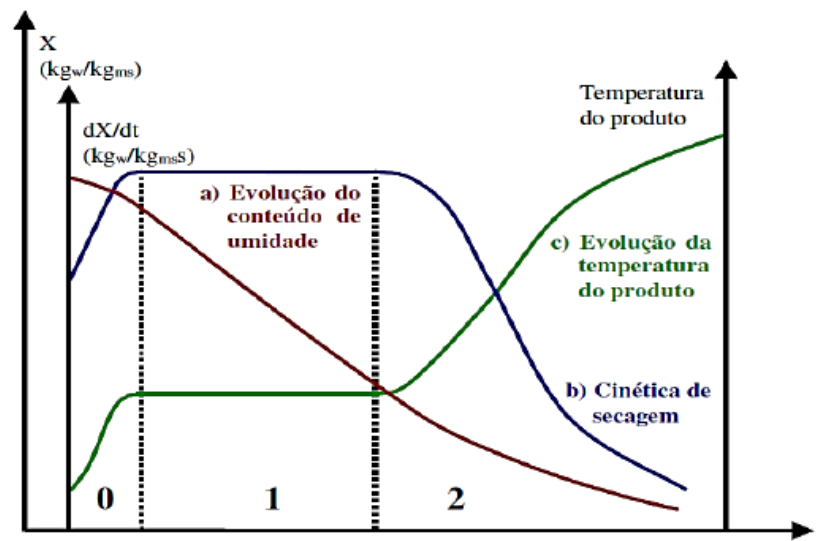
de 95 °C e um tempo muito curto de exposição do alimento, produzindo *flacks* de manga com melhor apelo visual.

Tontul et al. (2018) estudaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*. Os resultados apresentados pelos autores mostraram que os valores de fluidez, coesão, molhabilidade e solubilidade foram melhores nas amostras de pó produzidas por esse método do que as produzidas por liofilização. Além disso, eles reportaram também que a secagem por essa técnica causou redução na contagem de bactérias do iogurte em amostras de pó, essa redução foram observados em temperaturas mais altas de secagem.

2.2.4. Cinética de secagem

A perda de umidade do alimento, o controle da temperatura e a taxa de velocidade em relação ao tempo, caracterizam de forma particular as curvas do processo de secagem. A evolução da transferência de calor e de massa durante esse processo e as características específicas de cada produto são representados esquematicamente em três períodos de acordo com a **Figura 9**. A letra **(a)** representa a curva de secagem em relação ao teor de umidade em base seca (X) versus o tempo (t), do qual é estabelecida através da pesagem do produto em intervalos de tempo definido, a letra **(b)** é a curva diferenciada da letra (a), do qual descreve a taxa de velocidade (dx/dt) em relação à evolução do tempo (t) e a letra **(c)** mostra a variação da temperatura do produto medida durante o processo em relação ao tempo (t) (PARK et al., 2014).

Figura 9 - Curvas de secagem.



Fonte – PARK; YADO; BROD, 2001.

O **período 0** representa o início da secagem, onde a substância a ser seca é geralmente mais fria do que o ar, o calor é inserido no material, aumentando sua temperatura, elevando a pressão e a velocidade de secagem, essa elevação continua até que a transferência de calor equilibre a transferência de massa (água). No **período 1**, a água evapora como se estivesse livre, atingindo a temperatura do bulbo úmido, característica predominante da equivalência entre a transferência de calor e massa, a velocidade de secagem se torna constante, continuando até que a água na superfície da substância seja suficiente para acompanhar a evaporação; em materiais biológicos, esse período é complicado de existir, porque a resistência de transferência de massa se encontra no inteiro do alimento. No **período 2**, ocorre à transição da taxa constante de secagem para taxa decrescente, com redução da transferência de massa e com pouca água na superfície do material, não ocorrendo mais a compensação da troca de calor para a troca de massa, devido à redução da migração de umidade no meio interno para o meio superficial e da diminuição da pressão parcial de vapor de água na superfície da substância, fazendo com que a temperatura do material tende a temperatura do ar de secagem, alcançando a umidade de equilíbrio⁷, anulando a velocidade de secagem e finalizando o processo (CELESTINO, 2010; PARK; YADO; BROD, 2001).

⁷ Teor mínimo de umidade, quando o material é deixado tempo suficiente em determinadas condições de temperatura e umidade relativa do ar.

2.2.4.1. Modelagem matemática: Modelo Difusional

A modelagem matemática é um conjunto de equações, desenvolvidas para analisar o transporte de calor e massa, como também para controlar os sistemas de secagem de forma eficaz e precisa, permitindo dessa forma a escolha de ferramentas adequadas para o dimensionamento e desempenho de seus equipamentos, simulação e organização do processo, descrição e avaliação dos gastos de energia na realização do projeto, otimização e distribuição das variáveis de temperatura, umidade, velocidade e taxa de remoção de água, entre outros parâmetros operacionais. Cada *design* tem suas particularidades, de acordo com modelo de secador e com as especificações do produto que se deseja obter no final do processo (CASTRO; MAYORGA; MORENO; 2018; KARA; DOYMAZ, 2015; PEREA-FLORES et al., 2012; RUDOBASHTA, 2010; TZEMPELIKOS et al., 2015; VEGA-GALVEZ et al., 2010).

Vários métodos são empregados na modelagem matemática para a descrição do processo de secagem, dos quais são classificados como: (KARA; DOYMAZ, 2015; MARTINAZZO et al., 2007; MENDONÇA et al., 2015).

- **Métodos teóricos**, baseado na física fundamental da secagem, considerando os fatores e os efeitos externos e internos de energia e massa, como também as características específicas do material em relação à migração do conteúdo de água, através de mecanismos de transporte de umidade, os modelos aplicados a esse método são classificados de acordo com o fluxo hidrodinâmico e da difusão, que pode ser líquida, capilar, térmica, de vapor ou superficial (CASTRO; MAYORGA; MORENO, 2018; MARTINAZZO et al., 2007; MENDONÇA et al., 2015).
- **Métodos semiteóricos**, fundamentado na lei de Newton para o resfriamento, empregado na análise de transferência de massa, em condições supostamente isotérmicas, se limitando apenas a superfície do produto (CASTRO; MAYORGA; MORENO; 2018; MENDONÇA et al., 2015).
- **Métodos empíricos**, relacionado aos parâmetros externos, tais como temperatura, velocidade de secagem e procedência da mistura, aplicados a processos físicos adimensionais que são facilmente avaliados de forma experimental, apresentando uma relação direta entre o conteúdo de umidade e o tempo de secagem (MENDONÇA et al., 2015).

Os modelos teóricos são amplamente usados na descrição do período decrescente das curvas de secagem, principalmente em alimentos, considerando, sobretudo a difusão da umidade líquida baseada na segunda lei de Fick, da qual descreve que o fluxo de massa por

unidade de área é proporcional ao gradiente de concentração de água. A difusividade em conjunto com as condições de secagem é definida por modelos matemáticos que descrevem de maneira associada os fenômenos de transporte de massa, difundindo as curvas e avaliando os tempos de secagem do material. A **Equação 3** representa o balanço de massa de água no interior do produto de acordo com a segunda lei de Fick (CASTRO; MAYORGA; MORENO; 2018; MARTINAZZO et al., 2007; TZEMPELIKOS et al., 2015)

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \nabla \cdot (D_{ef} \cdot \nabla X) \quad (3)$$

Essa equação de Fick é simplificada, desprezando a interdifusão e considerando apenas a migração de água dentro de uma matriz fixa. Crank (1975) desenvolveu várias soluções para as equações de difusão com diferentes condições iniciais e de contorno, e com o parâmetro difusional constante, variando linearmente ou exponencialmente através do gradiente de concentração de água, limitando a sua aplicação apenas a diversas formas geométricas simples, tais como: a placa plana, os cilindros e as esferas. A **Equação 6** representa o caso de uma placa plana unidimensional de espessura $2L$, com coordenadas cartesianas (MARTINAZZO et al., 2007).

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(D_{ef} \frac{\partial X}{\partial z} \right) \quad (4)$$

Considerando as seguintes condições de contorno e inicial para a **Equação 4**:

Umidade inicial uniforme: $X(z, t) = X(z, 0) = X_0$

Umidade máxima no centro: $\left. \frac{\partial X}{\partial z} \right|_{z=0} = 0$

Umidade constante na superfície: $X(z, t) = X(L, t) = X_{eq}$

Aplicando as condições iniciais e de contorno na **Equação 5**, obtém-se a **Equação 6**:

$$\bar{X} = \frac{1}{L} \cdot \int_0^L X(z, t) dz \quad (5)$$

$$Y = \frac{\bar{X} - X_{eq}}{X_0 - X_{eq}} = \frac{8}{\pi^2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2} \exp \left[-(2i+1)^2 \cdot \pi^2 \cdot D_{ef} \cdot \frac{t}{4L^2} \right] \quad (6)$$

Onde:

D_{ef} – Difusividade efetiva ($m^2.s^{-1}$);

Y – Conteúdo adimensional de umidade;

$\bar{X}$ – Conteúdo médio de umidade ($Kg_{\text{água}} / Kg_{\text{massa seca}}$);

X_{eq} – Conteúdo de umidade de equilíbrio ($Kg_{\text{água}} / Kg_{\text{massa seca}}$);

X_0 – Conteúdo de umidade inicial ($Kg_{\text{água}} / Kg_{\text{massa seca}}$);

i – Número de termos na série;

t – Tempo (s);

L – Espessura da amostra (m);

z – Direção da transferência.

O modelo de Fick para uma placa plana foi aplicado a cinética de secagem dos dados experimentais com intuito de determinar o coeficiente difusional e definir os melhores parâmetros para o processo de secagem do material em estudo. Vários trabalhos foram reportados na literatura aplicando o modelo difusional, entre eles:

Park, Yado e Brod (2001) no estudo da secagem de pera bartlett (*Pyrus sp.*) em fatias, onde eles observaram o aumento da difusividade com aumento da temperatura do ar de secagem, obtendo valores difusional variando entre $5,56 \times 10^{-9}$ até $1,37 \times 10^{-8} m^2.s^{-1}$.

Martinazzo et al. (2007) no estudo da análise e descrição matemática da cinética de secagem de folhas de capim-limão, os autores relataram que o coeficiente de difusão aumentou de acordo com a elevação da temperatura do ar de secagem, apresentando resultados entre $1,20 \times 10^{-11}$ a $4,00 \times 10^{-12} m^2.s^{-1}$.

Perea-Flores et al. (2012) estudaram a modelagem matemática da cinética de secagem de sementes de mamona (*Ricinus communis*) em leito fluidizado a altas temperaturas, mostrando que o modelo de difusão obteve melhor ajuste para cinética de secagem em comparação com os outros modelos testados, obtendo um maior coeficiente de

difusividade efetiva com o aumento da temperatura do ar e consequentemente diminuição do tempo de secagem, com valores de difusividade variando de $8,21 \times 10^{-10}$ a $2,61 \times 10^{-9} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$.

Kara e Doymaz (2015) na determinação da difusividade da umidade efetiva e modelagem matemática de curvas de secagem de bagaço de maçã, calcularam a difusividade efetiva de umidade a partir da segunda lei de Fick, cujos valores variaram entre $1,22 \times 10^{-10}$ e $4,29 \times 10^{-10} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$, sobre a faixa de temperatura, ocorrendo um aumento da difusividade com o aumento da temperatura.

Aral e Bese (2016) na secagem convectiva de frutos do espinheiro (*Crataegus spp.*): efeito de parâmetros experimentais na cinética de secagem, cor, encolhimento e capacidade de reidratação, determinaram os valores do coeficiente de difusão efetiva entre $2,34 \times 10^{-10}$ e $2,09 \times 10^{-9} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ em condições experimentais, relataram que a difusividade aumentou com o aumento da velocidade e temperatura do ar e o tempo de secagem diminuiu, formando uma estrutura mais porosa no espinheiro seco.

2.2.5. Isotermas de adsorção de vapor

As isotermas são parâmetros de grande relevância na otimização do processo de secagem de materiais alimentícios, seu entendimento é de fundamental importância para prever a qualidade e a estabilidade física, química e microbiológica do produto durante o processo de armazenamento, é uma análise relativamente fácil, executada em laboratórios analíticos para determinar o teor de umidade e atividade de água, como também para avaliar a interação dessas variáveis com os componentes do alimento (CAPARINO et al., 2013; DUPAS-LANGLET et al., 2016; MOREIRA, et al., 2008; MUZAFFAR; KUMAR, 2016; PAVAN; SCHMIDT; FENG, 2012; SORMOLI; LANGRISH, 2015).

São denominadas de curva de dessorção quando o produto inicial é úmido e atinge o equilíbrio com ar pela perda de água (desidratação) e curva de adsorção quando o produto inicial está seco e atinge o equilíbrio com ar pelo ganho de umidade (hidratação). Essas curvas são usualmente referidas de sorção; e a diferença do teor de água de equilíbrio e a defasagem entre elas, é denominado de histerese, que ocorre devido a diferentes fatores, tais como a condensação capilar, impurezas na superfície, mudança de fase e na estrutura física do material (CELESTINO, 2010; JANGAM; LAW; MUJUMDAR, 2010; OLIVEIRA et al., 2014; STAUDT et al., 2013; TALLA et al., 2005).

Para determinar as isotermas de adsorção, vários métodos podem ser utilizados, dos quais são denominados de métodos gravimétricos, que é feito de forma contínua ou periódica

em sistemas dinâmicos e estáticos, avaliando as mudanças de massa; os métodos manométricos que envolvem o uso de manômetros extremamente sensíveis, empregado para medir a pressão de vapor de água em equilíbrio com o alimento, analisando o conteúdo específico de umidade; e os métodos higrométricos que medem a umidade relativa do ar ao redor do material alimentício em relação ao teor de umidade (JANGAM; LAW; MUJUMDAR, 2010).

2.2.5.1. Modelagem matemática: Modelo de cinética exponencial paralela

As curvas de um material podem ser expressas por diferentes correlações matemáticas, baseados em critérios teóricos ou puramente empíricos, relacionando de forma dependente os parâmetros de temperatura, umidade relativa do ar, teor de água ou umidade de equilíbrio. Diversos modelos são relatados na literatura para descrever as isotermas de adsorção em produtos alimentares, entre eles as equações de *Langmuir*, *Peleg*, *Henderson*, o modelo de BET que é baseado em uma camada absorvida de água, o de GAB que é relacionado à multicamada e ao filme condensado, o de *Halsey* que é o modelo semi-empírico e os modelos puramente empírico de *Oswin*, *Smith* e o de cinética exponencial paralela (PEK), usado recentemente em alguns trabalhos literários para o estudo das isotermas de adsorção de vapor, do qual fornece ajustes adequados para as curvas de adsorção de vapor de água de alimentos, materiais farmacêuticos e fibras de celulose natural ou regenerada (BENSEBIA; ALLIA, 2016; HILL; NORTON; NEWMAN, 2010; MUZAFFAR; KUMAR, 2016; OLIVEIRA et al., 2014).

O modelo PEK está relacionado a dois mecanismos distintos denominados de processos de sorção rápida e lenta, possuindo tempos característicos e conteúdos de umidades associados a cada um deles. O mecanismo rápido é atribuído a um modelo de difusão de transferência de massa de força motriz linear e o modelo lento a um procedimento cinético de relaxamento limitado. A **Equação 7** do modelo de PEK é um duplo exponencial de fórmula: (HILL; NORTON; NEWMAN, 2010; XIE et al., 2011; ZAIHAN et al., 2010):

$$Y = y_0 + A_1[1 - \exp(-t/t_1)] + A_2[1 - \exp(-t/t_2)] \quad (7)$$

Onde:

Y é o conteúdo de umidade após o tempo infinito de exposição da amostra a uma constante de umidade relativa;

y_0 é o conteúdo de umidade da amostra no tempo zero;

t_1 e t_2 são os tempos característicos da cinética de sorção composto por dois termos exponenciais que representam um processos rápido e outro lento;

A_1 e A_2 são os conteúdos de umidade no tempo infinito associados aos processos rápido e lento, respectivamente.

Os dados experimentais das isotermas de adsorção de vapor do material em estudo foram ajustados ao modelo de cinética exponencial paralela, com intuito de verificar se experimentalmente a umidade de equilíbrio foi alcançado, parâmetro esse, relevante principalmente no armazenamento e vida de prateleira do produto. Vários trabalhos foram relatados na literatura aplicando o modelo PEK, entre eles:

Kohler et al. (2006) estudaram um novo modelo cinético para isotermas de sorção de água de materiais celulósicos, eles expuseram que o modelo PEK provou ser consistentemente aplicável para adsorção e dessorção em toda a faixa de umidade e também para todas as fibras de celulose testadas, e que o modelo é especialmente útil para uma distinção mais clara de diferentes tipos de fibra ou modificações e pode ser usado com sucesso para uma caracterização de fibra estendida.

Hill, Norton e Newman (2010) estudaram o comportamento de sorção de vapor de água de Fibras de Linho usando o modelo de cinética exponencial paralela, eles relataram que a adsorção de vapor de água e dessorção fora da parede celular de fibras de linho foram descrito com precisão pelo modelo PEK.

Xie et al. (2011) no estudo do comportamento dinâmico de sorção de vapor de água de fibras naturais e análise cinética usando o modelo de cinética exponencial paralela, relataram que o modelo PEK pode ser usado para ajustar com precisão as medições experimentais.

Zaihan (2011) no estudo da cinética de sorção de vapor de água usando o modelo de cinética exponencial paralela em seis madeiras da Malásia, os autores relataram que ajustes dos dados experimentais ao modelo PEK foram excelentes.

Popescu et al. (2015) estudaram as propriedades de sorção de equilíbrio e dinâmica de vapor de água do biocarvão derivado da madeira de macieira, os autores mostraram que a cinética de sorção de vapor de água da madeira, celulose e fibras naturais obedeceram ao modelo cinético exponencial paralelo, fornecendo ajustes precisos dos dados cinéticos de sorção.

2.3. CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA

As Análises físico-químicas são aplicadas a uma diversidade de materiais, com intuito de analisar e definir esse material, os parâmetros do processo de produção e os fenômenos que influenciam no seu comportamento. São ensaios necessários para determinação de um produto com padrões de qualidade e valor agregado, fornecendo informações relevantes para o manuseio, o uso e a sua comercialização dentro dos padrões estabelecidos pela ANVISA⁸.

2.3.1. Potencial hidrogeniônico (pH)

O pH é um parâmetro denominado de potencial de hidrogênio ou hidrogeniônico usado em análises físico-química para determinar a acidez, neutralidade ou alcalinidade (básica) de uma solução aquosa, o H está relacionado ao íon de hidrogênio (H^+) e o p vem do alemão *potenz*, que significa poder de concentração, representado matematicamente pelo logaritmo de base 10 do íon hidrogenado, conforme a **Equação 8** (MAGRI, 2015).

$$pH = -\log_{10}(H^+) \quad (8)$$

Para proceder com a medição do pH de uma substância é necessário um prévio entendimento do conceito de ácido e base. De acordo com dados literários, ácidos são substâncias ionizadas que libera o íon (H^+) em soluções aquosas e bases são substâncias separadas iônica, gerando o ânion (OH^-)⁹, para determinar a acidez, neutralidade ou basicidade de um determinado material é necessário fazer o uso de uma escala de pH com variação de 0 a 14, formulada a parti de cálculos matemáticos para estabelecer a concentração de íons presentes na solução em análise. Substâncias com valores de pH abaixo de 7 são qualificadas como ácidas, acima de 7 são consideradas alcalinas e igual a 7 são classificadas como neutras (MAGRI, 2015).

Vários fatores tornam a determinação do pH relevante para alimentos, tais como: a deterioração do mesmo a parti do crescimento de microrganismos, atividades enzimáticas, retenção de aroma e sabor de produtos processados a partir de frutas, escolha de aditivos e

⁸ Agência Nacional de Vigilância Sanitária

⁹ Hidroxila ou oxidrila.

embalagem adequadas para o processamento e armazenamento de alimentos (CHAVES et al., 2004).

Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2004) no estudo do armazenamento da polpa de acerola em pó a temperatura ambiente, obtiveram pH para o pó processado nos valores médios entre 3,7 e 3,8, os autores compararam o pH da polpa antes da secagem e verificaram que após a transformação em pó ocorreu aumento de aproximadamente 27%.

Santos et al. (2014) no estudo da avaliação físico-química e comportamento higroscópico de goiaba em pó obtida por *spray dryer*, obtiveram pH da polpa integral e do pó, respectivamente, 3,76 e 3,88, indicando que esses valores se encontravam, do ponto de vista da tecnologia de alimentos em uma faixa segura em relação ao desenvolvimento microbiano.

Rocha et al. (2014) na obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem, determinaram pH para o suco integral e o pó processado na faixa de 3,92 e 3,88, confirmando a estabilidade do produto processado em relação ao desenvolvimento e a proliferação dos microrganismos.

Baeghballi, Niakousari e Farahnaky (2016) na Secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, encontraram pH para o pó processado no valor de 3,53, ligeiramente maior do que o suco natural de romã que se encontrava na faixa de 2,93 e 3,20, os autores atribuíram esse aumento a presença de goma arábica no pó.

Tontul et al. (2018) no estudo das propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, encontraram valores de pH das amostras de iogurte utilizados na produção de pós de iogurte na faixa de 4,62 e 4,68; e os valores de pH dos pós de iogurte produzidos por secagem por *refractance window*, mostraram-se muito próximos uns dos outros, com um valor em torno de 4,13 e 4,14, respectivamente.

2.3.2. Densidades

A densidade é uma propriedade física de grande importância na qualidade e distribuição do tamanho das partículas, na determinação indireta da porosidade e morfologia das amostras e está diretamente relacionado à facilidade de reconstituição, fluidez, embalagem, armazenamento e transporte de alimentos em pó. Produtos desidratados com alta densidade podem ser armazenados em recipientes menores do que com baixa densidade, reduzindo custos de envio e transporte (FRANCO et al., 2016; JUNIOR, 2014; SANTANA, 2005; TONTUL et al., 2018; TONTUL; TOPUZ, 2017).

2.3.2.1. Densidade Bulk

A densidade bulk é conhecida comumente como densidade aerada ou “solta”, caracterizada pelo volume ocupado por uma massa de produto específico, do qual é derramado livremente pela ação da gravidade por meio de um funil, em proveta graduada até obter o volume composto por partículas e espaços vazios, sem perturbação ou alteração do empacotamento. Geralmente as partículas não estão em contato direto umas com as outras, encontrando-se separadas por um pequeno filme de ar. A densidade aerada é determinada pela razão entre a massa de partículas e o volume do leito (ABDULLAH; GELDART, 1999 CAMPOS, 2012; LIMA, 2013).

Goula e Adamopoulos (2010) no estudo de uma nova técnica para a secagem por *Spray dryer* de suco de laranja concentrado determinaram que as densidade bulk dos pós de laranja variaram de 0,14 a 0,41 g.mL⁻¹, os autores relataram que a densidade bulk diminuiu com aumento da concentração da maltodextrina e da temperatura do ar de admissão, uma vez que as taxas de evaporação são mais rápidas e os produtos secam para uma estrutura mais porosa ou fragmentada; com o aumento do equivalente de dextrose da maltodextrina, a densidade bulk aumentou, devido ao fato que quanto maior a dextrose, menor a temperatura de transição vítrea.

Fazaeli et al. (2012) no estudo do efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, relataram que a densidade do pó de amora preta variou de 0,35 a 0,55 g.mL⁻¹ e que o aumento na temperatura do ar de entrada causou uma redução na densidade bulk do pó de amora preta seca por pulverização. Os autores explicam que em temperaturas muito altas, com taxas de evaporação mais rápidas, os produtos secam para uma estrutura mais porosa ou fragmentada, implicando numa menor contração das gotículas e, portanto, numa menor densidade do pó. Eles relataram também que a densidade bulk diminuiu com o aumento na concentração de agente veicular, atribuindo esse fato ao menor teor de umidade dos produtos ou ao maior ar aprisionado nas partículas, uma vez que a maltodextrina é um material formador de pele; e que o aumento no equivalente da dextrose da maltodextrina levou a um aumento na densidade bulk, isso pode ser atribuído ao fato de que quanto maior a dextrose, menor a temperatura de transição vítrea e, conseqüentemente, menor o valor de Tg e mais pegajosa é a mistura.

Santhalakshmy et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, obtiveram densidade bulk para o pó de sumo de jamun a uma temperatura de admissão de 155 °C de

0,29 g.mL⁻¹ e a uma temperatura de 150 °C de 0,24 g.mL⁻¹, os autores relataram que o pó de sumo de jamun produzido a diferentes temperaturas de entrada mostrou uma diferença não significativa na densidade bulk e que quanto menor essa densidade, mais ar ocluído dentro dos pós e, portanto, maior possibilidade de oxidação do produto, menor estabilidade no armazenamento e maior volume para embalagens.

Sousa et al (2015) na produção e caracterização da polpa de atemoia em pó pelo processo de secagem por aspersão, determinaram valores de densidade bulk do pó coletado na câmara de 0,458 g.mL⁻¹ e coletado no ciclone de 0,561 g.mL⁻¹, de acordo com os autores os resultados foram estatisticamente diferentes entre si pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

Tontul et al (2018) no estudo das propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, encontraram valores de densidade bulk em diferentes temperaturas variando na faixa de 0,56 a 0,62 g.mL⁻¹ e para diferentes espessuras 0,63 e 0,54 g.mL⁻¹, os autores relataram que a temperatura de secagem e a espessura de espalhamento tiveram efeitos significativos nas densidades, com valores maiores de densidades bulk para a temperatura de 70 °C e espessura de 1 mm.

2.3.2.2. Densidade tapped

A densidade tapped é determinada pela compactação de forma forçada das partículas, obtida pela relação entre a massa conhecida e o volume compactado da amostra por meio de processo uniformizado de impactos através de batidas até que seu volume seja constante (LIMA, 2013).

Medeiros e Lannes (2010) estudaram as propriedades físicas de substitutos do cacau, encontrando valores de densidade tapped, variando de 0,51 a 0,69 g.mL⁻¹ para diferentes substitutos do cacau, concluindo que a densidade tapped variou de acordo com natureza do material.

Caparino et al. (2012) no estudo do efeito dos métodos de secagem nas propriedades físicas e microestruturas de manga (*Philippine 'Carabao' var.*) em pó, mostraram que para todos os métodos de secagem, a densidade tapped do pó de manga aumentou, atribuindo esse fato à diminuição nos vazios de partículas menores com maiores áreas de superfície de contato por unidade de volume.

Santhalakshmy, et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, obtiveram

uma maior densidade tapped para amostra de $0,48 \text{ g.mL}^{-1}$ a uma temperatura de entrada de 145°C e menor densidade tapped de $0,38 \text{ g.mL}^{-1}$ a uma temperatura de 160°C , apresentando diferença significativa ($p \leq 0,05$). Os autores relataram que com menor teor de umidade, o pó de suco jamun foi mais compactado, isso ocorreu principalmente com menores taxas de alimentação, temperaturas de entrada e pressão de atomização maior.

Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) na Secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, relataram que a amostra, apresentou uma estrutura menos compactada formada no tubo de medição, com menor densidade tapped por causa da forma em flocos de suas partículas, no secador por pulverização a densidade tapped foi maior por causa da estrutura fina da amostra.

Tontul et al. (2018) estudaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, encontrando valores de densidade tapped em diferentes temperaturas variando na faixa de $0,66$ (50°C) a $0,70$ (70°C) g.mL^{-1} e para diferentes espessuras $0,71$ (1 mm) e $0,62$ ($0,5 \text{ mm}$) g.mL^{-1} , os autores relataram que as maiores densidade tapped das amostras secas no *refractance window* a 70°C poderiam estar relacionadas com a formação de crosta resistente à umidade.

2.3.2.3. Densidade partícula

A densidade partícula é determinada pelo deslocamento de um fluido, através da picnometria líquida ou gasosa. No primeiro método as partículas são imersa numa quantidade de solvente que pode ser água, hexano ou tolueno, a escolha do solvente adequado vai depender da interação entre o sólido e o líquido com intuito de evitar que este seja absorvido, geralmente essa técnica é aplicada a sólidos não porosos. O segundo método se baseia no princípio de Arquimedes de deslocamento, em que o gás, geralmente hélio, é capaz de penetrar em todos os poros das partículas (LIMA, 2013; SANTANA, 2005).

Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2002) no estudo da caracterização e das isotermas de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó, obtiveram valor de densidade partícula do pó pela secagem em leio de jorro de $1,31 \text{ g.mL}^{-1}$.

Oliveira, Figueirêdo e Queiroz (2006) fizeram uma análise comparativa de polpas de pitanga integral, formulada em pó, obtendo densidade partícula das amostras no valor de $1,19$ e $1,38 \text{ g.mL}^{-1}$, eles constataram que os valores médios da densidade das duas amostras de pitanga em pó, diferiram estatisticamente a 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Santhalakshmy, et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, obtiveram densidade partícula para amostras em diferentes temperaturas de secagem variando de 5,17 a 5,23 g.mL⁻¹.

Sousa et al. (2015) na produção e caracterização da polpa de atemoia em pó pelo processo de secagem por aspersão, obtiveram valores de densidade partícula do pó coletado na câmara de 1,26 g.mL⁻¹ e coletado no ciclone de 1,42 g.mL⁻¹, os autores relataram que os valores foram diferentes estatisticamente entre si, de acordo com o teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

Islam et al. (2017) no estudo dos efeitos da micro moagem úmida e secagem a vácuo sobre as propriedades físico-químicas e antioxidantes do suco de laranjeira (*Citrus unshiu*), obtiveram valores de densidade partícula variando de 3,52 a 5,24 g.mL⁻¹, os autores relataram que as densidades dos pós diferiram significativamente entre si ($p \leq 0,05$).

2.3.3. Porosidade

A porosidade é caracterizada pela fração volumétrica de vazios presentes em um material, representando a razão do volume de poro e do volume granular, é um parâmetro inversamente proporcional à densidade, determinada a parti da relação entre a densidade de partícula e densidade tapped (FRANCO et al., 2016; ISLAM et al., 2017 SANTANA et al, 2012).

A porosidade do pó desempenha um papel importante na reidratação e degradação durante o armazenamento de alimentos em pó, quanto menor a porosidade menor a degradação, pois apresenta menor numero de vazios implicando numa menor quantidade de oxigênio. (FRANCO et al., 2016; ISLAM et al., 2017).

Caparino et al. (2012) no estudo do efeito dos métodos de secagem nas propriedades físicas e microestruturas de manga (*Philippine Carabao var.*) em pó, relataram que a porosidade diminui com a diminuição do tamanho de partículas e com o aumento da densidade; apresentando valores para o pó de manga seco por *refractance window* variando aproximadamente de 18% para partículas com tamanho de 180 µm a 25% para partículas com tamanho 500 µm, exibindo baixa porosidade em comparação com pó de manga pulverizado com aproximadamente 50% de porosidade para partículas com 350 µm, atribuindo esse maior valor de porosidade na secagem por *spray dryer* a adição de maltodextrina.

Santhalakshmy, et al. (2015) estudaram o do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, os autores relataram que os valores de porosidade não mostraram diferença significativa ($p>0,05$) entre as amostras de pó, variando de 90,77 a 92, 60%.

Sousa et al. (2015) estudaram a produção e caracterização da polpa de atemoia em pó pelo processo de secagem por aspersão, apresentando valores de porosidade coletado na câmara e no ciclone de secagem de 63,69% e 60,45%, os autores relataram que a câmara de secagem apresentou maior porosidade devido a existência de mais espaços vazios e maior solubilidade, mostrando ser mais solúvel que o pó coletado no ciclone.

Franco et al. (2016) estudaram os efeitos da secagem por espuma nas propriedades físico-químicas e microestruturais do pó de suco de yacon, encontrando valores de porosidade de 41,3 e 46,1% para os pós de suco de yacon e entre 56,7 e 60,6% para os pós de suco de yacon concentrado, os autores relataram que a porosidade foi afetada pelas condições de secagem empregada.

Islam et al. (2017) estudaram os efeitos da micro moagem úmida em secagem a vácuo sobre as propriedades físico-químicas e antioxidantes do suco de laranja (*Citrus unshiu*), os autores obtiveram valores de porosidade variando de 86,30 a 86,69%, mostrando que esses valores não foram estatisticamente significativo ($p>0,05$).

2.3.4. Solubilidade

A solubilidade avalia o comportamento do pó numa solução aquosa, indicando a capacidade do pó de se misturar com água, formando uma solução homogênea, ou seja, é uma mistura composta de partículas dissolvidas em um líquido. O termo solubilidade não está exclusivamente relacionado a produtos que contém apenas substâncias solúveis, mas também alguns constituintes insolúveis, como proteínas de dimensões coloidais e gorduras. (FRANCO et al., 2016; TONTUL; TOPUZ, 2017; VISSOTTO et al., 2006).

Existem duas técnicas aplicadas à determinação da solubilidade, as que aferem a quantidade de material dissolvido e as que avaliam a quantidade de matérias insolúveis. A segunda categoria engloba testes mais sensíveis e envolvem etapas de mistura, homogeneização de quantidade conhecida da amostra e da água em temperatura controlada, centrifugação ou repouso da solução, separação do sobrenadante, secagem e pesagem do resíduo (VISSOTTO et al., 2006).

A solubilidade pode ser influenciada pelo processo de secagem, pelo tempo de processo, pela temperatura, pelas propriedades das matérias primas, pelos materiais de suporte e também pelas próprias características do pó, tais como, teor de umidade, tamanho e morfologia das partículas, quanto mais amorfo mais solúvel o pó. Uma maior solubilidade é desejável quando se utiliza o pó como aditivo na formulação de diferentes produtos, pois é necessário um produto com ótimas qualidades de reidratação (CASTOLDI, et al., 2015; TONTUL; TOPUZ, 2017; VISSOTTO et al., 2006).

Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, obtendo valores de solubilidade de aproximadamente 76% para uma concentração de 8% de maltodextrina, 78% para uma concentração de 12% de maltodextrina e 80% para uma concentração de 16% de maltodextrina, todos os valores obtidos a uma temperatura de 110 °C, os resultados mostram que a concentração aumentada do agente transportador causou um aumento na solubilidade do pó, os autores atribuíram esse ocorrido ao fato de que a maltodextrina tem alta solubilidade em água e é usada principalmente no processo de secagem por aspersão devido às suas propriedades físicas.

Santhalakshmy, et al. (2015) estudaram o do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, os autores relataram que na temperatura de 160 °C a amostra apresentou maior solubilidade de 99,67%, enquanto na temperatura de 140 °C a amostra apresentou menor solubilidade de 87, 67%, indicando que a solubilidade aumentou com o aumento da temperatura.

Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) na secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, determinaram valores de solubilidade 92,9% do pó seco pelo *refractance window*, 93,5% pelo *spray dryer* e 89,1% pela secagem por liofilização, os autores observaram que não houve diferença significativa na solubilidade dos pós obtidos a parti do secador por *refractance window* e do secador por pulverização ($p>0,05$), porém a solubilidade dos pós liofilizados foi significativamente menor, eles relataram que provavelmente esse fato ocorreu devido ao teor de umidade relativamente alto da amostra liofilizada, fazendo com que as partículas se colem umas às outras.

Castoldi et al. (2015) na produção de pó de tomate por secagem por *refractance window*, relataram que os valores de solubilidade observados para o pó de tomate produzido com espessura de 3 mm da polpa espalhada no secador não apresentaram diferenças significativas ($p>0,1$) para as temperaturas avaliadas, porém os valores de solubilidade do tomate em pó produzido nessa espessura foram menores (87,11 a 89,31%) do que os

produzidos com espessura de 2 mm (de 90,54 para 94,76%), exceto pelo processo realizado com circulação de água a 85 °C, os autores explicaram que a polpa com 3 mm de espessura foi submetida a uma exposição mais prolongada às condições de secagem, o que influenciou a formação da matriz sólida, particularmente sua morfologia, densidade e consequentemente sua solubilidade.

Franco et al. (2016) estudaram os efeitos da secagem por espuma nas propriedades físico-químicas e microestruturais do pó de suco de yacon, encontrando valores de porcentagem da solubilidade acima de 80 g/100 g de água para o suco de yacon em pó, os autores relataram que a boa solubilidade do suco seco obtida no trabalho pode ser atribuído à quantidade significativa de carboidratos, proteínas e menor nível de lipídios em sua composição e também ao baixo teor de umidade dos pós, uma vez que quanto menor o teor de umidade, menos pegajoso é o produto final.

2.3.5. Ângulo de repouso

Partículas sólidas quando transportadas, tratadas ou estocadas podem formar um amontoado devido à atuação de forças internas, as características pautada a esse monte é o ângulo de repouso, do qual está relacionado à fluidez dessas partículas, definido como uma inclinação mais acentuada das amostras não confinada, medido a partir do plano horizontal do qual o material é acomodado (AL-HASHEMI; AL-AMOUDI, 2018; CAMPOS, 2012).

A escolha do método para a medição do ângulo de repouso vai depender do tipo de substância e de sua aplicação, o mais usado é o método do funil fixo, do qual a amostra é derramada em um funil a certa altura sobre uma base definida, o funil é fixo ou levantado lentamente para que ocorra a formação da estrutura cônica do material despejado, com intuito de minimizar o efeito das partículas em queda. O vazamento das amostras é interrompido quando o material atinge uma altura ou largura predeterminada, então, o ângulo de repouso é medido pela regra da tangente inversa (arcotangente) na qual o raio médio do formato cônico e da altura máxima das partículas amontoadas são medidas. (MEDEIROS et al., 2001; AL-HASHEMI; AL-AMOUDI, 2018).

Numerosos fatores podem afetar o ângulo de repouso, tais como tamanho e forma do grão, densidade, teor de umidade, massa e morfologia do material, altura de vazamento e adição de solventes. O ângulo de repouso é uma medida importante na reconstituição do pó, pois durante a hidratação da amostra, as moléculas de água tende a reduzir a coesividade entre as partículas, permitindo uma penetração mais rápida da água, portanto, pós que apresentam

ângulo de repouso alto tende a exibir maior dificuldade para se incorporar com água (AL-HASHEMI; AL-AMOUDI, 2018; MEDEIROS; LANNES, 2010).

Sólidos particulados com até 35° de ângulo de repouso possuem boa fluidez, os de 35 a 45° possuem propriedades de escoamento livre, acima de 50° apresentam coesividade ou problemas de escoamento (ASTOLFI-FILHO et al., 2005; MEDEIROS; LANNES, 2010).

Medeiros et al. (2001) estudaram a escoabilidade de leitos de partículas inertes com polpa de frutas tropicais em leito de jorro, eles mostraram que os ângulos de repouso dos leitos com adição de água e de polpa aumentaram, diminuindo a escoabilidade das partículas, os autores relataram que para a amostra com a polpa de acerola, todos os inertes estudados apresentaram maior ângulo de repouso variando de aproximadamente de 40 a 50°.

Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2002) no estudo da caracterização e isoterma de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó, determinaram o ângulo de repouso de 47,22° para o pó de acerola, eles relataram que o ângulo de repouso foi afetado pela alta higroscopicidade do pó, que ao absorver rapidamente umidade do ambiente no momento dos ensaios, apresentou aderência entre partículas e entre a superfície do funil por onde se fez passar o material, diminuindo as condições de fluidez, acarretando bloqueio na saída do funil e diminuindo o escorregamento entre partículas.

Astolfi-Filho et al. (2005) no estudo da encapsulação de Suco de maracujá por co-cristalização com sacarose, determinaram ângulo de escoamento para todas as amostras em torno de 30°, considerado esse valor tecnicamente adequado.

Medeiros e Lannes (2010) estudaram as propriedades físicas de substitutos do cacau, obtendo um ângulo de 45° para cacau e compostos de cacau 44°, ambos apresentaram pouco coesivos, para as demais formulações de substitutos do cacau os ângulos de repouso foram acima 50°, apresentando coesividade, os autores relataram que os pós com ângulo de repouso alto, ‘mergulham’ com mais dificuldade quando colocados na superfície de líquidos, graças a sua coesividade inerente.

Nunes et al. (2014) estudaram a determinação do ângulo de repouso, volume unitário, eixos ortogonais e esfericidade de trigo, apresentando ângulo de repouso variando de 17,75 a 20,86° para diferentes variedades de trigo, os autores relataram que os menores ângulos das sementes de trigo ocorreram em grãos esféricos, grandes, lisos, sadios, íntegros, limpos e secos.

2.3.6. Umidade

O teor de umidade é um parâmetro essencial na obtenção de um processo de secagem eficiente e na caracterização do produto final, é um dos principais responsáveis pela deterioração de alimentos frescos e processados, do qual representa a composição da água livre em um sistema alimentar. A determinação do conteúdo de umidade pode ser realizada através de métodos diretos, no qual se baseia no registro de perda de massa ocorrida na amostra durante ou depois o processo de secagem e métodos indiretos do qual utiliza medidores de umidade calibrados para cada tipo de produto. (FAZAELI et al., 2012; LUIZ, 2012; SANTHALAKSHMY, et al., 2015).

O teor de umidade de um produto desempenha um papel fundamental na determinação de sua fluidez e viscosidade, devido ao efeito de transição vítrea e comportamento de cristalização, é uma análise importante na estabilidade, qualidade e composição do alimento, podendo afetar a estocagem, o armazenamento, a embalagem e o processamento. Segundo dados literários produtos com teor de umidade inferior a 5% são classificados como microbiologicamente seguros e podem ser armazenados em longo prazo (SANTANA, 2005; SANTHALAKSHMY; et al., 2015; TONTUL; TOPUZ, 2017).

Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, mostrando que os resultados de teor de umidade dos pós secos por pulverização diminuiu com o aumento da temperatura do ar de entrada e com aumento da concentração do agente carreador, os autores explicam que em temperatura de entrada mais alta, a taxa de transferência de calor para a partícula é maior, fornecendo maior força motriz para a evaporação da umidade; e que concentrações adicionais de auxiliares de secagem resultaram em um aumento nos sólidos de alimentação, reduzindo a umidade total para evaporação. Foram encontrados valores de umidade variando de aproximadamente 1,5 a 2,5%.

Oberoi e Sogi (2015) estudaram o efeito de métodos de secagem e concentração de maltodextrina no teor de pigmentos do suco de melancia em pó, relatando que o teor de umidade do suco de melancia em pó seco foi diminuído com o aumento da maltodextrina de 3% (3,39% de umidade) para 10% (2,24% de umidade), atribuindo o fato do baixo teor de umidade do pó em maltodextrina mais elevada, ao aumento nos sólidos totais da alimentação antes da secagem por pulverização e, assim, reduzindo a quantidade de água por evaporação.

Santhalakshmy, et al. (2015) estudaram o do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, os autores

obtiveram teor de umidade do suco de jamum variando de 3,22 a 4,18%, relatando que esses valores é suficiente para tornar o alimento em pó microbiologicamente seguro e que o teor de umidade dos pós aumentou com aumento da temperatura de entrada, atribuindo esse fato a formação de crosta na superfície da gota.

Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) na secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, obtiveram valores de umidade dos pós seco por liofilização de 8,5%, pelo *refractance window* de 5,38% e por pulverização de 2,92%, os autores relataram que o maior teor de umidade das amostras liofilizadas foi provavelmente devido ao curto período de tempo do processo.

Tontul et al. (2018) estudaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, os autores relataram que as amostras de iogurte foram secas até o teor de umidade ser inferior a 8% em todas as experiências. O teor de umidade das amostras de pó de iogurte produzidas por secagem RW variou entre 6,2 e 7,4%, e para amostras de pó liofilizadas foram determinados como 8,3%.

2.3.7. Atividade de água (A_w)

A atividade de água (A_w) é expressa pela relação entre a pressão de vapor da água do alimento e a pressão de vapor da água pura na mesma temperatura. É um parâmetro de elevada importância na vida útil e na determinação da estabilidade química e física dos produtos alimentícios. (CAPARINO et al., 2013; SANTANA, 2005).

A atividade água é medida a partir de um medidor eletrônico, do qual determina o teor de água livre no sistema alimentar. A alta atividade de água na amostra indica elevada quantidade de água livre disponível para reações de deterioração, portanto reflete no menor prazo de validade para o produto. Dados literários relatam que pós com atividade de água inferior a 0,6 são considerados microbiologicamente e quimicamente seguros, apesar da correlação existente entre o teor de umidade e a atividade de água de um alimento, porém essa associação não precisa está vinculada sempre (SANTHALAKSHMY et al, 2015; SOUSA et al., 2015; TONTUL; TOPUZ, 2017).

Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, obtendo valores de atividade de água dos pós variando de 0,15 a 0,32, considerando os resultados microbiologicamente estável.

Oberoi e Sogi (2015) estudaram o efeito de métodos de secagem e concentração de maltodextrina no teor de pigmentos do suco de melancia em pó, os autores reportaram que os valores de atividade água do pó de melancia variaram de 0,28 para 3% de maltodextrina a 0,15 para 10%, mostrando que atividade de água do pó seco por pulverização diminuiu com o aumento da maltodextrina e que a atividade de água variou significativamente ($p \leq 0,05$) ao nível de maltodextrina pelo teste de comparação múltipla de Tukey.

Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, os autores mostram que todas as amostras de pó apresentaram valores de atividade de água abaixo de 0,30, apresentando boa estabilidade. As atividades médias de água de pós variaram de 0,18 a 0,25, assim os autores concluíram que as amostras podem ser consideradas bioquimicamente ou microbiologicamente bastante estáveis.

Sousa et al. (2015) no estudo da produção e caracterização da polpa de atemoia em pó, obtiveram valor de atividade de água para a amostra coletada no ciclone do secador de 0,49, considerando o pó como alimento microbiologicamente estável.

Islam et al. (2016) estudaram o efeito da secagem por atomização a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, obtendo valores de atividade de água para todas amostras de pó de 0,15 e 0,25, mostrando que todos valores foram menor que 0,30, resultando em produto com boa estabilidade.

2.3.8. Sólidos totais

Os sólidos totais representam todos os componentes e todas as substâncias mais voláteis presentes nos alimentos. A matéria seca do alimento é composta de proteínas, lipídios, glicídios, sais minerais, vitaminas, ácidos orgânicos, pigmentos e outras substâncias fisiológicas ativas ou não, podendo ser divididos em duas classes: solúvel e insolúvel em água, cujo conhecimento é necessário para identificação da constituição do material em estudo (CHAVES et al., 2004).

Chaves et al. (2004) estudaram a caracterização físico-química do suco da acerola, obtendo 8,26% de sólidos totais para o suco.

Oliveira, Figueirêdo e Queiroz (2006) no estudo da análise comparativa de polpas de pitanga integral, formulada e em pó, determinaram 6,93% de sólidos totais para a polpa integral e 14,60% para a polpa formulada com 15% de maltodextrina e 30% de água destilada.

Oliveira et al. (2013) estudaram a estabilidade de polpa de morango atomizada utilizando diferentes agentes carreadores, apresentando valor 6,79% de sólidos totais para polpa de morango.

Silva et al. (2013) no estudo da otimização de parâmetros para microencapsulação por *spray drying* de extratos de casca de jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*), determinaram a quantidade de sólidos totais para o extrato de casca de jaboticaba de 17,41%.

Oliveira, Costa e Afonso (2014) estudaram a caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada, obtendo 10% de sólidos totais para a polpa de cajá.

2.3.9. Sólidos solúveis totais (°Brix)

As análises de sólidos solúveis totais é usada para determinar a qualidade dos frutos, sendo de grande importância no consumo desse alimento tanto *in natura* como processado. O °Brix indica o índice de maturidade e quantidade de substâncias dissolvida no alimento, que na maior parte é composta por açúcares, quanto maior a quantidade dessas substâncias na amostra, menor será o tempo de evaporação de água e gasto de energia, e maior será o rendimento e economia do processo (CHAVES et al., 2004; SILVA et al., 2002).

Para determinação do conteúdo de sólidos solúveis totais são usados métodos fundamentados em espectroscopia, destrutivos que se baseia no processamento do material e refratômetros, que é o mais empregado nas análises. O ensaio é feito em poucos segundos, usando uma pequena fração da amostra, se a amostra não for uma solução de sacarose, uma relação deve ser estabelecida para obter o teor de sólidos solúveis totais como função do índice de refração, para o tipo de alimento estudado. (SILVA et al., 2002; ZEFERINO, 2010).

Chaves et al. (2004) na caracterização físico-química do suco da acerola, obtiveram 6,57 °Brix de teor de sólidos solúveis totais para o suco de acerola, os autores relataram que na acerola, podem ser encontrados valores de 5 até um máximo de 12 °Brix, sendo a média em torno de 7-8 °Brix.

Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, obtendo 10,6 °Brix de sólidos solúveis totais para o suco concentrado de jamum e para o pó processado a diferentes temperaturas e concentrações de maltodextrina, os sólidos solúveis totais variaram de 30,60 a 31 °Brix.

Rocha et al. (2014) na obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem, encontraram teores de sólidos solúveis totais variando no intervalo de 10,6 a 13 °Brix para o suco integral e para o pó processado de 98,67 °Brix, os autores observaram um incremento nos valores de sólidos solúveis (°Brix) no pó do suco de caju quando comparado com o suco de caju, relacionando esse fato ao processo de secagem e, consequentemente, à concentração dos nutrientes no produto seco.

Santos et al. (2014) no estudo da avaliação físico-química e comportamento higroscópico de goiaba em pó obtida por *spray dryer*, obtiveram 8,43 °Brix de sólidos solúveis totais para polpa integral e 93 °Brix para o pó de goiaba atomizado com 10% de maltodextrina e 50% de água destilada, os autores relataram que pó processado apresentou valores de sólidos solúveis totais significativamente superior ao observado para a polpa de goiaba.

Sousa et al. (2015) no estudo da produção e caracterização da polpa de atemoia em pó, determinaram 26,41 °Brix de sólidos solúveis totais para a polpa de atemoia e 30,47 °Brix de sólidos solúveis totais para a formulação contendo 50% de polpa mais 50% de água mais 25% de maltodextrina.

2.3.10. Granulometria

A granulometria é uma das propriedades físicas mais importantes dos pós, do qual expressa a distribuição do tamanho de partículas em função da fração mássica ou volumétrica com diferentes diâmetros para cada amostra. As qualidades do manuseio, do transporte e armazenamento podem ser afetadas pela granulometria dos pós, além da estabilidade dos componentes funcionais sensíveis às condições ambientais. Quando as partículas são menores, a área da sua superfície exposta às condições ambientais se tornam maiores, fazendo com que aumente a degradação dos compostos sensíveis. Em geral, pós secos com tamanho de partícula pequeno (<50 µm) possui propriedades de manuseio e reconstituição inferiores (BRAGA, 2007; TONTUL; TOPUZ, 2017).

As amostras que possuem um único tamanho de partículas são classificadas como monomodal, enquanto uma distribuição bimodal apresentam dois tamanhos predefinidos de partículas, amostras com mais tamanhos são denominadas de suspensões polidispersas. As partículas possuem formato esférico, e seu tamanho é dado a partir do diâmetro dos diferentes tamanhos dessas esferas com mesma área superficial, mesmo volume e mesma massa. Inúmeras maneiras são encontradas na literatura para a determinação de tamanho de partículas

em pós, entre as quais se destacam o peneiramento, a microscopia, difração a laser, fotometria de sedimentação, entre outras. Cada técnica utilizada apresenta diferentes valores de diâmetros, de acordo com a forma de medição usada em cada método (BRAGA, 2007).

Tonon, Brabet e Hubinger (2008) estudaram a influência das condições do processo nas propriedades físico-químicas do pó de açaí (*Euterpe oleraceae* Mart.) produzido por *spray drying*, obtendo valores médios de diâmetro para as partículas variando de 13,27 a 21,35 μm para diferentes concentrações de maltodextrinas e temperaturas, os autores relataram que o aumento na temperatura do ar de entrada resultou em partículas maiores devido ao inchamento causado pelas temperaturas.

Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, obtendo tamanho médio das partículas dos pós variando de 4 a 13 μm para diferentes concentrações e equivalente de dextrose da maltodextrina.

Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, eles relataram que o tamanho médio de partícula para as amostras de pó de jamun produzidas em diferentes temperaturas de entrada variaram de 145,30 a 463,23 nm, explicando que temperaturas de entrada mais altas resultaram em partículas maiores, relacionando esse aumento ao inchamento das partículas, relatando também que quando as partículas são submetidas a taxas de secagem mais altas, a evaporação da umidade é rápida e promove a formação de uma crosta dura que não permite a contração das partículas durante a secagem por pulverização e que se, no entanto, a temperatura de entrada for menor, a partícula permanecerá úmida por um longo período de tempo e encolherá, diminuindo assim o seu tamanho.

Islam et al. (2016) estudaram o efeito da secagem por atomização a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, relatando que os diâmetros das partículas de pó de suco de laranja foram significativamente diferentes em $p \leq 0,05$, apresentando valores para mediana (D50) variando de 7,75 a 6,02 μm para diferentes concentrações de maltodextrina e para mediana (D75) variando de 12,84 a 7,68 μm para diferentes concentrações de maltodextrina.

Zotarelli et al. (2017) no estudo da produção de manga em pó por secagem por atomização e secagem por fita, relataram que pós produzidos com maltodextrina pelo *spray dryer* apresentaram diâmetro de partículas variando de 0,47 a 549 μm , enquanto aqueles produzidos por secagem com fita variam de 15 a 2188 μm e os pós de manga produzidos sem

maltodextrina pelo *spray dryer* apresentaram tamanhos entre 1,9 e 955 μm , enquanto os produzidos pela secagem com fita apresentaram tamanhos entre 1,25 e 831 μm , os autores relataram que as distribuições de tamanho dos pós produzidos por *spray dryer*, com e sem maltodextrina, exibiram comportamento bimodal.

2.3.11. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O estudo da morfologia das micropartículas de alimentos em pó é de grande importância na estabilidade do produto, nos aspectos físicos e químicos das estruturas das partículas, na microencapsulação que afeta a capacidade de liberação ou retenção do material de recheio e nas propriedades de escoamento que está ligada à estrutura externa do material, além disso, oferece um conhecimento relevante sobre o processo de secagem, permitindo a comparação entre os seus parâmetros para diferentes concentrações de produtos ou formulações, melhorando as condições de processo e auxiliando no desenvolvimento de projetos e simulações de equipamentos. O método mais usual para análise da microestrutura de produtos em pó é a microscopia eletrônica de varredura (TONON, 2009).

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica de caracterização que faz uso de um microscópio eletrônico, do qual examina a microestrutura dos materiais sólidos por meio de varredura de sua superfície, identificando defeitos, vazios, trincas, estruturas, morfologia e elementos químicos que compõem as propriedades das amostras em análise. O seu princípio de funcionamento, baseia-se na formação da imagem de um espécime que consiste no uso de um feixe de elétrons de pequeno diâmetro, que varre a área da superfície da amostra ponto a ponto, formando uma imagem de aparência tridimensional, de alta resolução e com grande profundidade de campo. O sinal do feixe de elétrons é produzido por um filamento de tungstênio aquecido e em seguida acelerado em um campo de alta tensão, depois o feixe é focalizado sobre a amostra por um conjunto de lentes eletromagnéticas, ocorrendo à interação entre eles e a produção de elétrons e fótons, gerando o sinal da imagem que são coletados por detectores a uma tela catódica. A imagem formada a partir do sinal captado pode apresentar diferentes sinais emitidos, entre eles os mais usados são os elétrons secundários e os retroespalhados (RIBEIRO 2014).

Tonon, Brabet e Hubinger (2008) estudaram a Influência das condições do processo nas propriedades físico-químicas do pó de açaí (*Euterpe oleraceae* Mart.) produzido por *spray drying*, relatando que as partículas apresentaram formato esférico e diferentes tamanhos, típico de materiais produzidos por *spray drying*, os autores relataram que em

temperatura baixa, a maioria das partículas mostrou superfície enrugada, enquanto o aumento da temperatura de secagem resultou em número de partículas com superfície lisa, relacionando essas diferenças com a taxa de secagem, que é maior para temperaturas mais altas, causando evaporação mais rápida da água e levando a formação de uma crosta lisa e dura.

Fazaeli et al. (2012) no estudo do efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, relataram que a microestrutura de pós produzidos com maltodextrina 20DE, apresentaram partículas maiores, amorfas, empastadas e com forte atração umas das outras e que com a diminuição do equivalente de dextrose da maltodextrina as partículas tornaram mais esféricas e mais dispersas devido a estrutura molecular dos agentes carreadores.

Tang et al. (2012) estudaram o efeito dos métodos de secagem nas propriedades físicas e microestruturas de manga (*Philippine 'Carabao' var.*) em pó, mostrando que a microestrutura da manga seca em pó pelo *refractance window* apresentaram estrutura lisa e floculada com espessura uniforme devido ao resultado de uma alimentação controlada de purê de manga usando uma barra de distribuição na seção de entrada do secador RW e que o pó de manga seco por pulverização apresentou formato esférico ou oval com partículas de superfície lisas devido ao efeito da condição de secagem por pulverização, que foi mantida a temperatura de entrada de 190 ± 2 °C durante a secagem.

Santhalakshmy et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, relataram que as características morfológicas do pó de suco de jamun seco a vapor em temperatura mais alta (155 e 160 °C) apresentaram partículas esféricas e regulares, enquanto os pós produzido a temperaturas mais baixas (140 e 145 °C) mostraram superfícies lisas e partículas maiores.

Islam et al. (2016) estudaram o efeito da secagem por atomização a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, relando que o pó seco por aspersão a vácuo com diferentes concentrações de suco de laranja e maltodextrina apresentaram formatos esféricos com diferentes tamanhos, e que o pó produzido com maiores quantidades de maltodextrina apresentaram superfície mais lisa com formas esféricas menores e sem encolhimento.

2.3.12. Ácido ascórbico

O ácido ascórbico conhecido como vitamina C, desempenha um grande papel na nutrição humana e é amplamente usado como conservante, na eliminação de radicais livres, como um indicador na qualidade de sucos de fruta, como agente antioxidante na estabilização de cor e aroma e no acréscimo nutricional perdido durante o processamento de alimentos. Vários fatores podem levar à perda de vitamina C, do qual podem está relacionado ao tipo de processamento, as condições de estocagem, ao tipo de embalagem usada, fatores ambientais como oxigênio e luz, e as características do próprio suco como pH, concentração de sais e açúcares. Vários métodos são usados para determinação do teor de ácido ascórbico, entre eles, a cromatografia líquida, a espectrofotometria e a titulometria (CHAVES et al., 2004; ISLAM et al., 2007; SOAUSA et al., 2015; TANAKA, 2007).

Soares (2001) estudaram a desidratação da polpa de acerola (*malpighia emarginata* d.c.) pelo processo “foam-mat”, obtendo uma média de 1620mg/100g de vitamina C na amostra em estudo, para amostra desidratada os autores observaram que logo após a desidratação (tempo zero), o valor para vitamina C na base seca, foi da ordem de 16,34%; após 3 meses de estocagem este valor decresceu para 11,32%, observando-se assim uma degradação de 5,02% deste nutriente.

Rocha et al. (2014) estudaram a obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem, encontrando valor de vitamina C para o suco concentrado de 1592,71 mg/100g e para o suco em pó de 282,67 mg/100g, os autores ressaltaram que o processo de atomização ocasionou uma redução do teor de vitamina C da ordem de 82,25%, relacionando essa redução a ao efeito da temperatura na aceleração da degradação da vitamina C.

Santos et al. (2014) na avaliação físico-química e comportamento higroscópico de goiaba em pó obtida por *spray dryer*, observaram que os teores de ácido ascórbico tanto para a polpa integral quanto para a atomizada apresentaram diferenças estatística significativas, com nível de 5% de probabilidade, representando aproximadamente 4,62 e 6,32% da Ingestão Diária Recomendada (IDR) para adultos, os autores compararam o teor de ácido ascórbico da polpa integral de 2,77 mg/100g com o teor de vitamina C da polpa de goiaba em pó de 3,79 mg/100g, constando que o processo de secagem concentrou o conteúdo de vitamina C no pó, apresentando um valor de 36,82% superior.

Sousa et al. (2015) na produção e caracterização da polpa de atemoia em pó, relataram que formulação preparada com 50% de polpa de atemoia mais 50% de água

destilada e mais 25% de maltodextrina (DE-10) teve um teor de ácido ascórbico reduzido em 40,4% em relação a polpa de atemoia e que os preparos em pó coletados na câmara de secagem apresentou 22,15 mg/100g de ácido ascórbico e o pó coletado no ciclone apresentou 3,91 mg/100g de ácido ascórbico, explicando que essa diferença pode está relacionada ao tamanho de partículas que no ciclone são menores e com área superficial maior degradando mais a vitamina C.

Islam et al. (2016) estudaram o efeito da secagem por atomização a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, os autores relataram que com diferentes concentrações de maltodextrina o conteúdo de vitamina C do suco de laranja variou de 178 a 115,5 mg/100g e que a quantidade de vitamina C do suco de laranja em pó variou de 126,4 para 74,94 mg/100g.

2.3.13. Rendimento

O rendimento do produto é determinado pela razão entre a massa seca do pó adquirido após o processo de secagem e o peso do total de sólidos da matéria prima, é um parâmetro de grande importância no setor industrial, indicando que produtos com mais de 50% de rendimento apresentaram uma secagem bem sucedida. Alguns problemas podem resultar em baixo rendimento do processo, entre eles, a viscosidade dos componentes dos alimentos. Para aumentar o rendimento do produto, foram desenvolvidas algumas propostas baseadas no processo e no material, em relação ao material a adição de materiais de suporte com alta temperatura de transição vítrea, como maltodextrina é uma solução eficaz e plausível (TONTUL; TOPUZ, 2017).

Goula e Adamopoulos (2010) estudaram uma nova técnica para secagem por *spray dryer* de suco de laranja concentrado, relatando que o rendimento do resíduo variou de 5 a 14% para diferentes temperaturas e equivalentes de DE de maltodextrinas, para o concentrado de sumo de laranja com 6DE maltodextrina a 110 °C, o rendimento do resíduo foi de cerca de 12%, enquanto que um aumento no nível de equivalentes de maltodextrina de 0,25 a 0,50 partes resultou numa diminuição significativa no rendimento do resíduo em cerca de 17%.

Fazaeli et al. (2012) no estudo do efeito das condições de secagem por pulverização e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, relataram que o maior rendimento do processo foi de 82% para pós produzidos com 6% de maltodextrina 6DE e 2% de goma arábica a uma temperatura de ar de entrada de 130 °C e taxa de fluxo de ar de 800 L/h, e que o menor rendimento de secagem foi de 45% para pós

produzidos com 8% de maltodextrina 20DE a uma temperatura de ar de entrada de 110 °C e com taxa de ar comprimido de 400 L/h, explicando que a temperatura do ar de entrada mostrou um efeito positivo no processo rendimento, o que pode ser atribuído à maior eficiência do processos de transferência de calor e massa e que o aumento da concentração de agente carreador no suco de amora preta aumentou o rendimento do processo devido ao aumento nos valores de Tg das frações amorfas.

Santhalakshmy et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, relataram que a temperatura de entrada foi otimizada com base no rendimento do sumo de fruta em pó, observando que o rendimento do pó aumentou com um aumento na temperatura, com valor máximo de 8,25% de pó de fruta obtido na temperatura de 150 °C.

Rocha et al. (2014) estudaram a obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem, obtendo valores de rendimento variando de 73,98 a 99,30% para diferentes ensaios, mostrando que a temperatura (linear) apresentou efeito positivo no rendimento, ou seja, um aumento qualquer neste parâmetro acarretou um aumento no rendimento do suco de caju em pó, atribuindo este efeito a maior eficiência no processo de transferência de calor e massa que ocorre quando maiores temperaturas de secagem são utilizadas.

Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) estudaram a secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, obtendo rendimento de 95,2% para o *refractance window* e para o *spray dryer* 78,1%.

O presente trabalho procedeu-se com a secagem do suco concentrado de acerola por diferentes métodos, realizando a caracterização físico-química e aplicando modelos matemáticos para a cinética de secagem e isothermas de adsorção de vapor. A matéria prima usada nos processos de secagem foi escolhida de acordo com a necessidade de conservação, por se tratar de uma fruta perecível e com pouco tempo de vida útil, além de ser regional, de grande desenvolvimento industrial e de fácil obtenção; e também pelo seu valor nutricional, com destaque para vitamina C.

Os métodos de secagem empregados foram: o *spray dryer*, escolhido por ser um processo com tempo de resposta rápido, por se tratar de uma técnica convencional no setor industrial e pela excelência em qualidade nos produtos obtidos, porém é uma técnica que faz o uso de encapsulante. O carreador definido foi a maltodextrina devido ao seu baixo custo, retenção dos compostos voláteis, alta solubilidade, sabor suave, soluções incolores e por se tratar de um dos carreadores mais empregados nos processos por *spray dryer*. O outro método usado foi o *refractance window* devido a sua fácil adaptação e operação, a sua aplicabilidade a alimentos sensíveis ao calor e pelas suas características de preservar e manter as propriedades nutricional e sensorial dos alimentos, além de ser uma técnica nova aplicada na secagem de suco de acerola.

Foram realizadas as análise físico-química do suco *in natura* e do produto desidratado com intuito de comparar e verificar quais características se manteve e quais tiveram perdas significativas. O estudo do material em pó através das suas propriedades físico-químicas é essencial para determinar quais variáveis de processo influenciam as propriedades do produto na obtenção de um produto com características desejáveis. O presente trabalho estudou a cinética de secagem do processo com intuito de aplicar o modelo de Fick para determinar o coeficiente difusional e definir o tempo de secagem. O estudo da isoterma de adsorção de vapor foi aplicado para determinar a umidade de equilíbrio através do modelo da cinética exponencial paralela.

Todos os estudos aplicados no presente trabalho são necessários e indispensáveis para o manuseio, uso e comercialização de um produto com qualidade dentro dos padrões estabelecidos. Esperamos que o presente estudo possa posteriormente ser aplicado e da continuidade a novos trabalhos literários. Como sugestões: aplicação do pó desidratado na formulação de novos produtos, estudo de outros parâmetros físico-químicos, aplicação de análises sensoriais e de outros modelos matemáticos, entre outras diversidades de estudos que podem ser feitos.

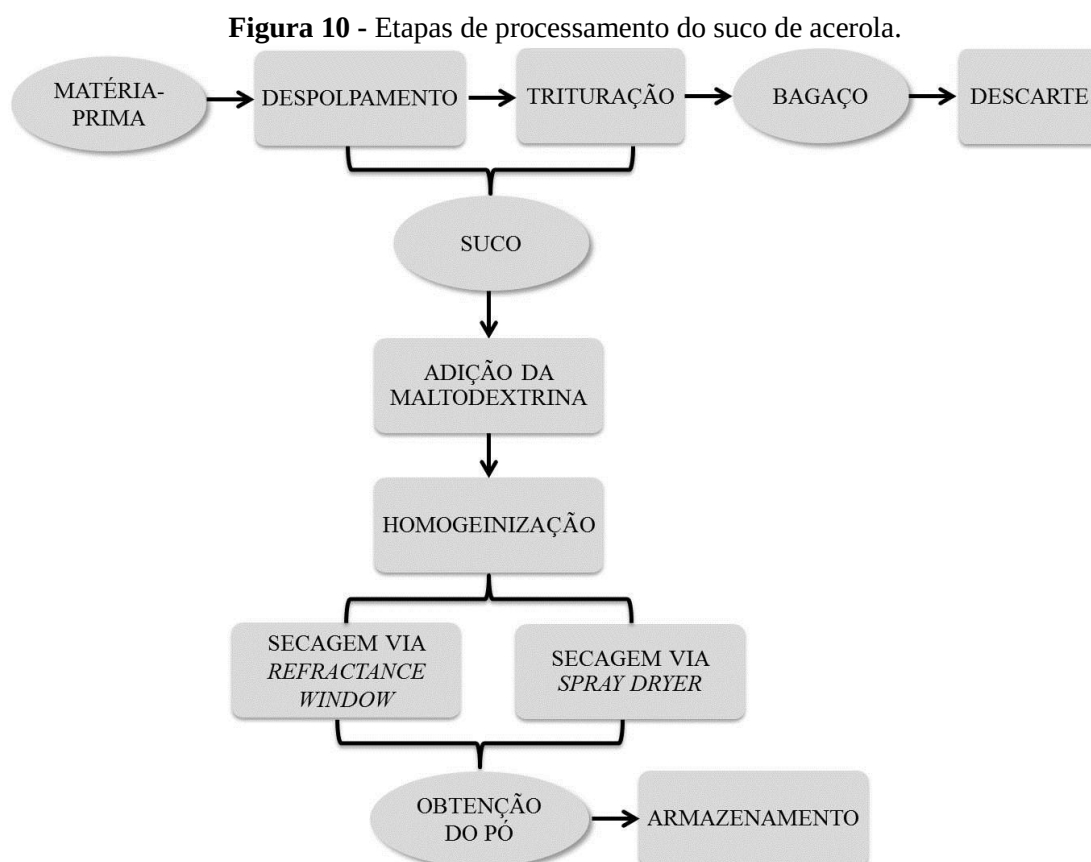
3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. MATERIAL

As acerolas *in natura*, utilizadas como matérias-primas nos experimentos, foram adquiridas no mercado central de João Pessoa-PB. O agente encapsulante usado na formulação do suco concentrado de acerola foi a maltodextrina, com dextrose equivalente (DE) 20, sem sabor, da marca *pryme foods*, adquirida na loja online SO INSUMOS, distribuidora de matéria prima, Sorocaba-SP.

3.2. FLUXOGRAMA DO PROCESSO

A **Figura 10** representa o fluxograma do processo secagem do suco de acerola encapsulado pelos métodos *refractance window* e *spray dryer*.



Fonte - Própria autora, 2019.

3.3. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA DE SUCO CONCENTRADO DE ACEROLA SEM ADIÇÃO DE ÁGUA

As acerolas foram lavadas em água corrente e selecionadas conforme o grau de maturação e aparência. Para o processamento no *refractance window*, o suco foi preparado triturando as acerolas em um processador de alimentos. A polpa obtida foi passada em uma peneira granulométrica de 14 *mesh* com a finalidade de separar o bagaço do suco. O procedimento foi conduzido no Laboratório de Purificação e Aspensão de Materiais Argilosos (LAPAMA), do departamento de Engenharia de Materiais, Campus I - UFPB. Para o *spray dryer*, o suco foi preparado com auxílio de uma despulpadeira industrial, com capacidade de operação de 50 Kg/h, com peneira acoplada, para promover a separação do bagaço. O experimento foi realizado no laboratório de alimentos do departamento Engenharia de Alimentos, Campus I - UFPB.

As formas de preparação das amostras foram diferenciadas devido à capacidade de cada equipamento de secagem.

3.4. PROCESSO DE SECAGEM

O suco concentrado de acerola utilizado nos diferentes métodos de secagem foi encapsulado com maltodextrina em diferentes concentrações: 20; 25 e 30% (p/p). Para a formulação do suco com carreador no *refractance window*, a mistura foi homogeneizada com auxílio de um agitador mecânico de bancada modelo 713D, à temperatura ambiente, até sua completa dissolução, no caso do *spray dryer* o próprio equipamento possuía um agitador acoplado.

Os valores de concentração de maltodextrina foram determinados de acordo com as especificações do equipamento. O *spray dryer* exige o mínimo de 25% de sólidos totais, e para alimentos com alto teor de açúcar, faz necessário o uso de encapsulante, e levando em consideração o teor de sólidos totais presente no suco de aproximadamente 6%, fixou-se uma concentração de maltodextrina de 20% em massa para ambos os métodos de secagem, determinando, assim, o valor mínimo necessário. Para o *refractance window*, não se faz necessário o uso de encapsulante, porém foi utilizado com intuito de manter a mesma composição inicial do *spray dryer* para posteriormente compará-los. As demais variáveis

foram determinadas mediante ensaios preliminares, baseados nos trabalhos de Zotarelli (2014) e Almeida (2017).

3.4.1. Secagem por *refractance window*

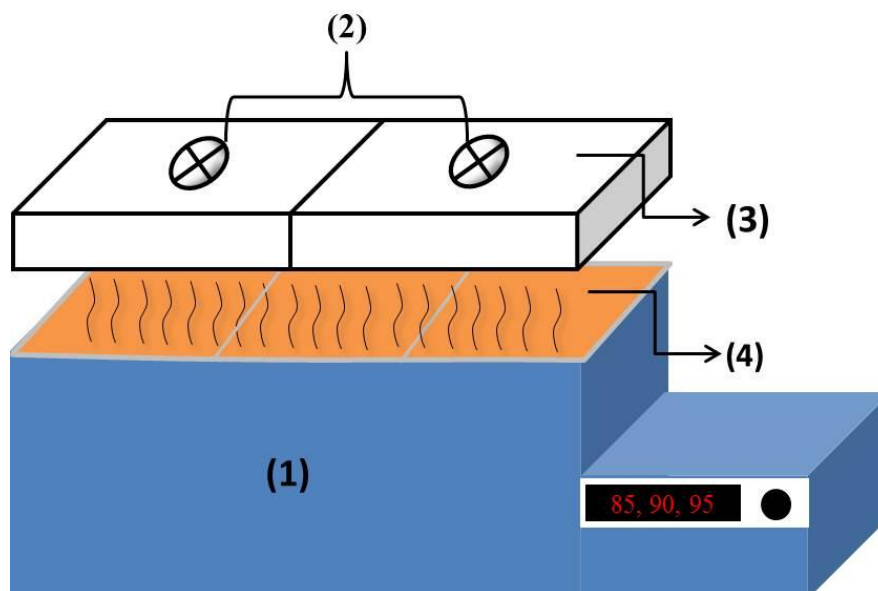
Um equipamento adaptado foi desenvolvido no Laboratório de Purificação e Aspersão de Materiais Argilosos (LAPAMA), do departamento de Engenharia de Materiais, Campus I - UFPB para a realização dos experimentos por *refractance window*, utilizando os princípios do equipamento industrial, conforme o esquema da **Figura 11**. As condições de operação para processo foram estabelecidas de acordo com a **Tabela 2**.

Tabela 2 - Condições de operação do processo por *refractance window*.

Condições para o processamento	Valores
Massa (g) e espessura (cm) do suco concentrado	150 (0,306 cm); 200 (0,408 cm) e 250 (0,510 cm)
Concentração de Matodextrina (%)	20; 25 e 30
Temperatura da água (°C)	85; 90 e 95

Fonte - Própria autora, 2019.

Figura 11 - Esquema do aparato experimental do *refractance window* em batelada.



Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Figura 11**, o dispositivo consiste de um (1) banho ultratermostático (marca SP Labor), com o apoio de um exaustor montado em laboratório, usando (2) dois coolers, (3) duas bandejas de plástico e um motor, com a finalidade de dissipar o vapor de água formado, proveniente do aquecimento. O suco concentrado de acerola com encapsulante

foi espalhado em (4) bandejas confeccionadas com poliéster (*mylar*), com dimensões de 20 x 12 x 4,5 cm, as quais foram colocadas dentro do banho termostático apoiada em uma grade metálica vazada, com finalidade de promover o contato das bandejas com a água aquecida do banho. Após o processo de secagem as bandejas foram removidas e resfriadas para a remoção do produto que saiu em formato de placa conforme a **Figura 12**. Logo após, o produto passou por um moinho de facas para a obtenção do pó.

Figura 12 - Placa do produto seco no *refractance window*.



Fonte - Própria autora, 2019.

3.4.2. Secagem por *spray dryer*

O processo de secagem foi realizado no *spray dryer* LM SD 5.0 Labmaq do Brasil, situado no laboratório de Materiais Cerâmicos do departamento de Engenharia de materiais, Campus I - UFPB, em escala piloto, conforme a **Figura 13**. O equipamento possui um sistema de atomização de bico duplo fluido, fluxo co-corrente e alimentação das suspensões na câmara de secagem realizada na parte inferior, através de uma bomba peristáltica, com vazão de 5 L/h. O processo de secagem foi conduzido de acordo com as condições da **Tabela 3**.

Tabela 3 - Condições de operação do processo por *spray dryer*.

Condições para o processamento	Valores
Vazão do soprador ($\text{m}^3 \text{min}^{-1}$)	2,5; 3,0 e 3,5
Concentração de Matodextrina (%)	20; 25 e 30
Temperatura de entrada ($^{\circ}\text{C}$)	140; 150 e 160
Vazão de alimentação (Lh^{-1})	5,0
Pressão (bar)	4,0
Vazão do pulverizador de ar comprimido (Lmin^{-1})	35

Fonte - Própria autora, 2019.

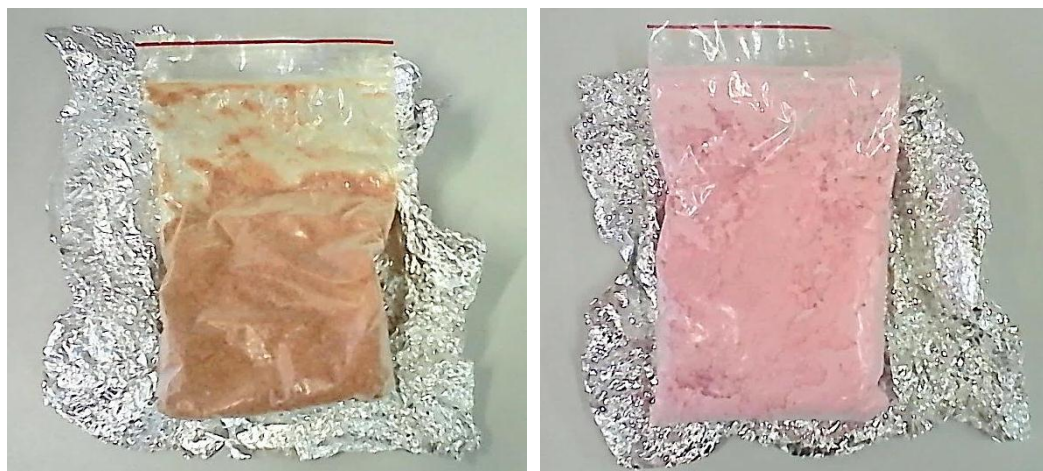
Figura 13 - *Spray dryer*.

Fonte - Própria autora, 2019.

3.5. ARMAZENAMENTO

O material obtido após os processos de secagem foram estocados em sacos plásticos zipados e envolvidos em papel alumínio conforme a **Figura 14**, depois identificados de acordo com as condições de cada processamento, e armazenados em freezer para uso posterior.

Figura 14 - Armazenamento dos pós obtidos pelos processos de secagem com *refractance window* e *spray dryer*.



Fonte - Própria autora, 2019.

3.6. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL DOS PROCESSOS DE SECAGEM

O planejamento experimental para os métodos de secagem por *refractance window* e *spray dryer* foram realizados com o objetivo de verificar se as combinações das variáveis de entrada (variáveis independentes) apresentaram influência significativa ou não nas propriedades físico-químicas do pó processado (variáveis dependentes).

Para o processo por *refractance window* as amostras foram submetidas ao delineamento experimental para três níveis (2^3), variando os parâmetros de massa do suco concentrado com encapsulante, concentração de maltodextrina e temperatura da água do banho ultratermostático, considerados como variáveis independentes e apresentando pontos centrais no nível zero, de acordo com a **Tabela 4**.

Tabela 4 - Planejamento fatorial para secagem no *Refractance window*.

Variáveis Independentes	Níveis codificados		
	-1	0	+1
Massa do suco (g) - X_1	150	200	250
Concentração de maltodextrina (%) - X_2	20	25	30
Temperatura (°C) - X_3	85	90	95

Fonte - Própria autora, 2019.

Para o *spray dryer* seguiu-se com mesmo planejamento aplicado ao *refractance window* com diferenças nas variáveis independentes, que foram: Vazão do soprador, concentração de maltodextrina e temperatura de entrada, conforme a **Tabela 5**.

Tabela 5 - Planejamento fatorial para secagem por *Spray dryer*.

Variáveis Independentes	Níveis codificados		
	-1	0	+1
Vazão do soprador ($\text{m}^3 \text{min}^{-1}$) - X_1	2,5	3,0	3,5
Concentração de maltodextrina (%) - X_2	20	25	30
Temperatura de entrada ($^{\circ}\text{C}$) - X_3	140	150	160

Fonte - Própria autora, 2019.

Para a realização do planejamento experimental de secagem do suco concentrado de acerola, para ambos os processos foram realizados 11 ensaios, sendo oito ensaios fatoriais (combinações entre os níveis ± 1) e com três repetições no ponto central (três variáveis independentes no nível 0), a fim de se obter os valores das variáveis dependentes (pH, densidade bulk, tapped e partícula, porosidade, solubilidade, ângulo de repouso, umidade, atividade de água, sólidos solúveis totais, ácido ascórbico e rendimento) a partir da combinação das variáveis independentes para o *refractance window* (massa (m), maltodextrina (Malto) e temperatura (T)) e para o *spray dryer* (vazão do soprador (Vs), maltodextrina (Malto) e temperatura de entrada (Te)), de acordo com a **Tabela 6**.

Tabela 6 - Níveis reais e codificados do planejamento fatorial $2^3 + 3$ pontos centrais para operação de secagem no *refractance window* e *spray dryer*.

Ensaio	Variáveis Independentes			Refractance window			Spray Dryer		
	X_1	X_2	X_3	m (g)	Malto (%)	T ($^{\circ}\text{C}$)	Vs ($\text{m}^3 \text{min}^{-1}$)	Malto (%)	Te ($^{\circ}\text{C}$)
1	-1	-1	-1	150	20	85	2,5	20	140
2	+1	-1	-1	250	20	85	3,5	20	140
3	-1	+1	-1	150	30	85	2,5	30	140
4	+1	+1	-1	250	30	85	3,5	30	140
5	-1	-1	+1	150	20	95	2,5	20	160
6	+1	-1	+1	250	20	95	3,5	20	160
7	-1	+1	+1	150	30	95	2,5	30	160
8	+1	+1	+1	250	30	95	3,5	30	160
9	0	0	0	200	25	90	3,0	25	150
10	0	0	0	200	25	90	3,0	25	150
11	0	0	0	200	25	90	3,0	25	150

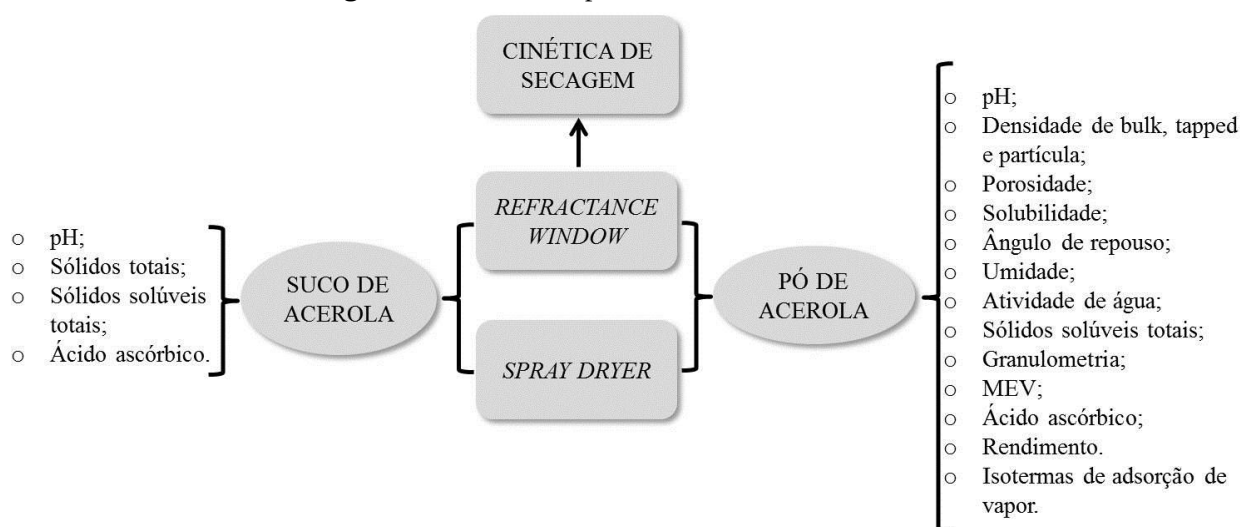
Fonte - Própria autora, 2019.

O efeito dos tratamentos sobre as variáveis dependentes, em função das variáveis independentes, foi avaliado por meio da análise de variância (ANOVA). A escolha do melhor ajuste matemático foi realizada com base na melhor correlação (R^2), aplicando-se o Teste F para um nível de confiança de 95% ($p \leq 0,05$), determinando as variáveis estatisticamente significativas e, posteriormente, representando-as na forma de superfície de resposta. Todos os dados foram obtidos utilizando o software statistica, versão 7.0.

3.7. ANÁLISES DO SUCO CONCENTRADO, DO PÓ PROCESSADO E ESTUDO DA SECAGEM

Foram feitas análises físico-químicas para o suco concentrado e para o pó obtido pelos diferentes métodos de secagem. O pó também foi analisado através da isoterma de adsorção de vapor pelo modelo matemático de cinética exponencial paralela. As curvas de secagem do *refractance window* foram avaliadas através do modelo Fick. A **Figura 15** ilustra as análises que foram feitas para o material de estudo.

Figura 15 - Análises aplicadas ao material de estudo.



Fonte - Própria autora, 2019.

As análises físico-químicas de sólidos solúveis totais foram realizadas no laboratório de Bioengenharia e as análises de atividade de água foram realizadas no laboratório de Termodinâmica, ambos localizados no Departamento de Engenharia Química da UFPB, campus I. As análises de MEV foram realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR), e as de granulometria no laboratório de Materiais Metálicos e as demais análises no laboratório de Aspersão e Purificação de Materiais Argilosos (LAPAMA), sendo estes alocados no Departamento de Engenharia de Materiais da UFPB, campus I.

3.7.1. Caracterização físico-química

Todas as análises, com exceção do teor de ácido ascórbico, rendimento do *spray dryer*, granulometria e MEV, foram realizadas em triplicata. As análises físico-químicas do

suco concentrado e do pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e no *spray dryer* foram comparados através da média, desvio padrão e **teste tukey**. Os resultados obtidos em triplicata foram analisados estatisticamente através do **teste tukey**, com nível de confiança de 95% ($p \leq 0,05$), utilizando o programa computacional OriginPro 8. Os resultados que foram estatisticamente significados apresentaram p (grau de significância) $\leq 0,05$; esse valor foi estabelecido pelo próprio programa do qual faz a relação com as médias dos resultados e as compararam entre si, os resultados com valores de ($p > 0,05$), não foram significativos.

3.7.1.1. *Potencial hidrogeniônico (pH)*

O pH foi determinado utilizando um pHmetro da marca *Analyser*, modelo pH 300, o qual foi previamente calibrado com soluções padrão de pH 4,0 e 7,0. No suco *in natura* a leitura foi feita sem encapsulante, logo após o seu preparo, com aproximadamente 20 mL da amostra. Para o pó obtido pelos diferentes métodos de secagem, utilizou-se a metodologia proposta por Zenebon, Pascuet e Tinglea (2008) com algumas modificações; 5 g das amostras foram reidratadas com 20 mL de água destilada e agitada manualmente por 5 min até a completa diluição, depois foi feita a leitura.

3.7.1.2. *Densidades*

As densidades foram determinadas a partir da metodologia utilizada por Jinapong, Supphantharika e Jamnong (2008); Fernandes, Borges e Botrel (2013).

a) *Densidade bulk*

A densidade bulk foi determinada utilizando uma proveta graduada de 100 mL devidamente limpa e seca em uma balança analítica, acoplada a um funil para adicionar as amostras obtidas dos diferentes métodos, deixando-a cair livremente, até obter aproximadamente um peso de 20 g, em seguida, verificou-se o volume aparente obtido e determinou-se a densidade a partir da **Equação 9**:

$$\rho = \frac{m}{V_a} \quad (9)$$

Onde,

ρ - Densidade bulk (g.mL^{-1});

m - Massa da amostra (g);

V_a - Volume aparente (mL).

b) *Densidade tapped*

Seguindo o método da proveta graduada para obtenção da massa, as amostras foram submetidas a uma sequência de batidas contínuas (quantidade de batidas: 30, 50, 80, 100, 150 e 200), até que cada amostra ficasse compactada e os volumes constantes. O volume final aparente foi inserido no cálculo da densidade tapped de acordo com a **Equação 10**.

$$\rho' = \frac{m}{V_a} \quad (10)$$

Onde,

ρ' - Densidade tapped (g.mL^{-1});

m - Massa da amostra (g);

V_a - Volume aparente (mL).

c) *Densidade partícula*

A densidade partícula para as amostras dos diferentes processos foram determinadas pelo método do picnômetro. Primeiramente pesou-se o picnômetro vazio, depois se adicionou aproximadamente uma 1 g das amostras do diferentes processos e pesou novamente, logo após o mesmo foi preenchido com um volume de tolueno e pesado, por ultimo o picnômetro foi pesado apenas com o tolueno. Conforme os pesos obtidos foram determinados à densidade partícula de acordo com seguinte relação mostrada na **Equação 11**.

$$\rho'' = \frac{P_2 - P_1}{(P_4 - P_1) - (P_3 - P_2)} \quad (11)$$

Onde:

ρ'' - densidade de partículas (g.mL^{-1});

P_1 - peso do picnômetro;

P_2 - peso do picnômetro + amostra;

P_3 - Peso do picnômetro + amostra + tolueno;

P_4 - peso do picnômetro + tolueno.

3.7.1.3. Porosidade

As porosidades (ε) das amostras de pó foram determinadas usando a relação entre a densidade tapped (ρ_{tapped}) e a densidade partícula ($\rho_{partícula}$) dos pós, calculada conforme a **Equação 12**, expresso por porcentagem, de acordo com literatura de Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008).

$$\varepsilon = \frac{\rho_{partícula} - \rho_{tapped}}{\rho_{partícula}} \times 100 \quad (12)$$

3.7.1.4. Solubilidade

A solubilidade dos pós obtidos nos diferentes processos foi avaliada de acordo com o método proposto por Cano-Chauca et al. (2005), com algumas modificações. Adicionou-se 2 g do pó em 200 mL de água destilada em um béquer, depois foi agitado por 5 min com em um agitador magnético (modelo 713D) de bancada velocidade de 1000 rpm, após esse procedimento a solução foi centrifugada (modelo SC-070) a 2600 rpm durante 5 min. Depois, uma alíquota de 50 mL do sobrenadante foi transferida para um béquer de 100 mL previamente pesado e seguiu para uma estufa convencional a uma temperatura de 105 °C durante 24 h. Após esta etapa, o peso da solução foi determinado pela massa final em relação à massa inicial dos pós, e o valor da solubilidade foi determinado pela **Equação 13**.

$$Solubilidade (\%) = \frac{M_f}{M_i} \times 100 \quad (13)$$

Onde:

M_f - massa da amostra após estufa (g);

M_i - massa inicial do pó (g).

3.7.1.5. Ângulo de repouso

Para a determinação deste parâmetro as amostras dos diferentes processos foram derramadas em funil acoplado ao um suporte, caindo livremente à velocidade constante, formando um amontoado sobre uma placa de vidro lisa, após a estabilização das amostras foram feita a medição do ângulo usando um transferidor. Esse método foi determinado conforme Nunes et al. (2014) com algumas modificações.

3.7.1.6. Umidade

Para a determinação da umidade foi utilizado o mesmo procedimento usado por Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008). Inicialmente, realizou-se a pesagem de 1 g das amostras do diferentes processos em cápsula de alumínio previamente tarada, depois as amostras foram colocadas em uma estufa a 105 °C da marca Solab, modelo SL 102/480, durante 24 horas, e posteriormente resfriou-se em dessecador até a temperatura ambiente. O teor de umidade foi determinado de acordo com a **Equação 14**:

$$\%Água = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \quad (14)$$

Onde,

M_i - massa inicial (g);

M_f - massa final (g).

3.7.1.7. Atividade de água (A_w)

As análises de atividade de água das amostras secas no *refractance window e spray Dryer* foram realizadas utilizando um medidor de atividade de água *Novasina LabMaster A_w* , com precisão de +/- 0,003 à temperatura de 30 °C.

3.7.1.8. Sólidos totais

As análises de sólidos totais foram determinada de acordo com a metodologia de Silva et al. (2013), apenas para amostra de suco concentrado sem encapsulante com intuito de

terminar a quantidade de maltodextrina que foram utilizadas nos processos de secagem. Para a medição do teor de sólidos totais do suco de acerola concentrado, pesou-se aproximadamente de 10 g de amostra em um béquer previamente tarado, em seguida colocado em uma estufa convencional da marca Solab, modelo SL 102/480 a 105 °C durante um período de 24 horas. Após esse período pesou-se a massa seca obtida. A porcentagem do teor de sólidos totais foi determinada pela **Equação 15**.

$$\%ST = \frac{M_s}{M_{suco}} \times 100 \quad (15)$$

Onde:

$\%ST$ - porcentagem de sólidos totais;

M_s - massa seca após 24 horas (g);

M_{suco} - massa do suco (g).

3.7.1.9. Sólidos solúveis totais (°Brix)

Os sólidos solúveis totais foram determinados através da leitura dos °Brix em refratômetro *Abbe Refractometer* da *Nova instruments*, no qual o valor medido foi à soma de todos os compostos dissolvidos em água. Um grau Brix (1°Brix) é igual a 1g de açúcar por 100 g de solução, ou 1% de açúcar. Foram feitas as leituras do °Brix para o suco concentrado e para os pós processados pelo diferentes métodos, do qual foram constituídos de acordo com a metodologia aplicada na análise do pH, determinando-se assim os sólidos solúveis totais presentes nas amostras.

3.7.1.10. Granulometria

A análise granulométrica foi feita por difração de laser utilizando o método de dispersão de partículas associado com um processo de medida óptica, onde ocorreu a relação entre a difração do laser e a distribuição de tamanho das partículas. Para a análise de granulometria, os pós foram dispersos através de vibração mecânica no equipamento CILAS 1090LD, sobre jato de ar comprimido com 2500 mb de pressão, operando em modo seco, com dispersão ultrassônica de 30 w com duração de um período de 15 s. Após a dispersão, o dispersor ultrassônico foi desligado e foi feita a coleta de dados através do *software* do

próprio equipamento durante 5 s. As análises de granulometria só foram aplicadas as amostras secas pelo *spray dryer*, não foi possível aplicar ao *refractance window* devido ao tamanho irregular acentuado das partículas, ultrapassando os limites do equipamento, não sendo possível as análises das repostas.

3.7.1.11. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras dos diferentes métodos de secagem foram analisadas no Microscópio eletrônico de varredura LEO 1430, submetidas em um o suporte coberto com fita de carbono através da técnica do esfregaço e metalizadas em uma corrente de 25 mA por 3 minutos, com camada de 24 nm de ouro aproximadamente, obtendo-se assim as morfologias dos pós através do *software* do próprio equipamento.

3.7.1.12. Ácido ascórbico

A determinação de vitamina C do suco concentrado e para as amostras dos diferentes métodos de secagem foram estabelecidas de acordo com a metodologia Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008). As análises procederam-se usando o método de titulometria, através do uso dos reagentes de ácido oxálico 2%, solução padrão de ácido ascórbico e solução de 2,6-diclorofenol indofenol corante.

Primeiro foi determinada a solução padrão de ácido ascórbico, pesando-se 100 mg de ácido L-ascórbico e completando o volume até 100 mL com ácido oxálico a 2%. Após isso, foi feita uma diluição de 10 mL da solução com 100 mL do ácido oxálico a 2%. Fazendo relação de 1 ml dessa solução equivalente a 0,1mg de ácido ascórbico. Depois foi preparada a solução de 2,6-diclorofenol indofenol corante, dissolvendo-se 50 mg de sal sódico de 2,6-diclorofenol indofenol em aproximadamente 150 mL de água destilada quente contendo 42 mg de bicarbonato de sódio, logo em seguida esperou esfriar e completou-se o volume com água destilada até 200 mL. A solução foi guardada em geladeira e padronizada a cada dia antes do uso. Por último, antes de proceder com a titulação da amostra foi feita a padronização do corante, adicionando-se 5 mL de ácido oxálico a 2% em 5 mL de solução padrão de ácido ascórbico, e logo em seguida realizou-se a titulação que foi feita com o corante até uma cor rosa que permaneceu por aproximadamente 15 segundos. O fator do corante foi determinado de acordo com a **Equação 16**.

$$F = \frac{mg \text{ de ácido ascórbico}}{\text{Volume gasto na titulação}} \quad (16)$$

Onde:

F - fator do corante ($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$);

$mg \text{ de ácido ascórbico}$ - massa de ácido ascórbico padronizada (0,5 mg);

$\text{Volume gasto na titulação}$ - volume gasto na titulação (mL).

Para determinação do teor de ácido ascórbico no suco concentrado, foi feita uma diluição de 10 a 20 mL do mesmo em 100 mL da solução de ácido oxálico a 2%, tomando uma alíquota de 2 mL e titulando com corante padronizado até um ponto final de cor de rosa claro. Para os pós processados foi feita uma reconstituição a partir do teor de sólidos totais e depois adicionou-se 100 mL da solução de ácido oxálico a 2%. O cálculo do teor de vitamina C foi determinado de acordo com a **Equação 17**.

$$C \left(mg \frac{AA}{100mL} \text{ de solução} \right) = \frac{VxFx100}{A} \quad (17)$$

Onde,

C - concentração de vitamina C em mg de ácido ascórbico/100 ml de solução;

V - volume gasto na titulação (mL);

F - fator do corante ($\text{m} \cdot \text{gmL}^{-1}$);

A - volume da amostra de solução tomada para titulação (mL).

3.7.1.13. Rendimento

O rendimento para os dois processos foi determinado conforme a **Equação 18**, de com método de Alves (2012).

$$\text{Redimento}(\%) = \frac{Ax100}{B} \quad (18)$$

Onde:

A - massa de pó obtido após o processo (g);

B - massa total de sólidos presentes no suco de acerola, obtido pelo teor de sólidos totais mais a maltodextrina adicionada (g).

3.7.2. Cinética secagem

A cinética de secagem para o suco concentrado de acerola pelo *método refractance window*, foi determinada para cada parâmetro do processo, a cada 10 min uma bandeja com suco concentrado de acerola era retirada do banho ultratermostático, resfriada e pesada em balança analítica, o procedimento se manteve até o peso constante das amostras. O valor da bandeja foi descontado para cada pesagem. Os dados experimentais das curvas de secagem foram submetidos aos ajustes de regressão não linear no OriginPro 8, a partir do modelo difusional de Fick para uma placa plana, para a determinação da difusividade efetiva (D_{ef}) conforme a **Equação 19**. O número de termos da série necessário para atingir a convergência foi determinado por tentativas. A espessura da amostra para cada condição foi determinada a partir da massa do suco concentrado adicionado a bandeja, fazendo uma relação com densidade do suco e o volume dessa bandeja.

$$Y = \frac{\bar{X} - X_{eq}}{X_0 - X_{eq}} = \frac{8}{\pi^2} \cdot \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i + 1)^2} \exp \left[-(2i + 1)^2 \cdot \pi^2 \cdot D_{ef} \cdot \frac{t}{4L^2} \right] \quad (19)$$

Onde:

D_{ef} - Difusividade efetiva ($m^2 \cdot s^{-1}$);

Y - Conteúdo adimensional de umidade;

$\bar{X}$ - Conteúdo médio de umidade ($Kg_{\text{água}} / Kg_{\text{massa seca}}$);

X_{eq} - Conteúdo de umidade de equilíbrio ($Kg_{\text{água}} / Kg_{\text{massa seca}}$);

X_0 - Conteúdo de umidade inicial ($Kg_{\text{água}} / Kg_{\text{massa seca}}$);

i - Número de termos na série;

t - Tempo (s);

L - Espessura da amostra (m).

3.7.3. Isotermas de adsorção de vapor

As análises de isotérmicas foram realizadas através da medição da mudança de massa das amostras dos diferentes métodos de secagem, do qual foi exposta à umidade relativa do ambiente. Os dados sobre a alteração da massa foram adquiridos a cada variação da mesma em 0,05 g por um período de 24 horas, sendo registrado em um *software* acoplado

a uma balança analítica. Os dados experimentais da curva de adsorção de vapor foram submetidos ao ajuste da regressão não linear no OriginPro8 através do modelo matemático de PEK de acordo com a **Equação 20**.

$$Y = y_0 + A_1[1 - \exp(-t/t_1)] + A_2[1 - \exp(-t/t_2)] \quad (20)$$

Onde:

Y - conteúdo de umidade após o tempo infinito de exposição da amostra a uma constante de umidade relativa;

y_0 - conteúdo de umidade da amostra no tempo zero (%);

t_1 e t_2 - tempos característicos da cinética de sorção composto por dois termos exponenciais que representam um processos rápido e outro lento (s);

A_1 e A_2 - conteúdos de umidade no tempo infinito associados aos processos rápido e lento, respectivamente (%).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

4.1.1. Sólidos totais

O teor de sólidos totais obtidos nos resultados foi de aproximadamente de $5,57 \pm 0,02\%$. De acordo com os padrões de identidade e qualidade para o suco de acerola, o valor mínimo de sólidos totais permitidos é igual a 6,0% (BRASIL, 2016). Dessa forma conclui-se que o resultado obtido ficou próximo do estabelecido pela legislação. Os resultados de sólidos totais para suco de acerola ficaram abaixo dos resultados de Chaves et al. (2004) que estudaram a caracterização físico-química do suco da acerola, determinando $8,26 \pm 0,02\%$ de sólidos totais e do trabalho de Rocha (2013) na obtenção de suco misto de açaí, morango e acerola em pó por diferentes processos de secagem, obtendo $6,16 \pm 0,01\%$ de sólidos totais para polpa de acerola. Essa diferença observada do teor de sólidos totais do presente trabalho com os referenciados na literatura, pode está relacionada a procedência do fruto em relação ao sistema de produção, maturação, tipo de acerola, manuseio, transporte, acondicionamento, processamento e armazenamento.

4.1.2. Potencial hidrogeniônico (pH)

Na **Tabela 7**, encontram-se os resultados das análises de pH para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 7 - Resultados das análises de pH para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>		pH	<i>Spray dryer</i>		pH
(1)	20%/85°C/150g	3,09± 0,11 ^{a,c}	(1)	20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	2,94±0,02 ^{a,b,d}
(2)	30%/85°C/150g	3,20±0,01 ^{a,b,d}	(2)	30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	2,94±0,01 ^{b,d}
(3)	20%/95°C/150g	3,25±0,01 ^{b,d}	(3)	20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	2,91±0,01 ^{a,c}
(4)	30%/95°C/150g	3,20±0,02 ^{a,b,d}	(4)	30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	2,90±0,01 ^c
(5)	20%/85°C/250g	3,12±0,00 ^{a,c}	(5)	20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	2,92±0,01 ^{b,c}
(6)	30%/85°C/250g	3,10±0,02 ^{a,c}	(6)	30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	2,96±0,01 ^d
(7)	20%/95°C/250g	3,07±0,01 ^{c,e}	(7)	20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	2,93±0,01 ^{a,b,c}
(8)	30%/95°C/250g	3,26±0,01 ^d	(8)	30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	2,92±0,01 ^{a,b,c}
(9)	25%/90°C/200g	2,96±0,01 ^e	(9)	25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	2,99±0,01 ^d

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

A análise de pH do suco concentrado *in natura* apresentou o valor de 2,94±0,01. De acordo com os padrões de identidade e qualidade para o suco de acerola, o valor mínimo de pH permitido é igual a 2,80 (BRASIL, 2016). Dessa forma o resultado obtido ficou dentro dos padrões estabelecido pela legislação. Chaves et al. (2004) estudaram a caracterização físico-química do suco da acerola, obtendo o valor de pH de 3,25±0,04. Soares et al. (2001) estudaram a desidratação da polpa de acerola (*malpighia emarginata* D.C.) pelo processo “foam-mat” determinando o valor de pH para a polpa de acerola de 3,31±0,01. Silva et al. (2012) no estudo do comportamento reológico de polpas de caju (*Anacardium occidentale*, L.), acerola (*Malpighia emarginata*, D.C.) e manga (*Mangifera indica*, L.) obtiveram valor de pH para polpa de acerola de 3,73±0,06. Os valores retratados na literatura encontram-se acima do valor obtido no presente trabalho, fato este que pode está relacionado ao estágio de maturação do fruto.

De acordo com os resultados da **Tabela 7**, as análises de pH para pó processado pelo método *refractance window* variaram de 2,96±0,01 a 3,26±0,01 e para o pó processado pelo *Spray dryer* variam de 2,90±0,01 a 2,99±0,01 nas diferentes condições de processamento para cada método. De acordo com o pH obtido, observa-se que as condições 7 e 8 para o *refractance window* e 5 e 6 para *spray dryer* com aumento da concentração de maltodextrina foram significativa ($p\leq 0,05$). Com aumento da temperatura, as condições 1 e 3; 6 e 8 do *refractance window* e as condições 2 e 4; 5 e 7 do *spray dryer* foram diferente estatisticamente ($p\leq 0,05$). Com aumento da massa do suco concentrado no *refractance window* nas condições 3 e 7 houve variação significativa ($p\leq 0,05$). Com aumento da vazão do soprador no *spray dryer* não houve diferença significativa ($p>0,05$). Em relação à condição

central 9 do *refractance window* em comparação com a condição 7; e do *spray dryer* em comparação com as condições 1, 2 e 6, não houve diferença estatística ($p > 0,05$).

Ribeiro (2014) no trabalho de produção de acerola em pó pelo método *spray dryer*, obteve valor de pH de $3,83 \pm 0,02$ para pó processado. Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2004) estudaram o armazenamento da polpa de acerola em pó a temperatura ambiente obtida em um secador de leite de jorro, obtendo pH para o pó processado nos valores médios entre 3,7 e 3,8. Santos et al. (2014) no estudo da avaliação físico-química e comportamento higroscópico de goiaba em pó obtida por *spray dryer*, obtiveram pH do pó processado de aproximadamente $3,88 \pm 0,05$, indicando que esses valores se encontravam, do ponto de vista da tecnologia de alimentos em uma faixa segura em relação ao desenvolvimento microbiano. Rocha et al. (2014) na obtenção de suco de caju via *spray dryer* através do controle das condições de secagem, determinam pH para o pó processado na faixa de $3,88 \pm 0,01$, confirmando a estabilidade do produto processado em relação ao desenvolvimento e a proliferação dos microrganismos. Os valores de pH do referido trabalho tanto para *refractance window* como para o *spray dryer* encontram-se abaixo dos valores referenciados na literatura, essa diferença pode está relacionado as condições de secagem e ao material processado, porém de acordo com que foi relatado pelo os autores, os valores de pH para ambos os métodos do presente trabalho encontram-se no faixa segura de estabilidade em relação ao desenvolvimento de microrganismos.

4.1.3. Densidades

As **Tabelas de 8 a 10** representam os resultados das análises físico-químicas de densidades para o pó processado pelo método *refractance window* e *spray dryer*.

4.1.3.1. Densidade bulk

Tabela 8 - Resultados das análises de densidade bulk para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Densidade de bulk (g.mL ⁻¹)	<i>Spray Dryer</i>	Densidade de bulk (g.mL ⁻¹)
(1) 20%/85°C/150g	0,67±0,04 ^{a,b}	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,49±0,03 ^{a,b}
(2) 30%/85°C/150g	0,63±0,01 ^b	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,47±0,02 ^{a,b}
(3) 20%/95°C/150g	0,76±0,02 ^{a,c}	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,45±0,01 ^{a,b}
(4) 30%/95°C/150g	0,77±0,03 ^c	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,44±0,02 ^a
(5) 20%/85°C/250g	0,70±0,02 ^{a,b,c}	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,45±0,01 ^{a,b}
(6) 30%/85°C/250g	0,72±0,02 ^{a,b,c}	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,48±0,01 ^{a,b}
(7) 20%/95°C/250g	0,76±0,02 ^{a,c}	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,44±0,02 ^a
(8) 30%/95°C/250g	0,76±0,05 ^{a,c}	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,50±0,01 ^b
(9) 25%/90°C/200g	0,72±0,05 ^{a,b,c}	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	0,47±0,03 ^{a,b}

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 8**, os valores da densidade bulk para o método *refractance window* variaram de 0,63±0,01 a 0,77±0,03 g.mL⁻¹ e para o *spray* variaram de 0,44±0,02 a 0,50±0,01 g.mL⁻¹ para as diferentes condições de secagem para cada processo. Com o aumento da concentração de maltodextrina para o *refractance window* e *spray dryer* não houve diferença significativa (p>0,05), com exceção das condições 7 e 8 do *spray dryer*. Com aumento da temperatura para o *refractance window* e *spray dryer* não ocorreu diferença significativa (p>0,05) com exceção das condições 2 e 4 do *refractance window*. Com o aumento da massa do suco concentrado no *refractance window* e com aumento da vazão do soprador no *spray dryer* não houve diferença significativa (p>0,05), com exceção das condições 4 e 8 do *spray dryer*. Comparando o ponto central 9 com as demais condições para ambos os métodos de secagem, não houve diferença significativa (p>0,05) nos resultados.

Goula e Adamopoulos (2010) estudaram uma nova técnica para secagem por *spray dryer* de suco de laranja concentrado, determinando valores de densidade bulk para os pós de laranja variando de 0,14 a 0,41 g.mL⁻¹. Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por *spray dryer* e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, relatando que a densidade bulk do pó de amora preta variaram de 0,35 a 0,55 g.mL⁻¹. Os valores de densidade bulk do *spray dryer* do respectivo trabalho encontram-se dentro da faixa do trabalho literário de Fazaeli et al. (2012) e acima dos valores citados no trabalho de Goula e Adamopoulos (2010), essa diferença pode estar relacionada às condições do processo.

Tontul et al. (2018) analisaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, encontrando valores de densidade bulk em diferentes temperaturas (50, 60 e 70°C) variando na faixa de 0,52 a 0,68 g.mL⁻¹, os autores relataram que a temperatura de secagem teve efeito significativo na densidade bulk, relatando que as maiores densidades foram na temperatura de 70 °C. No presente trabalho a densidade bulk para temperatura de 85 °C variaram de 0,63 a 0,72 g.mL⁻¹, para a temperatura de 95 °C foram de aproximadamente 0,76 a 0,77 g.mL⁻¹ e para a temperatura de 90 °C foi de 0,72 g.mL⁻¹. Os valores mencionados no trabalho ficaram acima do citado na literatura. Esta diferença pode está relacionada às condições de processamento. Pode-se observar nos resultados que ocorreu um aumento da densidade bulk com o aumento da temperatura para as diferentes condições estudadas, como mencionado na literatura, porém de maneira geral esse aumento não foi significativo.

4.1.3.2. Densidade tapped

Tabela 9 - Resultados das análises de densidade tapped para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>		Densidade tapped (g.mL ⁻¹)	<i>Spray Dryer</i>		Densidade tapped (g.mL ⁻¹)
(1)	20%/85°C/150g	0,83±0,01 ^{a,c}	(1)	20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,76±0,05 ^{a,b}
(2)	30%/85°C/150g	0,82±0,01 ^a	(2)	30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,79±0,02 ^b
(3)	20%/95°C/150g	0,91±0,01 ^{a,b}	(3)	20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,79±0,03 ^b
(4)	30%/95°C/150g	0,91±0,00 ^{a,b}	(4)	30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,77±0,01 ^b
(5)	20%/85°C/250g	0,97±0,04 ^b	(5)	20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,73±0,01 ^a
(6)	30%/85°C/250g	0,99±0,12 ^b	(6)	30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,81±0,01 ^b
(7)	20%/95°C/250g	0,91±0,00 ^{a,b}	(7)	20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,72±0,01 ^a
(8)	30%/95°C/250g	0,89±0,04 ^{a,b}	(8)	30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,81±0,02 ^b
(9)	25%/90°C/200g	0,96±0,03 ^{b,c}	(9)	25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	0,74±0,05 ^{a,b}

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Tabela 9**, os valores da densidade tapped para o *refractance window* variaram de 0,82±0,01 a 0,99±0,12 g.mL⁻¹ nas diferentes condições, para o *spray dryer* variaram de 0,72±0,01 a 0,81±0,02 g.mL⁻¹ para diferentes variáveis. Com aumento da temperatura e com o aumento da concentração de maltodextrina para ambos os métodos de secagem, não houve diferença significativa (p>0,05), com exceção das condições 5 e 6; 7 e 8 do *spray dryer* em relação à maltodextrina. Com aumento da massa no *refractance window* nas condições 1 e 5; 2 e 6, e com aumento da vazão do soprador no *spray dryer* nas

condições 3 e 7, houve diferença significativa ($p \leq 0,05$). O ponto intermediário 9 para os dois métodos de secagem não diferiram significativamente ($p > 0,05$) em comparação com as demais variáveis, com exceção da condição 2 do *refractance window*.

Santhalakshmy et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, obtiveram valores de densidade tapped variando de $0,38 \pm 0,02$ a $0,48 \pm 0,03$ g.mL⁻¹. Medeiros e Lannes (2010) estudaram as propriedades físicas de substitutos do cacau, encontrando valores de densidade tapped variando de 0,51 a 0,69 g.mL⁻¹, concluindo que os valores da densidade tapped variaram de acordo com natureza do material. Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) estudaram a secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, obtendo valor de densidade tapped de 0,34 g.mL⁻¹ e pelo método *spray dryer* de 0,32 g.mL⁻¹. Tontul et al. (2018) estudaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, encontrando valores de densidade tapped em diferentes temperaturas variando na faixa de 0,66 (50 °C) a 0,70 (70 °C) g.mL⁻¹. Os valores de densidade tapped do presente trabalho para ambos os métodos de secagem ficaram acima dos valores reportados na literatura, essa diferença pode está relacionada a natureza do material como foi mencionado por Medeiros e Lannes (2010).

Verifica-se nos resultados que a densidade tapped está relacionada com a densidade bulk, visto que os procedimentos para determinação de ambos foram iguais, apresentando mesma massa e diferenciando na obtenção do volume, do qual para essa densidade foi determinada por batidas, compactando o pó até o volume constante, diminuindo os espaços vazios, refletindo em um menor volume e consequentemente em maior densidade, o que é compatível com os resultados, onde se verifica maiores valores de densidade para esse método e menores valores para a densidade bulk.

4.1.3.3. Densidade partícula

Tabela 10 - Resultados das análises de densidade partícula para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Densidade partícula (g.mL ⁻¹)	<i>Spray Dryer</i>	Densidade partícula (g.mL ⁻¹)
(1) 20%/85°C/150g	1,46±0,33 ^a	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	1,26±0,23 ^a
(2) 30%/85°C/150g	1,25±0,09 ^a	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	1,15±0,20 ^a
(3) 20%/95°C/150g	1,35±0,12 ^a	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	1,19±0,17 ^a
(4) 30%/95°C/150g	1,32±0,14 ^a	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	1,18±0,16 ^a
(5) 20%/85°C/250g	1,50±0,14 ^a	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,16±0,11 ^a
(6) 30%/85°C/250g	1,53±0,18 ^a	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,33±0,15 ^a
(7) 20%/95°C/250g	1,56±0,44 ^a	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,10±0,02 ^a
(8) 30%/95°C/250g	1,33±0,04 ^a	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,18±0,10 ^a
(9) 25%/90°C/200g	1,31±0,12 ^a	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	1,31±0,09 ^a

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 10**, os valores da densidade partícula para o *refractance window* variaram de 1,25±0,09 a 1,56±0,44 g.mL⁻¹ e para *spray dryer* variaram de 1,10±0,02 a 1,33±0,15 g.mL⁻¹ para todas as condições de secagem de cada processo. Não houve diferença significativa ($p>0,05$) para as diferentes condições de processamento para ambos os métodos de secagem.

Os valores de densidade partícula do pó processado pelo *spray dryer* foram semelhantes aos valores encontrados por Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2002) que estudaram a caracterização e as isothermas de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó pela secagem em leio de jorro, encontrando o valor de densidade partícula do pó de 1,31 g.mL⁻¹ e do trabalho de Oliveira, Figueirêdo e Queiroz (2006) que fizeram uma análise comparativa de polpas de pitanga integral e formulada em pó pelo *spray dryer*, obtendo densidade partícula das amostras variando de 1,19 e 1,38 g.mL⁻¹.

Os valores de densidade partícula do pó processado pelo *refractance window* foram próximos aos resultados determinado por Tonon (2009) na secagem por *spray dryer* do suco de açaí: Influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto que determinou valores de densidade partícula para pó de açaí com diferentes encapsulantes variando de 1,49±0,01 a 1,53±0,01 g.mL⁻¹ e do trabalho de Sousa et al. (2015) que estudaram a produção e caracterização da polpa de atemoia em pó pelo processo de secagem *spray*

dryer, determinando valores de densidade partícula do pó variando de $1,26 \pm 30,83$ a $1,42 \pm 69,19 \text{ g.mL}^{-1}$.

4.1.4. Porosidade

Na **Tabela 11**, encontram-se os resultados das análises de porosidade para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 11 - Análises de porosidade para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Porosidade (%)	<i>Spray Dryer</i>	Porosidade (%)
(1) 20%/85°C/150g	$41,32 \pm 11,64^a$	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$37,94 \pm 14,10^a$
(2) 30%/85°C/150g	$34,74 \pm 5,03^a$	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$29,53 \pm 12,36^a$
(3) 20%/95°C/150g	$32,62 \pm 5,99^a$	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$33,03 \pm 10,67^a$
(4) 30%/95°C/150g	$30,96 \pm 6,90^a$	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$34,45 \pm 8,14^a$
(5) 20%/85°C/250g	$35,12 \pm 7,15^a$	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$36,93 \pm 6,00^a$
(6) 30%/85°C/250g	$34,82 \pm 8,40^a$	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$38,58 \pm 6,40^a$
(7) 20%/95°C/250g	$38,49 \pm 1,29^a$	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$34,25 \pm 0,87^a$
(8) 30%/95°C/250g	$32,86 \pm 0,72^a$	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$31,39 \pm 7,23^a$
(9) 25%/90°C/200g	$26,70 \pm 8,11^a$	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	$43,75 \pm 2,87^a$

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Tabela 11**, os valores de porosidade do *refractance window* para as condições estudadas variaram de $26,70 \pm 8,11$ a $41,32 \pm 11,64\%$ e para o *spray dryer* os valores de porosidade variaram de $29,53 \pm 12,36$ a $43,75 \pm 2,87\%$ para cada condição estudada. Os resultados de porosidade para as diferentes condições de secagem do *refractance window* e *spray dryer* não foram estatisticamente significativo ($p > 0,05$) quando comparados.

Os valores de porosidade do *refractance window* foram acima dos valores mencionado por Caparino et al. (2012) que estudaram o efeito dos métodos de secagem nas propriedades físicas e microestruturais de manga (*Philippine 'Carabao' var.*) em pó, apresentando valores de porosidade para o pó de manga seco pelo *refractance window* variando de aproximadamente de 18 a 25%. Essa diferença pode está relaciona a quantidade de espaços vazios que permaneceram entre as partículas e da adição de maltodextrina ao suco formulado.

Os valores de porosidade para o *spray dryer* encontram-se abaixo dos valores citados por Sousa et al. (2015) que estudaram a produção e caracterização da polpa de atemoia em pó

pelo processo de secagem *spray dryer*, apresentando valores de porosidade coletado na câmara e no ciclone de secagem de 63,69% e 60,45% e do trabalho de Islam et al. (2017) que estudaram os efeitos da micro moagem úmida em secagem a vácuo sobre as propriedades físico-químicas e antioxidantes do suco de laranja (*Citrus unshiu*), obtendo valores de porosidade variando de 86,30 a 86,69%, essa diferença pode está relacionada as condições de processamento. De acordo Franco et al. (2016) e Islam et al. (2017), quanto menor a porosidade menor a degradação, devido ao um menor número de vazios que implica numa menor quantidade de oxigênio e consequentemente numa maior densidade, uma vez que essa medida de porosidade é inversamente proporcional a densidade. Portanto, o pó processado de acerola pelo *spray dryer* do presente trabalho possui menor grau de degradação do que os pós mencionados nos trabalhos literários.

4.1.5. Solubilidade

Na **Tabela 12**, encontram-se os resultados das análises de solubilidade para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 12 - Análises de solubilidade para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Solubilidade (%)	<i>Spray Dryer</i>	Solubilidade (%)
(1) 20%/85°C/150g	99,12±0,02 ^a	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	99,02±0,03 ^a
(2) 30%/85°C/150g	99,06±0,03 ^a	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	99,09±0,10 ^a
(3) 20%/95°C/150g	99,04±0,05 ^a	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	98,97±0,10 ^a
(4) 30%/95°C/150g	99,14±0,03 ^a	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	99,06±0,02 ^a
(5) 20%/85°C/250g	99,04±0,01 ^a	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	99,06±0,06 ^a
(6) 30%/85°C/250g	99,16±0,01 ^a	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	98,96±0,03 ^a
(7) 20%/95°C/250g	99,03±0,11 ^a	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	99,03±0,13 ^a
(8) 30%/95°C/250g	99,03±0,08 ^a	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	98,99±0,02 ^a
(9) 25%/90°C/200g	99,09±0,02 ^a	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	99,04±0,03 ^a

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Tabela 12**, o pó processado pelo método *refractance window* apresentaram valores de solubilidade variando de 99,03±0,08 a 99,16±0,01% para as diferentes condições de processamento, para o *spray dryer* os valores do pó desidratado variaram de 98,96±0,03 a 99,09±0,10% para cada condição estudada. Não houve diferença

significativa ($p>0,05$) para as diferentes condições estudadas de ambos os métodos de secagem.

Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, determinando valores de solubilidade variando de 87,67% a 99,67%. Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por *spray dryer* e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, obtendo valores de solubilidade de aproximadamente 76 a 80% em diferentes concentrações de maltodextrina (8, 12 e 16%) a uma temperatura de 110 °C, os resultados mostram que a concentração aumentada do agente transportador causou um aumento na solubilidade do pó, os autores atribuíram esse ocorrido ao fato de que a maltodextrina tem alta solubilidade em água e é usada principalmente no processo de secagem por *spray dryer* devido às suas propriedades físicas. Os resultados obtidos de solubilidade na secagem pelo *spray dryer* encontram-se dentro do intervalo mencionado por Santhalakshmy et al. (2015) e acima dos resultados reportado por Fazaeli et al. (2012), essa diferença pode estar relacionada às características da fruta e às condições de processamento em relação à concentração de maltodextrina e à temperatura de entrada. A solubilidade aumentou de maneira geral com aumento do agente carreador como foi mencionado na literatura, porém esse aumento não foi significativo.

Os valores de solubilidade para o *refractance window* nas condições estudadas encontram-se acima dos valores reportados por Castoldi et al. (2015) na produção de pó de tomate na secagem por *refractance window*, determinando valores de solubilidade variando de $87,11\pm 1,52$ a $94,76\pm 1,25\%$ para diferentes temperatura da água e espessuras da polpa; e do trabalho de Baeghbal, Niakousari e Farahnaky (2016) na secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, determinando valor de solubilidade 92,90% para o pó processado. Essa diferença dos resultados pode estar relacionada à fruta, a adição de carreador a matéria prima e ao peneiramento do suco fazendo com que os respectivos resultados do *refractance window* se aproximasse de 100%.

4.1.6. Ângulo de repouso

Na **Tabela 13**, encontram-se os resultados das análises de ângulo de repouso para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 13 - Análises de ângulo de repouso para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Ângulo de repouso (°)	<i>Spray Dryer</i>	Ângulo de repouso (°)
(1) 20%/85°C/150g	33,20±0,87 ^a	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	44,60±0,75 ^a
(2) 30%/85°C/150g	35,57±0,51 ^{a,b}	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	49,23±2,29 ^{b,c,d}
(3) 20%/95°C/150g	35,77±1,85 ^{a,b}	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	52,40±1,83 ^c
(4) 30%/95°C/150g	39,17±0,40 ^{b,d}	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	51,83±2,22 ^{b,c}
(5) 20%/85°C/250g	44,40±1,54 ^{c,e}	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	44,53±0,87 ^a
(6) 30%/85°C/250g	41,03±1,62 ^{c,d}	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	50,17±0,83 ^{b,c,d}
(7) 20%/95°C/250g	45,80±2,23 ^{e,g}	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	50,07±1,50 ^{b,c,d}
(8) 30%/95°C/250g	46,67±2,27 ^{e,f}	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	51,50±1,31 ^{b,c}
(9) 25%/90°C/200g	42,07±1,10 ^{c,d,g}	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	46,30±0,36 ^{a,d}

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Tabela 13**, o *refractance window* apresentou valores para o ângulo de repouso variando de 33,20±0,87 a 46,67±2,27° e o *spray dryer* variando de 44,53±0,87 a 52,40±1,83° de acordo com cada variável estudada para ambos os processos. Aumentando a temperatura e a concentração de maltodextrina no *refractance window*, observa-se que não houve diferença significativa ($p>0,05$) nos valores do ângulo de repouso, com exceção das condições 6 e 8 em relação a temperatura. Aumentando a massa do suco concentrado no *refractance window*, verifica-se diferença significativa ($p\leq 0,05$). Para o *spray dryer*, aumentando a temperatura nas condições 1 e 3; 5 e 7 e aumentando a concentração de maltodextrina nas condições 1 e 2; 5 e 6, observa-se variação significativa ($p\leq 0,05$). Aumentando a vazão do soprador, não houve diferença significativa ($p>0,05$). Em relação ao ponto central 9, para ambos os métodos de secagem, ocorreu diferença significativa ($p\leq 0,05$) em comparação com as condições 1, 2, 3 e 8 do *refractance window* e 3, 4 e 8 do *spray dryer*.

Os valores de ângulo de repouso para ambos os métodos de secagem ficaram próximos aos valores reportados por Medeiros et al. (2001) no estudo da escoabilidade de partículas inertes com polpa de frutas tropicais em leito de jorro, relatando que para a amostra com a polpa de acerola o ângulo de repouso variaram de aproximadamente de 40 a 50°, e do trabalho de Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2002) que estudaram a caracterização e as isotermas de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó, determinando o ângulo de repouso de 47,22° para o pó de acerola. De acordo com Astolfi-Filho et al. (2005) e Medeiros e Lannes (2010), sólidos particulados com até 35° de ângulo de repouso possuem boa fluidez, os de 35 a 45° possuem propriedades de escoamento livre, acima de 50° apresentam coesividade ou problemas de escoamento. Os ângulos de repouso do *refractance window*

possuem propriedades de escoamento livre, menos para condição 1 que possui boa fluidez e para condição 8 que possui coesividade; e os ângulos de repouso para *spray dryer* apresentaram problemas de escoamento, exceto para as condições 1 e 5 que tiveram escoamento livre.

Segundo Medeiros e Lannes (2010) e Nunes et al (2014) pós que apresentam menores ângulo de repouso tende exibir partículas mais esférica, grandes e lisas e com menor dificuldade de penetração da água e consequentemente maior solubilidade. De acordo com Gomes, Figueirêdo e Queiroz (2002) o ângulo de repouso é afetado pelo pó que tende absorver rapidamente umidade do ambiente e tende até uma maior degradação o que reflete em um material com menores valores de densidade, diminuindo as condições de fluidez e aumentando o ângulo de repouso. Portanto, observa-se que os resultados do *refractance window* estão de acordo com a literatura, uma vez que apresentou maiores valores de densidade, maior solubilidade e menor ângulo de repouso do que os resultados do *spray dryer*.

4.1.7. Teor de Umidade

Na **Tabela 14**, encontram-se os resultados do teor de umidade para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 14 - Análises de umidade para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Umidade (%)	<i>Spray Dryer</i>	Umidade (%)
(1) 20%/85°C/150g	7,00±0,23 ^a	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	2,78±0,04 ^a
(2) 30%/85°C/150g	6,65±0,98 ^a	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	2,61±0,02 ^{a,c}
(3) 20%/95°C/150g	6,81±0,27 ^a	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	1,22±0,16 ^b
(4) 30%/95°C/150g	6,50±0,66 ^a	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	1,62±0,31 ^{b,d}
(5) 20%/85°C/250g	6,36±0,60 ^a	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,76±0,18 ^{b,c}
(6) 30%/85°C/250g	6,48±0,89 ^a	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	2,88±0,72 ^a
(7) 20%/95°C/250g	6,28±0,13 ^a	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,63±0,33 ^{b,d}
(8) 30%/95°C/250g	6,45±0,94 ^a	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	1,12±0,14 ^b
(9) 25%/90°C/200g	7,00±0,10 ^a	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	2,13±0,31 ^{a,c,d}

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Tabela 14**, os valores de teor de umidade para *refractance window* variaram de 6,28±0,13 a 7,00±0,23% e para *spray dryer* variaram de 1,12±0,14 a 2,88±0,72% nas diferentes condições de processamento. Para os resultados de umidade do *refractance*

window não houve diferença significativa ($p>0,05$) para as diferentes condições de processamento. Para o *spray dryer*, aumentando a temperatura, não houve diferença significativa ($p>0,05$) para as condições 5 e 7, aumentando a concentração de maltodextrina nas condições 5 e 6 e da vazão do soprador nas condições 1 e 5, observa-se diferença significativa ($p\leq 0,05$). Comparando o resultado do ponto central 9 com as demais condições do *spray dryer*, houve diferença significativa ($p\leq 0,05$) para as condições 3 e 8. Os valores de teor de umidade dos respectivos métodos de secagem encontram-se dentro dos padrões estabelecidos pela legislação de produtos desidratados (BRASIL, 2005).

Ribeiro (2014) estudou a produção de acerola em pó pelo método *spray dryer*, obtendo valor de umidade para pó processado de 2,10%. Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por *spray dryer* e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, encontrando valores de umidade variando de aproximadamente 1,5 a 2,5%, mostrando que os resultados de teor de umidade dos pós secos por *spray dryer* diminuíram com o aumento da temperatura do ar de entrada, explicando que em temperatura de entrada mais alta, a taxa de transferência de calor para a partícula é maior, fornecendo maior força motriz para a evaporação da umidade. Rocha et al. (2014) na obtenção do suco de caju via *spray dryer* através do controle das condições de secagem, apresentaram resultados de umidade para o pó processado variando de 1,35 a 3,35%. Os resultados de teor de umidade do pó processado pelo *spray dryer* do respectivo trabalho foram semelhantes aos resultados relatados na literatura. Os resultados de teor de umidade do *refractance window* foram de acordo com os valores reportados por Tontul et al. (2018) que estudaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, relatando que o teor de umidade das amostras de pó de iogurte variaram entre 6,2 a 7,4%.

4.1.8. Atividade de água (A_w)

Na **Tabela 15**, encontram-se os resultados das análises de atividade de água para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 15 - Análises de atividade de água para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>		<i>Spray Dryer</i>	
	A_w (%)		A_w (%)
(1) 20%/85°C/150g	0,41±0,04 ^{a,b}	(1) 20%/140°C/2,5m³.min ⁻¹	0,30±0,01 ^a
(2) 30%/85°C/150g	0,38±0,01 ^{a,c,d}	(2) 30%/140°C/2,5m³.min ⁻¹	0,28±0,01 ^b
(3) 20%/95°C/150g	0,41±0,02 ^{a,c}	(3) 20%/160°C/2,5m³.min ⁻¹	0,26±0,01 ^{b,e}
(4) 30%/95°C/150g	0,37±0,01 ^{a,c,d}	(4) 30%/160°C/2,5m³.min ⁻¹	0,28±0,01 ^b
(5) 20%/85°C/250g	0,39±0,01 ^{a,c,d}	(5) 20%/140°C/3,5m³.min ⁻¹	0,21±0,00 ^{c,d}
(6) 30%/85°C/250g	0,46±0,01 ^b	(6) 30%/140°C/3,5m³.min ⁻¹	0,22±0,01 ^c
(7) 20%/95°C/250g	0,36±0,01 ^{c,d}	(7) 20%/160°C/3,5m³.min ⁻¹	0,19±0,02 ^d
(8) 30%/95°C/250g	0,42±0,01 ^{a,b}	(8) 30%/160°C/3,5m³.min ⁻¹	0,21±0,01 ^{c,d}
(9) 25%/90°C/200g	0,35±0,01 ^d	(9) 25%/150°C/3,0m³.min ⁻¹	0,24±0,00 ^e

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 15**, as análises de atividade de água do pó processado pelo *refractance window* variaram de 0,35±0,01 a 0,46±0,01 e para o *spray dryer* variaram de 0,19±0,02 a 0,30±0,01 para as diferentes condições de processo. Para o *Refractance window* com o aumento da temperatura não houve diferença significativa ($p>0,05$), já com aumento da concentração de maltodextrina, houve diferença estatística ($p\leq 0,05$) para as condições 5 e 6; 7 e 8, com o aumento da massa do suco concentrado ocorreu diferença significativa ($p\leq 0,05$) nas condições 2 e 6. Para o *spray dryer*, com o aumento da concentração de maltodextrina, verifica diferença estatística ($p\leq 0,05$) nas condições 1 e 2, com aumento da temperatura, observa-se diferença significativa ($p\leq 0,05$) nas condições 1 e 3, com aumento da vazão do soprador, verifica-se diferença significativa ($p\leq 0,05$) em todas as condições. Em relação ao ponto central 9 de ambos os métodos quando comparado com as demais condições, verificou-se diferença significativa ($p\leq 0,05$) para as condições 1, 3, 6 e 8 do *refractance window* e não observou-se diferença significativa ($p>0,05$) para condição 2 do *spray dryer*.

Fazaeli et al. (2012) estudaram o efeito das condições de secagem por *spray dryer* e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, obtendo valor de atividade de água dos pós variando de 0,15 a 0,32, considerando os resultados microbiologicamente estável. Islam et al. (2016) estudaram o efeito da secagem por *spray dryer* a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, obtendo valores de atividade de água para todas amostras de pó de 0,15 e 0,25, mostrando que todos valores resultaram em um produto com boa estabilidade. Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, os autores mostram que as atividades médias de água dos pós variaram de 0,18 a 0,25. Os valores de

atividade de água do pó processado pelo *spray dryer* do presente trabalho encontram-se de acordo com os valores reportados na literatura.

Os resultados de atividade de água do *refractance window* foram acima dos valores reportados Castoldi et al. (2015) que estudaram a produção de pó de tomate por *refractance window*, obtendo valores de atividade de água do pó processado variando de $0,26 \pm 0,01$ a $0,29 \pm 0,02$ e do trabalho Tontul et al. (2018) que estudaram as propriedades físicas e microbiológicas do pó de iogurte produzido na secagem por *refractance window*, obtendo valores de atividade de água variando de $0,28 \pm 0,02$ a $0,33 \pm 0,01$. Essa diferença pode estar relacionada à espessura da polpa e ao tempo de secagem.

De acordo com Sousa et al. (2015) pós com atividade de água inferior a 0,6 são considerados microbiologicamente e quimicamente seguros. Portanto os resultados apresentados para ambos os métodos de secagem, encontram-se bioquimicamente e microbiologicamente estáveis.

Consegue-se verificar uma relação da atividade de água com teor de umidade, onde se observa para ambos os processos de secagem, que quando se tem menores valores de atividade de água do pó processado, se tem menores valores de umidade, o que é condizente, uma vez que a umidade representa a composição da água livre em um sistema alimentar.

4.1.9. Sólidos solúveis totais (°Brix)

Na **Tabela 16**, encontram-se os resultados de sólidos solúveis totais para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 16 - Análises de sólidos solúveis totais para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>		°Brix	<i>Spray Dryer</i>		°Brix
(1)	20%/85°C/150g	$18,63 \pm 0,11^{a,c,d}$	(1)	20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$18,97 \pm 0,81^a$
(2)	30%/85°C/150g	$20,70 \pm 0,26^b$	(2)	30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$21,63 \pm 0,21^b$
(3)	20%/95°C/150g	$19,13 \pm 0,30^{a,d}$	(3)	20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$19,90 \pm 0,26^a$
(4)	30%/95°C/150g	$20,37 \pm 0,15^b$	(4)	30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	$20,27 \pm 0,58^{a,d}$
(5)	20%/85°C/250g	$17,93 \pm 0,06^c$	(5)	20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$16,20 \pm 0,26^c$
(6)	30%/85°C/250g	$19,47 \pm 0,50^a$	(6)	30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$18,97 \pm 0,76^a$
(7)	20%/95°C/250g	$18,67 \pm 0,55^{a,c}$	(7)	20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$19,57 \pm 0,32^a$
(8)	30%/95°C/250g	$20,40 \pm 0,17^b$	(8)	30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	$21,27 \pm 0,06^{b,d}$
(9)	25%/90°C/200g	$18,57 \pm 0,21^{c,d}$	(9)	25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	$19,63 \pm 0,40^a$

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

O valor de sólidos solúveis totais para o suco de acerola concentrado foi de $7,33 \pm 0,25$ °Brix. De acordo com os padrões de identidade e qualidade para a polpa de acerola, o valor mínimo de sólidos solúveis totais a 20 °C é de 5,50 °Brix (BRASIL, 2016). Portanto o presente resultado ficou dentro dos padrões estabelecido pela legislação. Freitas et al. (2006) no estudo da produção, composição, aspectos nutricionais e produtos de acerola, determinaram o valor de sólidos solúveis totais para o suco de acerola não processado de 7,70 °Brix no estágio de maturação intermediário. Caetano, Daiuto e Vieites (2012), analisaram as características físico-química e sensorial de geleia elaborada com polpa e suco de acerola, obtendo o valor de $7,61 \pm 0,04$ °Brix de sólidos solúveis totais para o suco de acerola. Matsuura et al. (2001) estudaram as avaliações físico-químicas em frutos de diferentes genótipos de acerola (*malpighia punicifolia* L.), determinando valor de sólidos solúveis totais para um determinado genótipo (CMF 010) de 7,3 °Brix. O resultado apresentado no respectivo trabalho ficou próximo dos valores reportados na literatura.

De acordo com a **Tabela 16**, os valores de sólidos solúveis para o *refractance window* variaram de $17,93 \pm 0,06$ a $20,70 \pm 0,26$ °Brix e para o *spray dryer* os resultados variaram de $16,20 \pm 0,26$ a $21,63 \pm 0,21$ °Brix para cada condição de processamento. Com aumento da concentração de maltodextrina para ambos os métodos de secagem, observa-se diferença significativa ($p \leq 0,05$) para os resultados de sólidos solúveis totais, com exceção das condições 3 e 4 do *spray dryer*. No *refractance window*, com aumento da temperatura nas condições 6 e 8 e com aumento da massa do suco concentrado nas condições 2 e 6, houve diferença estatística ($p \leq 0,05$) nos resultados. No *spray dryer* com aumento da temperatura nas condições 1 e 3 e com aumento da vazão do soprador nas condições 3 e 7; 4 e 8, não observa-se diferença significativa ($p > 0,05$) para os valores de sólidos solúveis totais. Em relação ao ponto central 9 dos diferentes métodos de secagem em comparação com as condições 2, 4, 6 e 8 do *refractance window* e 2, 5 e 8 do *spray dryer*, houve diferença estatística ($p \leq 0,05$).

Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, obtendo para o pó processado a diferentes temperaturas e concentrações de maltodextrinas, sólidos solúveis totais variando de $30,63 \pm 0,25$ a $31 \pm 0,00$ °Brix. Os valores de °Brix para ambos os processos de secagem ficaram abaixo dos valores mencionados na literatura, essa diferença pode está relacionada às características de sólidos totais da fruta, uma vez que o jamun tem uma quantidade de sólidos maior que a acerola e nas diferentes concentrações de agente encapsulante no processo. Ribeiro (2014) na produção de acerola em pó por diferentes métodos de secagem obteve para pó seco por *spray* $96 \pm 1,73$ °Brix de sólidos solúveis totais e

para o pó liofilizado $97 \pm 2,00$ °Brix de sólidos solúveis totais. Essa diferença acentuada dos valores do presente trabalho em relação aos resultados encontrado por Ribeiro (2014) pode está relacionada a metodologia seguida para a constituição do pó desidratado.

Observa-se no trabalho que os valores de sólidos solúveis totais para as diferentes concentrações de maltodextrinas para ambos os métodos de secagem ficaram próximos, o que pode está relacionado à degradação dos açúcares que não se conservaram.

4.1.10. Rendimento

Na **Tabela 17**, encontram-se os resultados das análises de rendimento para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 17 - Análises de rendimento para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Rendimento (%)	<i>Spray Dryer</i>	Rendimento (%)
(1) 20%/85°C/150g	87,19 $\pm$ 3,48 ^{a,d,e}	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	18,76
(2) 30%/85°C/150g	80,33 $\pm$ 1,35 ^{a,b,c}	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	25,21
(3) 20%/95°C/150g	89,09 $\pm$ 3,09 ^{a,d}	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	31,21
(4) 30%/95°C/150g	76,89 $\pm$ 1,74 ^{b,c}	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	29,26
(5) 20%/85°C/250g	86,52 $\pm$ 3,45 ^{a,b,d,e}	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	18,78
(6) 30%/85°C/250g	73,76 $\pm$ 5,44 ^c	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	32,71
(7) 20%/95°C/250g	90,84 $\pm$ 2,16 ^d	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	28,30
(8) 30%/95°C/250g	77,44 $\pm$ 2,22 ^{c,e}	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	31,21
(9) 25%/90°C/200g	82,00 $\pm$ 5,27 ^{a,c,d}	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	18,08

Médias seguidas por mesma letra, na mesma coluna, não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme os resultados da **Tabela 17**, os valores de rendimento do *refractance window* variam de $73,76 \pm 5,44$ a $90,84 \pm 2,16\%$ e para o *spray dryer* os resultados variaram de 18,08 a 32,71% para cada variável estudada. Para o *refractance window* não houve diferença significativa ($p > 0,05$) com aumento da concentração de maltodextrina para as condições 1 e 2; com o aumento da temperatura e da massa não verifica-se diferença estatística ($p > 0,05$), em relação ao ponto central em comparação com as demais condições, não houve diferença significativa ($p > 0,05$). Não foi aplicado o teste de tukey ao rendimento do *spray dryer*, porque as análises não foram feitas em triplicada, devido ao fato que suco foi feito em um lote só de processamento.

Goula e Adamopoulos (2010) estudaram uma nova técnica para secagem por *spray dryer* de suco de laranja concentrado, relatando que o rendimento do resíduo variou de 5 a 14% para diferentes temperaturas. Santhalakshmy et al. (2015) no estudo do efeito da temperatura de entrada nas propriedades físico-químicas do pó de suco de fruta jamun seco por *spray dryer*, relataram valores de rendimento variando de 6,35 a 8,25%. Zotareli (2014) na produção e caracterização de manga desidratada em pó por diferentes métodos de secagem determinou $11,6 \pm 0,6\%$ de rendimento para pó processado pelo *spray dryer* e $94,5 \pm 3,4\%$ de rendimento para pó desidratado pelo *refractance window*. Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) estudaram a secagem de suco de romã pelo método *refractance window*, obtendo rendimento de 95,2%. Ribeiro (2014) na produção de acerola em pó por diferentes métodos de secagem obteve valores de rendimento para o *spray dryer* variando de 17,2 a 37,9%.

Os resultados de rendimento do *spray dryer* do respectivo trabalho ficaram acima dos citados na literatura, apresentando melhores rendimentos do que os trabalhos citados, com exceção do trabalho Ribeiro (2014), do qual também trabalhou com pó de acerola produzido no *spray dryer*, obtendo valores de rendimento semelhante ao resultado de respectivo trabalho. Os valores de rendimento do *refractance window* foram próximos aos trabalhos citados.

Segundo Tontul e Topuz (2017), o rendimento é um parâmetro de grande importância no setor industrial, indicando que produtos com mais de 50% de rendimento apresentam uma secagem bem sucedida. O *refractance window* apresentou valores de rendimento superior a 50%, apresentando uma secagem bem sucedida em comparação ao *spray dryer* que os valores foram inferiores.

4.1.11. Teor de ácido de ascórbico

Na **Tabela 18**, encontram-se os resultados das análises teor de ácido de ascórbico para o pó processado nas diferentes condições de secagem para os métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 18 - Análises de ácido ascórbico para o pó processado pelas diferentes condições de secagem dos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

<i>Refractance window</i>	Ácido ascórbico (mg/100g)	<i>Spray dryer</i>	Ácido ascórbico (mg/100g)
(1) 20%/85°C/150g	700,00	(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	883,33
(2) 30%/85°C/150g	713,33	(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	883,33
(3) 20%/95°C/150g	966,67	(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	766,67
(4) 30%/95°C/150g	810,00	(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	960,00
(5) 20%/85°C/250g	916,67	(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	966,67
(6) 30%/85°C/250g	760,00	(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	916,67
(7) 20%/95°C/250g	758,33	(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	766,67
(8) 30%/95°C/250g	728,33	(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	800,00
(9) 25%/90°C/200g	836,67	(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	783,33

Fonte - Própria autora, 2019.

O suco concentrado de acerola apresentou teor de vitamina C de 3025,60 mg/100g. De acordo com os padrões de identidade e qualidade para a polpa de acerola, o valor mínimo de teor de ácido ascórbico é de 800 mg/100g. (BRASIL, 2016). Portanto o resultado ficou dentro dos padrões estabelecido pela legislação. Mendes et al. (2012) na revista cultura de acerola, relataram que o conteúdo de vitamina C presente na polpa de acerola, variam de 1000 até próximo de 4000 mg/100g de suco. Delva e Schneider (2013) na produção, manejo pós-colheita, nutrição e atividade biológica de acerola, indicaram que o conteúdo de vitamina C da acerola pode variar de 695 a 4827 mg/100g de fruta. Freitas et al. (2006) na produção, composição, aspectos nutricionais e produtos de acerola, observaram uma grande variação do conteúdo de vitamina C, de 779 a 3094,43 mg/100g de polpa. O valor de vitamina C determinado no respectivo trabalho ficou de acordo com os valores relatados na literatura.

O teor de vitamina C para pó processado pelo *refractance window* variaram de 700,00 a 966,67 mg/100g e para o *spray dryer* variaram de 766,67 a 966,67 mg/100g para cada variável estudada conforme a **Tabela 18**. Para o *refractance window* a perda de ácido ascórbico em relação ao suco concentrado foi de 68,05 a 76,86% e em relação ao *spray dryer* a perda variou de 68,05 a 74,66%. Ribeiro (2014) na produção de acerola em pó: métodos de secagem e avaliação da estabilidade gerou um pó processado pelo *spray dryer* com perda de 79,69% de vitamina C, quando comparado à polpa integral. Tanaka (2007) estudou a influência da desidratação por *spray dryer* sobre o teor de ácido ascórbico no suco de acerola verde, observando que este tipo de processo gerou uma perda de 80,65% sobre o teor de ácido ascórbico. Rocha et al. (2014) estudaram a obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem, ressaltando que o processo por *spray dryer* ocasionou uma redução do teor de vitamina C da ordem de 82,25%, relacionando essa redução a ao

efeito da temperatura na aceleração da degradação da vitamina C. Os resultados de porcentagem de perda de vitamina C para ambos os métodos de secagem do presente trabalho ficaram a baixos dos resultados mostrado na literatura, ou seja, a perda de vitamina C foi menor do que os trabalhos citados.

4.1.12. Comparação dos resultados das caracterizações físico-químicas do suco concentrado e do pó processado.

A **Tabela 19** representa os resultados das análises físico-químicas do suco concentrado e do pó processado a parti das médias obtidas pelas diferentes condições de processamento dos respectivos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

Tabela 19 - Caracterização físico-química do suco concentrado e do pó processado a parti das médias obtidas pelas diferentes condições de processamento dos respectivos métodos *refractance window* e *spray dryer*.

	Suco concentrado	<i>Refractance window</i>	<i>Spray dryer</i>
pH	2,94±0,001 ^a	3,14±0,10 ^b	2,93±0,09 ^a
Densidade bulk (g.mL ⁻¹)	-	0,72±0,05 ^a	0,46±0,05 ^b
Densidade tapped (g.mL ⁻¹)	-	0,91±0,06 ^a	0,77±0,03 ^b
Densidade partícula (g.mL ⁻¹)	-	1,40±0,11 ^a	1,21±0,08 ^b
Porosidade (%)	-	34,18±4,21 ^a	35,54±4,28 ^a
Solubilidade (%)	-	99,08±0,05 ^a	99,02±0,04 ^b
Ângulo de repouso (°)	-	40,41±4,82 ^a	48,96±3,06 ^b
Umidade (%)	-	6,61±0,27 ^a	1,97±0,67 ^b
Atividade de água (A _w)	-	0,39±0,03 ^a	0,24±0,04 ^b
Sólidos solúveis totais (°Brix)	7,33±0,25 ^a	19,32±0,98 ^b	19,60±1,57 ^b
Rendimento (%)	-	82,67±6,01 ^a	25,95±5,95 ^b
Ácido ascórbico (mg/100g)	3025,605±0,00 ^a	799±92,74 ^b	858±81,05 ^b

-: Variáveis não analisadas. Médias seguidas por mesma letra na mesma linha, não diferem estatisticamente entre si (p>0,05) pelo teste de Tukey.

Fonte - Própria autora, 2019.

• pH

De acordo com a **Tabela 19**, o valor médio das condições de processamento do *refractance window* para o pH foi maior que o valor médio de pH do suco concentrado, apresentando diferença significativa (p≤0,05), para o *spray dryer* em relação ao suco concentrado não houve diferença significativa (p>0,05). O *refractance window* apresentou valor médio das condições de processamento de pH maior do que o valor médio do *spray dryer*, com diferença significativa (p≤0,05). De acordo com Delva e Schneider (2013), a

acerola é uma fruta muito ácida com pH variando de acordo com o estágio de maturidade, os ácidos orgânicos predominando na acerola, são os ácidos málico, os cítrico e os tartárico, que são importantes no desenvolvimento do sabor característico da fruta, então observa-se que em relação ao *spray dryer* esses ácidos se conservaram e em relação ao *refractance window* ocorreu uma perda significativa, e verifica-se também que o *spray dryer* possui maior estabilidade microbiológica do que o pó processado pelo *refractance window* de acordo com a literatura que foi mencionada anteriormente na análise de pH.

- Densidades

Conforme a **Tabela 19**, a média das condições de processamento para a densidade bulk, densidade tapped e densidade partícula do *refractance window* foram maior que média das condições de secagem para as respectivas densidades do *spray dryer*, apresentando efeito significativo ($p \leq 0,05$). De acordo com Baeghbali, Niakousari e Farahnaky (2016) amostras com maior teor de umidade apresentam maior densidade, fato esse que se aplica aos resultados do respectivo trabalho, uma vez que as amostras secas pelo *refractance window* apresentaram maior teor de umidade do que as amostras do *spray dryer*. Segundo Santhalakshmy et al. (2015), quanto menor a densidade bulk, mais ar ocluído dentro dos pós e, portanto, maior possibilidade de oxidação do produto, menor estabilidade no armazenamento e maior volume para embalagens. Portanto o pó processado pelo *refractance window* apresentou menor possibilidade de oxidação do que o pó processado pelo *spray dryer*.

- Porosidade

Conforme a **Tabela 19**, o valor médio das condições de processamento para a porosidade do *refractance window* não foi estatisticamente significativa ($p > 0,05$) em comparação com o valor médio das condições de secagem do *spray dryer*, ou seja, os resultados de porosidade de ambos os métodos são similares, não apresentando diferença expressiva.

- Solubilidade

Conforme a **Tabela 19**, o valor médio das condições de processamento para a solubilidade do *refractance window* foi significativo ($p \leq 0,05$) em relação ao valor médio das variáveis de secagem de solubilidade do *spray dryer*. Os resultados de solubilidade do *refractance window* foram relativamente maiores que os valores de solubilidade do *spray dryer*. Segundo Castoldi et al. (2015); Tontul e Topuz (2017) e Vissotto et al. (2006), uma maior solubilidade é desejável quando se utiliza o pó como aditivo na formulação de diferentes produtos, pois é necessário um produto com ótimas qualidades de reidratação. Portanto o *refractance window* no geral apresentou melhor propriedade de reidratação do que o *spray dryer*.

- Ângulo de escoamento

De acordo com **Tabela 19**, O valor médio das variáveis de processamento para o ângulo de repouso do *refractance window* foi menor que valor médio das condições de secagem para o ângulo de repouso do *spray dryer*, sendo estatisticamente significativa ($p \leq 0,05$) quando comparadas. Portanto de acordo com os resultados o *refractance window* apresentou melhor propriedade de escoamento e de penetração da água do que o *spray dryer*.

- Teor de umidade

Conforme a **Tabela 19**, o resultado médio das condições de processamento para o teor umidade do *refractance window* foi significativo ($p \leq 0,05$) em relação ao resultado médio das variáveis de processamento para a umidade do *spray dryer*. O *refractance window* apresentou maior conteúdo de umidade do que o *spray dryer*, essa diferença está relacionada aos processos de secagem, do qual o do *spray dryer* é automatizado tendo um controle eficaz da perda de água e consequente apresentando um produtor com melhores resultados de umidade em comparação com o *refractance window* que não é automatizado, sendo feito o controle manualmente, de forma visual e considerando apenas o tempo de secagem determinado no estudo da cinética de secagem, fazendo com que não se tenha um controle eficiente na determinação de um produto com umidade desejável. Segundo Tontul e Topuz (2017), produtos com teor de umidade inferior a 5% são classificados como microbiologicamente mais seguros e podem ser armazenados em longo prazo. Portanto os

resultados de teor umidade do *spray dryer* foram melhores que os resultados de conteúdo de umidade do *refractance window*.

- Atividade de água

Conforme a **Tabela 19**, a diferença entre os valores médios das condições de processamento para a atividade de água foi estatisticamente significativo ($p \leq 0,05$). O *spray dryer* apresentou menor valor de atividade de água, portanto o pó processado pelo *spray dryer* é mais estável e mais seguro microbiologicamente do que o pó processado pelo *refractance window*.

- Sólidos solúveis totais

De acordo com a **Tabela 19**, a média das condições de processo para o teor de sólidos solúveis totais para ambos os métodos de secagem foi maior em comparação com suco concentrado, apresentando diferença significativa ($p \leq 0,05$), esse aumento expressivo ocorreu devido ao uso do encapsulante nos processos, fazendo com que ocorresse o incremento no teor de sólidos solúveis totais. Para ambos os métodos quando comparados em relação à média das condições secagem para o teor de sólidos solúveis totais, não houve diferença significativa ($p > 0,05$), sendo, portanto similares os resultados.

- Rendimento

Conforme a **Tabela 19**, o valor médio das condições de processamento para o rendimento do *refractance window* foi estatisticamente significativo ($p \leq 0,05$) em comparação com o valor médio das variáveis de secagem do *spray dryer*, portanto o *refractance window* apresentou melhores resultados de rendimento.

- Ácido ascórbico

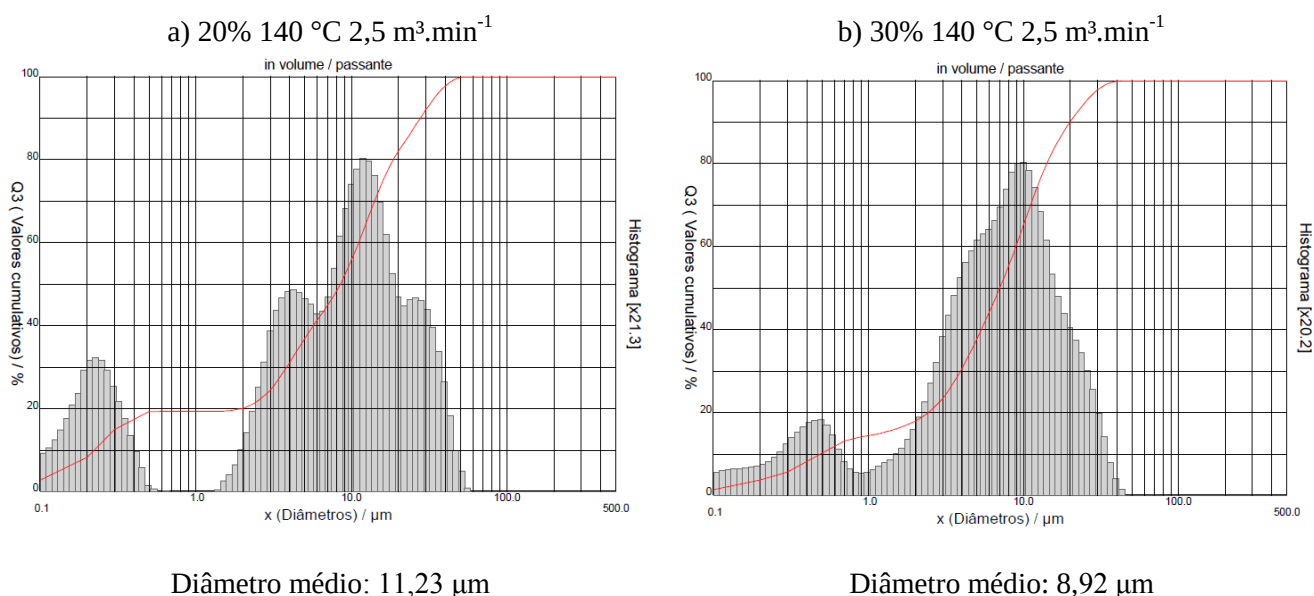
Como foi mostrado na **Tabela 19**, o valor médio das condições de processamento do teor de ácido ascórbico para ambos os métodos de secagem em comparação ao resultado de vitamina C do suco concentrado, foi estatisticamente significativo ($p \leq 0,05$). Observa-se que ocorreu uma diminuição no conteúdo de vitamina C para os processos de secagem, essa perda

já era esperada uma vez que a temperatura causa uma degradação no conteúdo de ácido ascórbico com mencionado por Rocha et al. (2014). Observa-se também que a degradação da vitamina C no *refractance window* pode está relacionada ao aumento de pH, fazendo com que ocorra a perda do ácido ascórbico, já no *spray dryer* o pH se manteve em relação ao suco concentrado, não sendo atribuída a esse fator a degradação da vitamina C e sim a temperatura como mencionado, entre outros fatores para ambos os métodos. Não houve diferença significativa ($p>0,05$) do valor médio das variáveis de processo para a vitamina C em relação ao valor médio das condições de secagem do *spray dryer*.

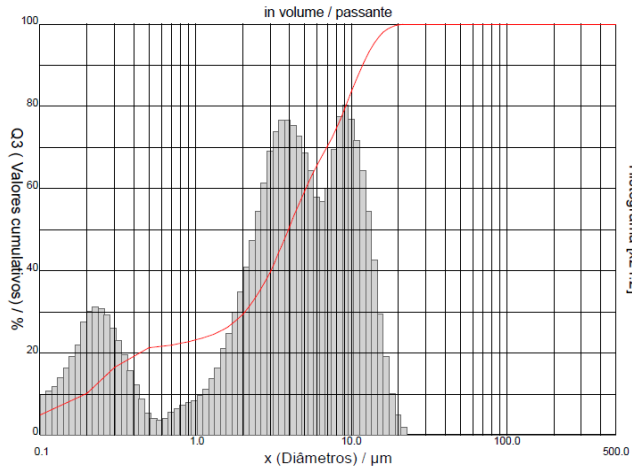
4.1.13. Análise granulométrica

A **Figura 16** representam as análises de granulometria para as diferentes condições de secagem do *spray dryer*.

Figura 16 - Análises de granulometria do pó processado pelo *spray dryer* em diferentes condições de secagem.

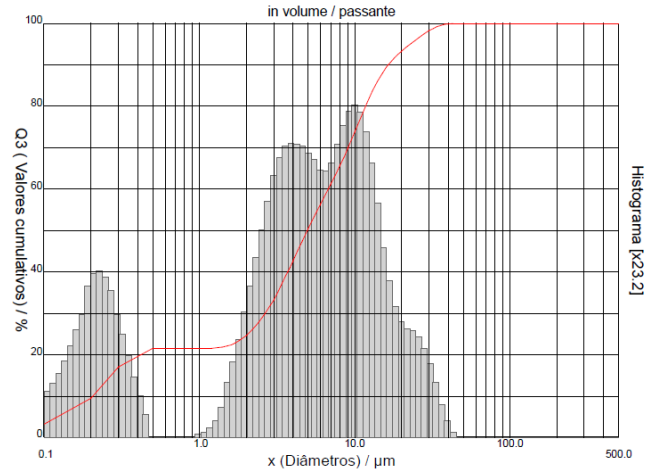


c) 20% 160 °C 2,5 m³.min⁻¹



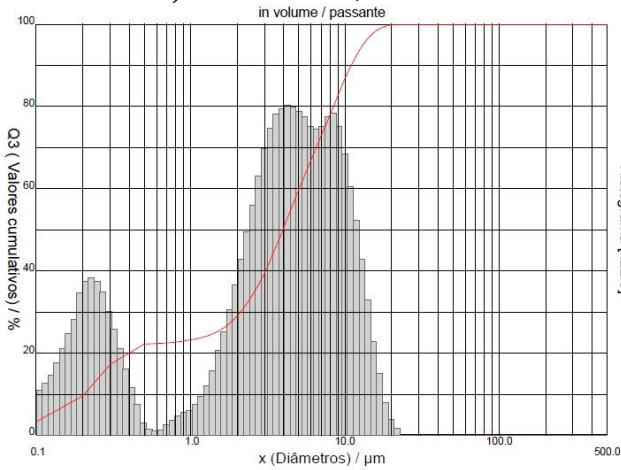
Diâmetro médio: 5,11 μm

d) 30% 160 °C 2,5 m³.min⁻¹



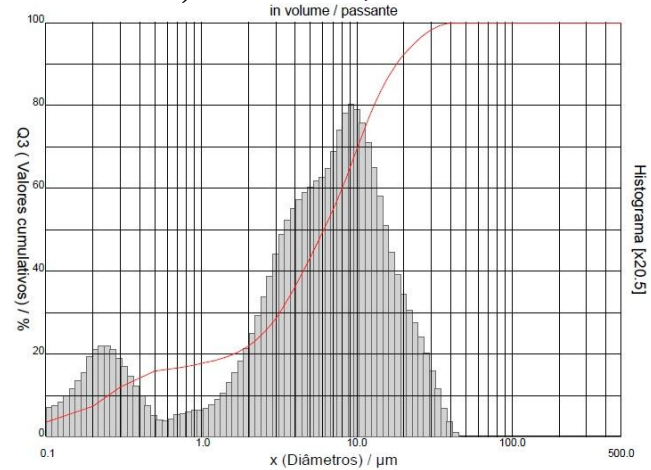
Diâmetro médio: 7,17 μm

d) 20% 140 °C 3,5 m³.min⁻¹



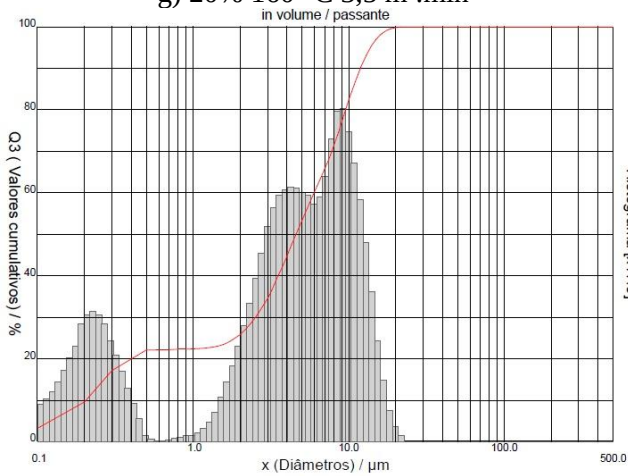
Diâmetro médio: 4,88 μm

f) 30% 140 °C 3,5 m³.min⁻¹



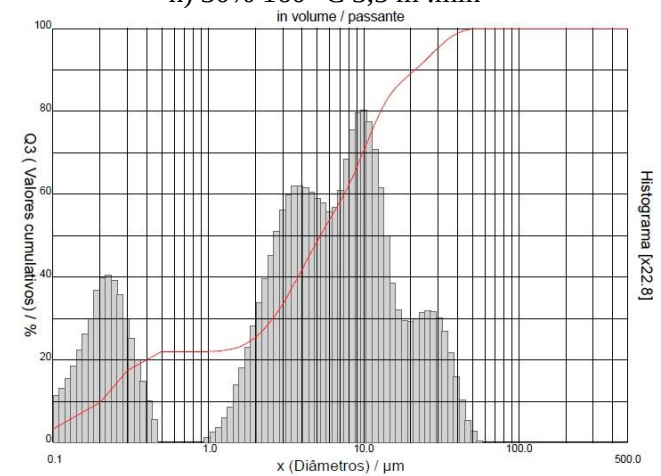
Diâmetro médio: 7,99 μm

g) 20% 160 °C 3,5 m³.min⁻¹

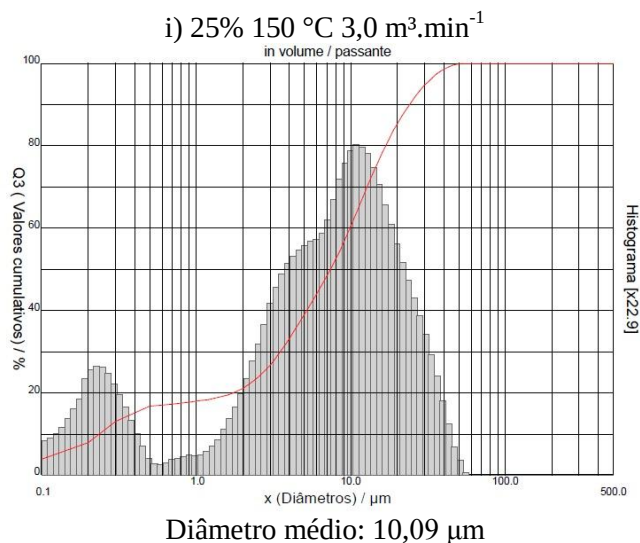


Diâmetro médio: 5,49 μm

h) 30% 160 °C 3,5 m³.min⁻¹



Diâmetro médio: 8,30 μm



Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Figura 16**, o tamanho médio das partículas para cada condição de processamento, variaram de 4,88 a 11,23 μm, as condições b, f e i apresentaram distribuição bimodal com dois picos distintos, as condições a, c, d, e, g e h demonstram comportamento polimodal com três ou mais picos distintos. Os tamanhos médios de distribuição de partícula encontram-se de acordo com resultados de Fazaeli et al. (2012) que estudaram o efeito das condições de secagem por *spray dryer* e composição da alimentação nas propriedades físicas do pó de suco de amora preta, obtendo tamanho médio das partículas dos pós variando de 4 a 13 μm para diferentes concentrações e equivalente de dextrose da maltodextrina; e do trabalho de Islam et al. (2016) no estudo do efeito da secagem por *spray dryer* a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, apresentando valores de partículas variando de 7,68 a 12,84 μm para diferentes concentrações de maltodextrina.

Segundo Santhalakshmy et al. (2015), temperaturas de entrada mais altas resultam em partículas maiores, devido ao seu inchamento e a rápida evaporação da umidade, promovendo a formação de uma crosta dura que não permite a contração das partículas durante a secagem por *spray dryer*. Os resultados apresentado na **Figura 16** não foram influenciados pela as condições de processamento, não mantendo uma linearidade em aumentar ou diminuir em relação às variáveis de secagem.

Tontul e Topuz (2017), relataram que pós secos por *spray dryer* tem o tamanho de partícula pequeno (<50 μm) indicando propriedades de manuseio e reconstituição ruins. Portanto os resultados de granulometria para *spray dryer* de acordo com os autores possuem propriedades não desejáveis.

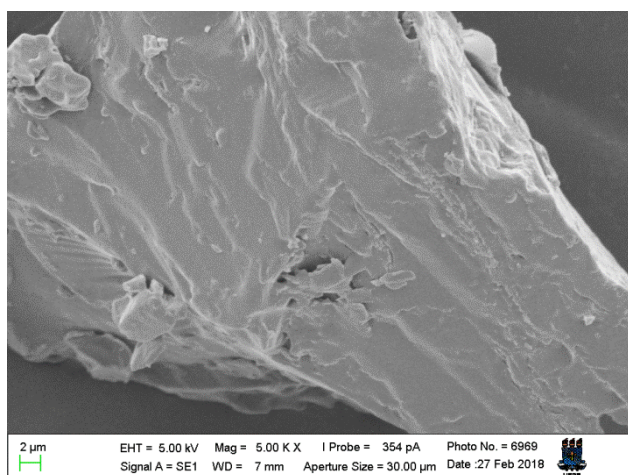
4.1.14. Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

4.1.14.1. MEV do *refractance window*

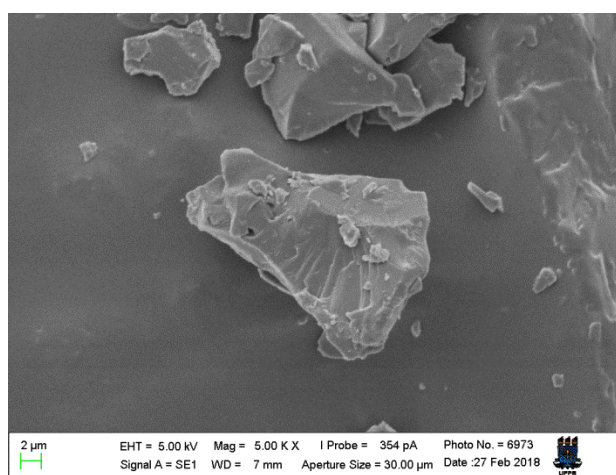
As **Figuras 17** representam os resultados de morfologia do pó processado pelas diferentes condições de secagem do *refractance window*.

Figura 17 - Análises de MEV do pó processado pelo *refractance window* em diferentes condições de secagem, com aumento de 5.00 kx.

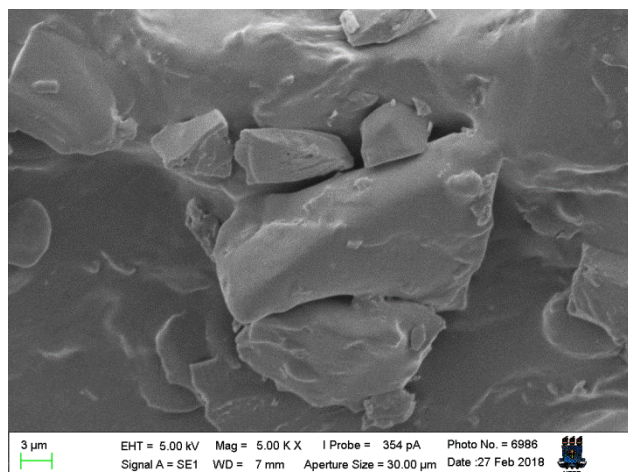
a) 20% 85 °C 150 g



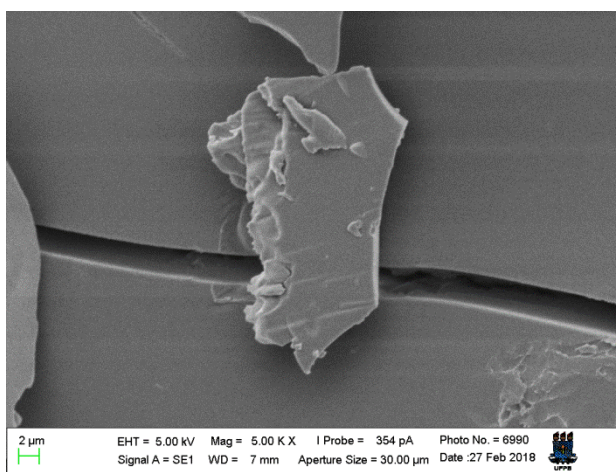
b) 30% 85 °C 150 g



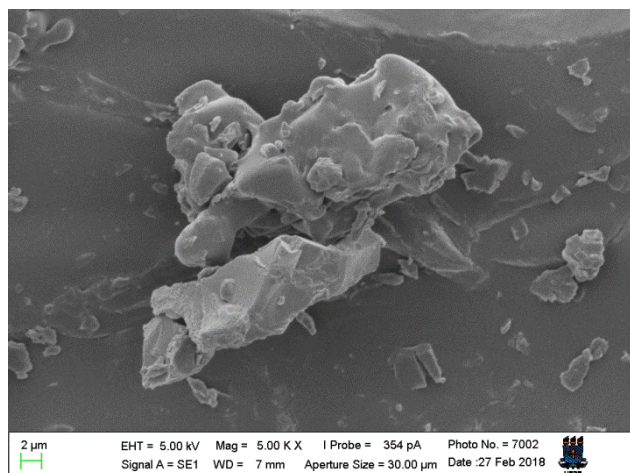
c) 20% 95 °C 150 g



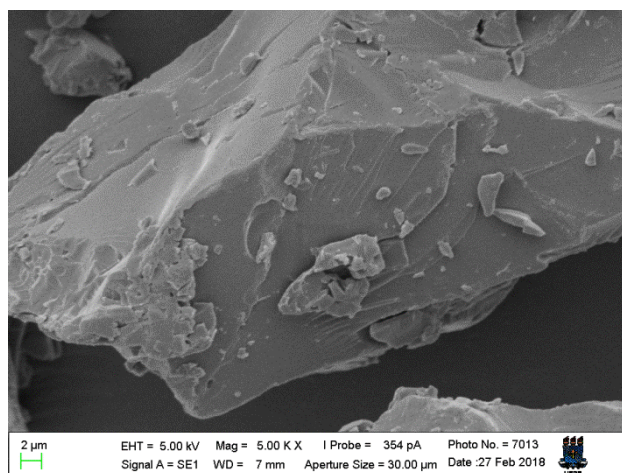
d) 30% 95 °C 150 g



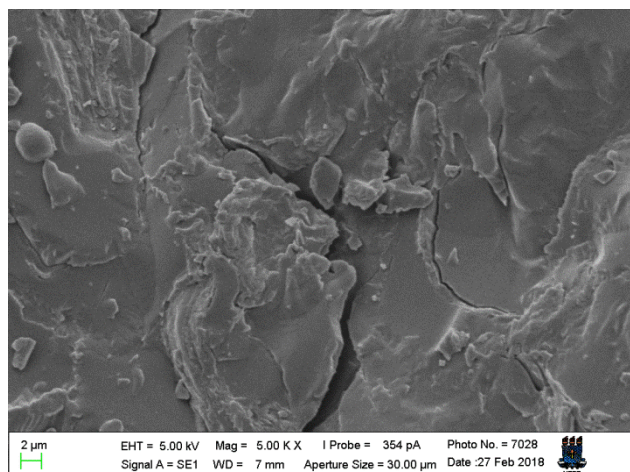
e) 20% 85 °C 250 g



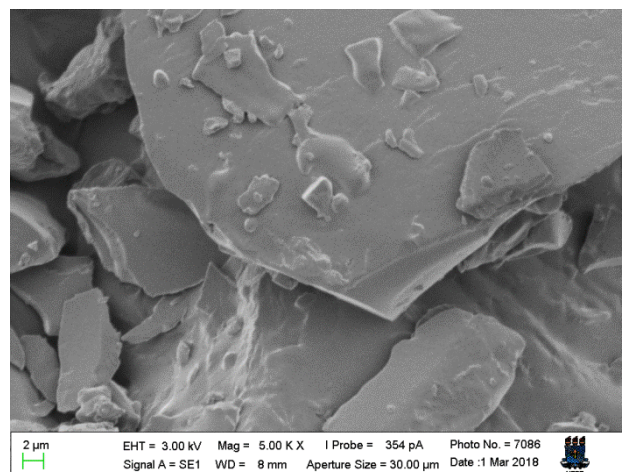
f) 30% 85 °C 250 g



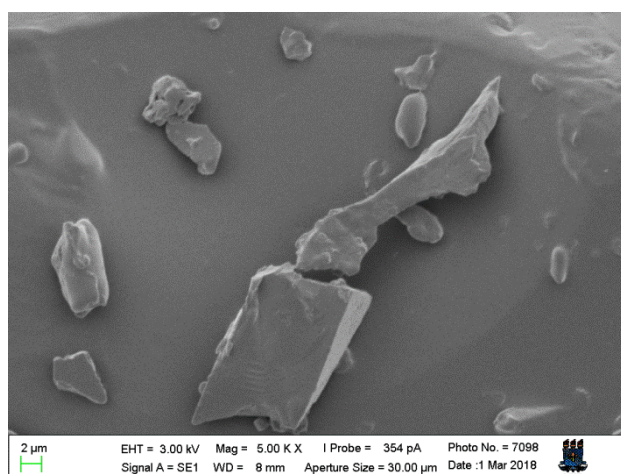
g) 20% 95 °C 250 g



h) 30% 95 °C 250 g



i) 25% 90 °C 200 g



Fonte - Própria autora, 2019.

As análises de morfologia realizada no MEV para pó processado pelo *refractance window* nas diferentes condições de processamento, de acordo com a **Figura 17**, mostraram partículas com

formatos irregulares, sem aglomeração, de diferentes tamanhos, com superfície lisa e sem a presença de poros.

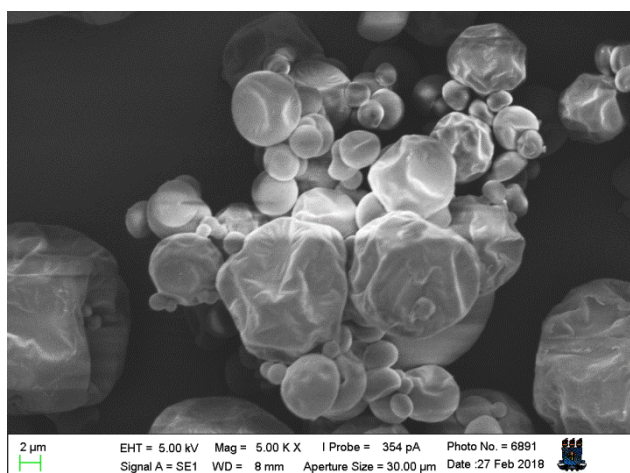
Para o *refractance window* alguns autores descreveram e explicaram os mesmos resultados encontrados no presente trabalho, entre eles: Zotarelli (2014) na produção e caracterização de manga desidratada em pó por diferentes processos de secagem, relatando que os pós produzidos no *refractance window* apresentaram formato irregular, observando que o pó processado sem encapsulante teve partículas levemente mais rugosas e que com a presença do agente carreador, apresentou partícula com superfície mais lisa, relatando que essa característica favorece a estabilidade, uma vez que a área disponível para oxidação é menor. Tang et al. (2012) estudaram o efeito dos métodos de secagem nas propriedades físicas e microestruturas de manga (*Philippine 'Carabao' var.*) em pó, mostrando que as partículas do pó produzido no *refractance window* eram irregular, com espessura uniforme, relatando que os dois lados de uma única partícula eram lisos indicando mais fluidez e menos susceptibilidade à oxidação por causa da menor área superficial.

4.1.14.2. MEV do spray dryer

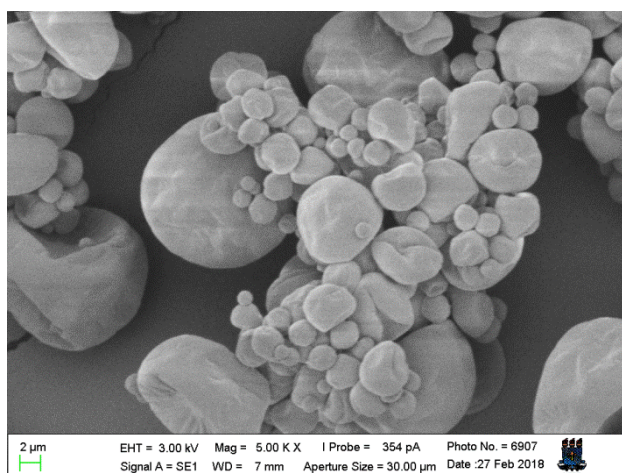
As **Figuras 18** representam os resultados de morfologia pó processado pelas diferentes condições de secagem do *spray dryer*

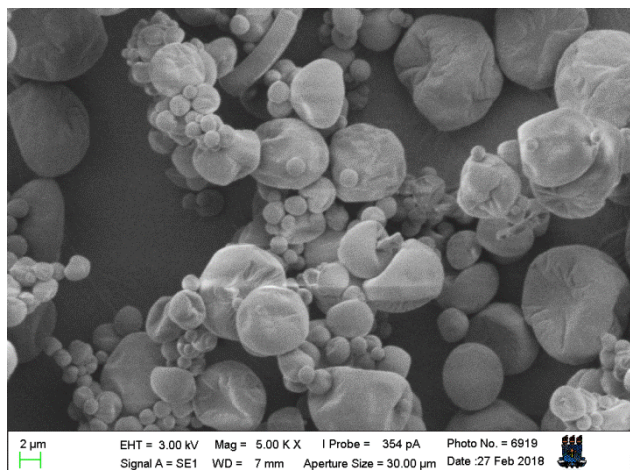
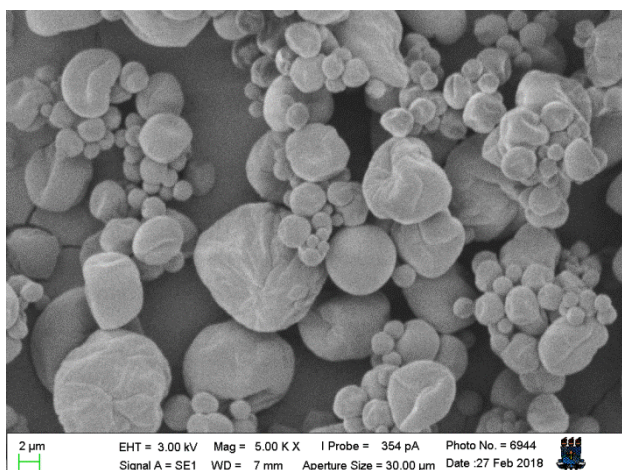
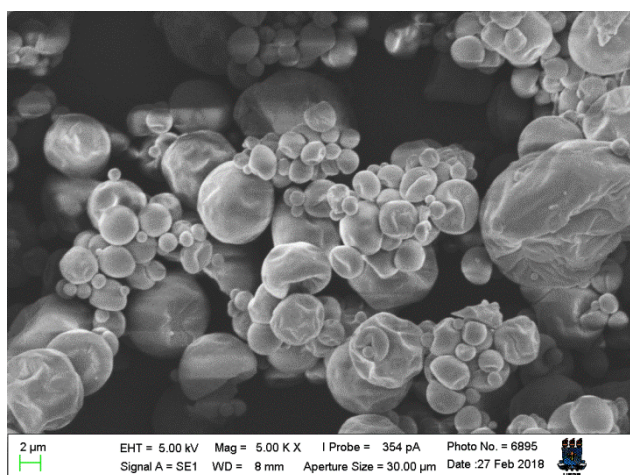
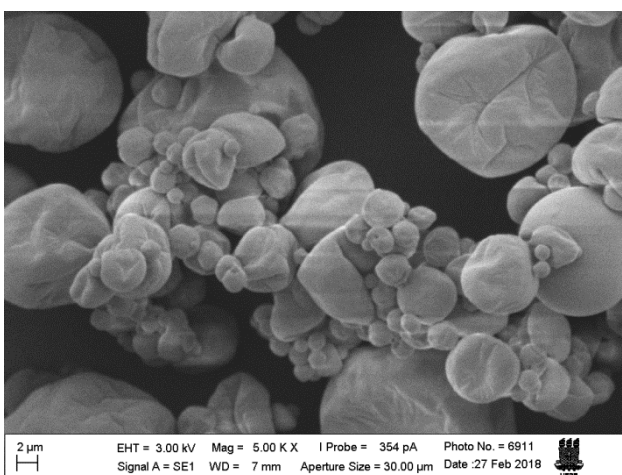
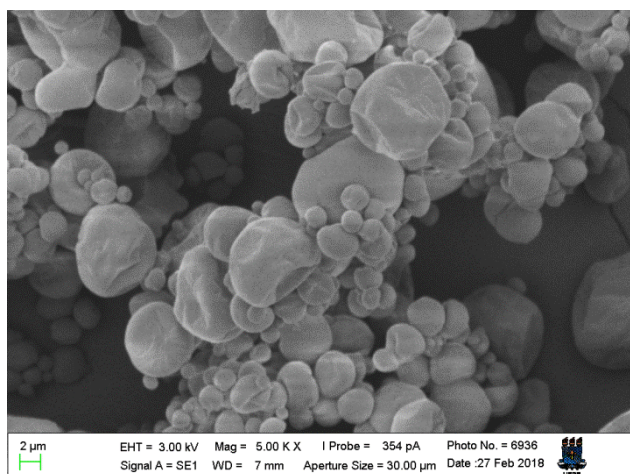
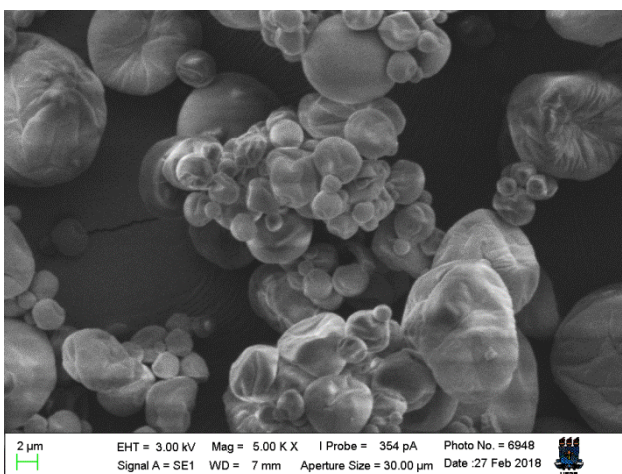
Figura 18 - Análises de MEV do pó processado pelo *spray dryer* em diferentes condições de secagem, com aumento de 5.00 kx.

a) 20% 140 °C 2,5 m³.min⁻¹

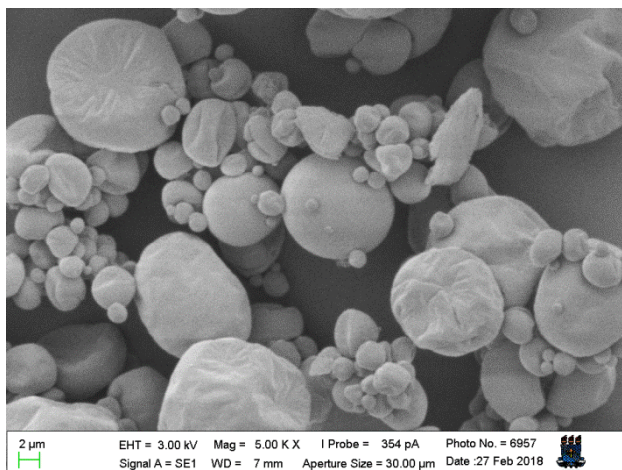


b) 30% 140 °C 2,5 m³.min⁻¹



c) 20% 160 °C 2,5 m³.min⁻¹d) 30% 160 °C 2,5 m³.min⁻¹e) 20% 140 °C 3,5 m³.min⁻¹f) 30% 140 °C 3,5 m³.min⁻¹g) 20% 160 °C 3,5 m³.min⁻¹h) 30% 160 °C 3,5 m³.min⁻¹

i) 25% 150 °C 3,0 m³.min⁻¹



Fonte - Própria autora, 2019.

As análises de morfologia realizada no MEV para pó processado pelo *spray dryer*, de acordo com a **Figura 18**, apresentaram estruturas similares para as diferentes condições de secagem, com tamanhos diferentes de partículas, o que condiz com a distribuição larga da análise granulométrica. Partículas com concentrações maiores de maltodextrina apresentaram formato esférico com superfície lisa mais acentuada e partículas com menores temperaturas de entrada apresentaram algumas superfícies enrugadas. Observam-se também partículas aglomeradas e com espaços vazios para as diferentes concentrações de encapsulante e temperaturas. Vários autores observaram e explicaram o mesmo comportamento de morfologia encontrado na análise do pó seco por *spray dryer*, entre eles:

Tonon, Brabet e Hubinger (2008) que estudaram a influência das condições do processo nas propriedades físico-químicas do pó de açaí (*Euterpe oleraceae* Mart.) produzido por *spray dryer*, relatando que as partículas apresentaram formato esférico e com diferentes tamanhos, típico de materiais produzidos por *spray dryer*, explicando que em temperatura baixa, a maioria das partículas mostraram superfície enrugada, enquanto o aumento da temperatura de secagem resultou em número de partículas com superfície lisa, relacionando essas diferenças com a taxa de secagem, que é maior para temperaturas mais altas, causando evaporação mais rápida da água e levando a formação de uma crosta lisa e dura; Islam et al. (2016) no estudo do efeito da secagem por *spray dryer* a vácuo nas propriedades físico-químicas, sorção de água e fenômeno da transição vítrea do suco de laranja em pó, relataram que o pó seco por *spray dryer* a vácuo com diferentes concentrações de suco de laranja e maltodextrina apresentaram formatos esféricos com diferentes tamanhos, e que o pó produzido com maiores quantidades de maltodextrina apresentaram superfície mais lisa com

formas esféricas menores e sem encolhimento; Ribeiro (2014) na produção de acerola em pó: métodos de secagem e avaliação da estabilidade, observou na secagem por *spray dryer* uma superfície lisa do material, decorrente da maior retirada de água provocada pelo uso da maltodextrina, no processo de secagem, adquirindo uma melhor microestrutura do pó; e Zotarelli (2014) na produção e caracterização de manga desidratada em pó por diferentes processos de secagem, relatou que pós produzidos por *spray dryer*, apresentaram partículas com formato esférico, aglomeradas e com uma forte atração entre si, relatando que este fato é devido à falta ou baixa concentração de maltodextrina, adicionada à formulação, e a temperatura de secagem empregada.

As análises de morfologia para os dois métodos empregados, possuíram características de tamanho, formato e distribuição diferenciadas, apenas apresentando semelhança na superfície das partículas, da qual foi lisa para ambos os processos, devido ao uso de encapsulante, que proporcionou esse aspecto desejável, favorecendo a estabilidade e menor oxidação do pó processado.

4.2. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL APLICADO AOS PROCESSOS DE SECAGEM

De acordo com os ensaios realizados, avaliou-se estatisticamente através da análise de variância (NOVA) pelo modelo de regressão se o delineamento experimental das combinações das variáveis independentes do *refractance window*: Teor de maltodextrina (Malto), Temperatura da água (T) e Massa do suco concentrado (m), e do *spray dryer*: Teor de maltodextrina (Malto), Temperatura de entrada (Te) e Vazão do soprador (Vs) apresentaram influência significativa ou não nas propriedades físico-químicas do pó processado (variáveis dependentes).

4.2.1. Análises de variância (ANOVA) do modelo de regressão

Na **Tabela 20** são apresentados os resultados da ANOVA do modelo de regressão para todas as caracterizações físico-químicas do pó processado pelo *refractance window* e pelo *spray dryer*.

Tabela 20 - Parâmetros estatísticos determinados pela análise de variância pelo modelo de regressão.

Respostas	Refractance window			Spray dryer		
	R^2	$F_{calculado}$	$F_{tabelado}$	R^2	$F_{calculado}$	$F_{tabelado}$
pH	0,27	0,16	8,89	0,21	0,11	8,89
Densidade bulk (g.mL ⁻¹)	0,73	6,44	4,35	0,89	3,54	8,89
Densidade tapped (g.mL ⁻¹)	0,56	0,54	8,89	0,52	0,46	8,89
Densidade partícula (g.mL ⁻¹)	0,96	9,52	8,89	0,38	0,27	8,89
Porosidade (%)	0,73	1,18	8,89	0,27	0,16	8,89
Solubilidade (%)	0,84	2,30	8,89	0,61	0,67	8,89
Ângulo de repouso (°)	0,96	9,55	8,89	0,68	5,08	4,35
Umidade (%)	0,60	0,65	8,89	0,99	55,79	8,89
Atividade de água (A_w)	0,75	1,28	8,89	0,99	233,34	8,89
Sólidos solúveis totais (°Brix)	0,73	6,42	4,35	0,98	28,41	8,89
Ácido ascórbico (mg/100g)	0,94	7,21	8,89	0,74	1,25	8,89
Rendimento (%)	0,77	7,54	4,35	0,69	0,53	8,99

Fonte - Própria autora, 2019.

O parâmetro (R^2) é o coeficiente de múltipla determinação que avalia o melhor ajuste do modelo aos dados experimentais, quando mais próximo da unidade estiver os valores, melhores serão os ajustes ao modelo de regressão e menor será o erro, então de acordo com os resultados apresentados na **Tabela 20** para o *refractance window*: os resultados de densidade partícula, ângulo de repouso e ácido ascórbico apresentaram melhores valores de (R^2) e para o *spray dryer*: umidade, atividade de água e sólidos solúveis totais apresentaram valores próximos da unidade. Porém para determinar se os modelos de regressão gerados para as variáveis estudadas são estatisticamente significativo ao nível de 95% de confiança ($p \leq 0,05$), é necessário determinar o $F_{calculado}$. Se o $F_{calculado}$ for maior que $F_{tabelado}$ os modelos gerados são estatisticamente significativo; com a validação do modelo, prossegue-se com a construção da superfície de resposta para cada caracterização físico-química. Dessa forma, de acordo com a **Tabela 20** os modelos estatisticamente significativos para o *refractance window* são: densidade bulk, densidade partícula, ângulo de repouso, sólidos solúveis totais e rendimento e para o *spray dryer* são: ângulo de repouso, atividade de água, umidade e sólidos solúveis totais.

4.2.1.1. Efeitos estimados para as variáveis não significativas

No **Apêndice A**, são apresentados às tabelas dos efeitos estimados para os parâmetros físico-químicos não significativos do pó processado pelo *refractance window* e *spray dryer*.

4.2.1.2. Modelo de regressão e superfície de resposta para as variáveis significativas do *refractance window*

As **Tabelas de 21 a 25** representam os valores dos efeitos para as análises significativas do *refractance window*.

a) Densidade bulk (g.mL^{-1})

Tabela 21 - Efeitos estimados para a densidade bulk.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	-0,002	0,02	0,90
(2) T (°C)	0,08	0,02	0,01
(3) m (g)	0,03	0,02	0,21

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com **Tabela 20** o $F_{\text{calculado}} = 6,44 > F_{\text{tabelado}} = 4,35$, sendo então esse modelo representativo, de acordo com a **Tabela 21**, a temperatura apresentou efeito significativo para a densidade bulk, com grau de significância $p \leq 0,05$.

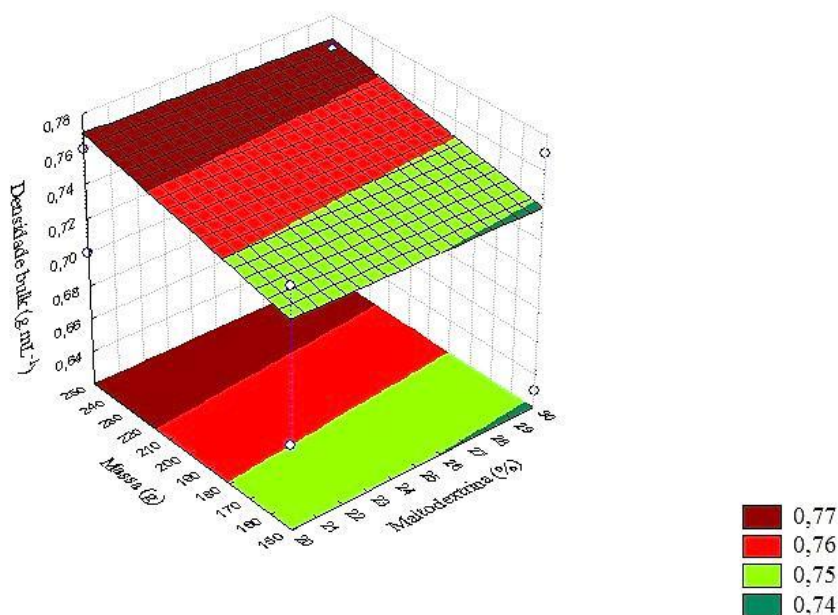
A **Equação 21** representa o modelo de regressão sem interação, ajustado aos dados experimentais para a densidade bulk, estatisticamente significativo ao nível de confiança de 95%.

$$\text{Densidade de bulk} = -0,078 - 0,025 \cdot x + 0,275 \cdot y + 0,783 \quad (21)$$

Onde: x = Concentração de maltodextrina (%) e y = Massa (g)

A **Figura 19** representa a superfície de resposta da densidade bulk para uma temperatura de 95 °C fixa, da qual apresentou efeito significativo de acordo com a **Tabela 21**, onde é possível observar maiores valores de densidade.

Figura 19 - Superfície de resposta para a densidade bulk com temperatura fixada em 95 °C.



Fonte - Própria autora, 2019.

Pode se verificar de acordo com a **Figura 19**, que fixando a temperatura no maior valor das condições de processamento estudadas, que é de 95 °C, observa-se uma variação da densidade bulk de 0,74 a 0,77 g.mL⁻¹, valores esses, que se encontram dentro da faixa de maiores valores determinados experimentalmente, uma vez que os resultados de análise de densidade bulk variam de 0,63 a 0,72 g.mL⁻¹ para a temperatura de 85 °C e de 0,76 a 0,77 g.mL⁻¹ para a temperatura de 95 °C. De acordo com Tontul et al. (2018) a temperatura apresenta efeito significativo na secagem por *refractance window*, apresentando maiores valores de densidade a maiores temperaturas. Segundo Santhalakshmy et al. (2015), quanto menor a densidade bulk, maior a possibilidade de oxidação do produto, menor estabilidade no armazenamento e maior volume para embalagens. Portanto verifica-se graficamente através da superfície de reposta que fixando a temperatura para o maior valor, tem-se valores de densidade bulk elevados, o que é desejável segundo dados literários.

b) Densidade partícula (g.mL⁻¹)

Tabela 22 - Efeitos estimados para a densidade partícula.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	-0,11	0,03	0,02
(2) T (°C)	-0,04	0,03	0,18
(3) m (g)	0,14	0,03	0,01
1 por 2	-0,02	0,03	0,50
1 por 3	0,01	0,03	0,73
2 por 3	-0,02	0,03	0,41
1*2*3	-0,11	0,03	0,02

Fonte - Própria autora, 2019.

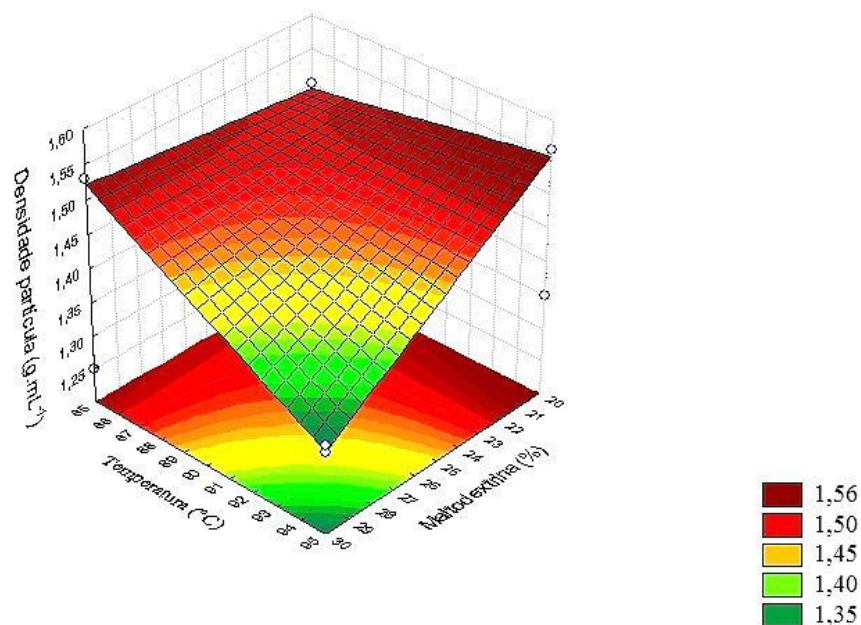
Conforme a **Tabela 20** o $F_{calculado} = 9,52 > F_{tabelado} = 8,89$, tornando esse modelo representativo, de acordo com os valores da **Tabela 22**, a maltodextrina, a massa e a interação das três variáveis apresentaram efeito significativo para a densidade de partícula, com grau de significância $p \leq 0,05$.

A **Equação 22** representa o modelo de regressão com interações, ajustado aos dados experimentais para a densidade partícula, estatisticamente significativo ao nível de confiança de 95%.

$$\begin{aligned} \text{Densidade de partícula} = & 19,914 - 0,771 * x - \\ & 0,204 * y + 0,008 * x * y + 0,004 * 250 * x + 0,001 * 250 * y - 0,044 * x * y * 250 - 23,412 \end{aligned} \quad (22)$$

Onde: x = Concentração de maltodextrina (%) e y = Temperatura (°C)

A **Figura 20** representa a superfície de resposta da densidade partícula para uma massa de 250 g fixa, da qual apresentou maior grau de significância de acordo com a **Tabela 22**, onde é possível observar maiores valores de densidade partícula.

Figura 20 - Superfície de resposta para a densidade partícula com massa fixada em 250 g.

Fonte - Própria autora, 2019.

Observa-se na **Figura 20** que fixando a massa ao maior valor experimental de 250 g, percebe-se uma variação da densidade partícula de 1,35 a 1,56 g.mL⁻¹, esses valores se encontram dentro da faixa de maiores valores experimental da densidade partícula, visto que os resultados de análise de densidade partícula variam de 1,25 a 1,46 para a massa de 150 g e de 1,33 a 1,56 g.mL⁻¹ para a massa de 250 g, quanto maior a densidade, melhores são as características do pó processado, como já foi mencionado anteriormente.

c) Ângulo de repouso (°)

Tabela 23 - Efeitos estimados para o ângulo de repouso.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	1,63	1,22	0,27
(2) T (°C)	2,55	1,22	0,13
(3) m (g)	9,09	1,22	0,01
1 por 2	2,28	1,22	0,16
1 por 3	-1,53	1,22	0,30
2 por 3	0,25	1,22	0,85
1*2*3	0,98	1,22	0,48

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com **Tabela 20** o $F_{\text{calculado}} = 9,55 > F_{\text{tabelado}} = 8,99$, o que caracteriza esse modelo como significativo, conforme mostrado na **Tabela 23**, à massa apresentou efeito significativo em relação ao ângulo de repouso, com grau de significância $p \leq 0,05$.

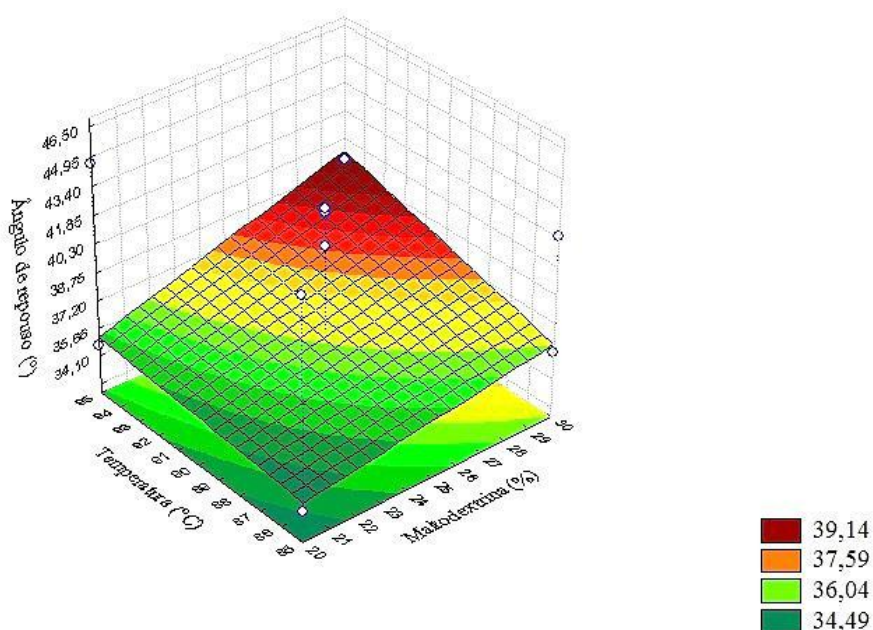
A **Equação 23** representa o modelo de regressão com interação, ajustado aos dados experimentais para o ângulo de repouso, estatisticamente significativo ao nível de confiança de 95%.

$$\begin{aligned} \text{Ângulo de repouso} = & -83,889 + 3,702 \cdot x + 0,968 \cdot y - 0,032 \cdot x \cdot y - \\ & 0,038 \cdot 150 \cdot x + 0,009 \cdot 150 \cdot y + 0,003 \cdot x \cdot y \cdot 150 + 150,022 \end{aligned} \quad (23)$$

Onde: x = Concentração de maltodextrina (%) e y = Temperatura (°C)

A **Figura 21** representa a superfície de resposta do ângulo de repouso para uma massa de 150 g fixa, da qual apresentou um efeito significativo de acordo com a **Tabela 25**, onde é possível observar menores valores de ângulo de repouso (°).

Figura 21 - Superfície de resposta para o ângulo de repouso com massa fixada em 150g.



Fonte - Própria autora, 2019.

Segundo Al-Hashemi e Al-Amoudi (2018); Medeiros e Lannes (2010), numerosos fatores podem afetar o ângulo de repouso, entre eles: a massa. O ângulo de repouso é uma medida importante na reconstituição do pó, quanto maior esse ângulo, maior a dificuldade da amostra se incorporar com água. Sólidos particulados com até 35° de ângulo de repouso possuem boa fluidez, de 35 a 45° possuem escoamento livre, acima de 50° apresentam problemas de escoamento. De acordo a **Figura 21**, fixando a massa em um menor valor de 150 g conforme as condições de processamento; obtêm-se os menores resultados do ângulo de

escoamento dos dados experimentais, variando de 34,49 a 39,14°, visto que os resultados para uma massa de 150 g foram de 33,20 a 39,17° e para uma massa de 250 g foram de 41,00 a 46,67°. Resultando dessa forma em melhores propriedades de escoamento e reconstituição para pó processado, o que é desejável para essa análise.

d) Sólidos solúveis totais (°Brix)

Tabela 24 - Efeitos estimados dos sólidos solúveis totais.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	1,60	0,40	0,01
(2) T (°C)	0,50	0,40	0,25
(3) m (g)	-0,54	0,40	0,22

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com **Tabela 20** o $F_{calculado} = 6,42 > F_{tabelado} = 4,35$, caracterizando esse modelo como representativo, de acordo com a **Tabela 24**, a maltodextrina apresentou efeito significativo para os sólidos solúveis totais, com grau de significância $p \leq 0,05$.

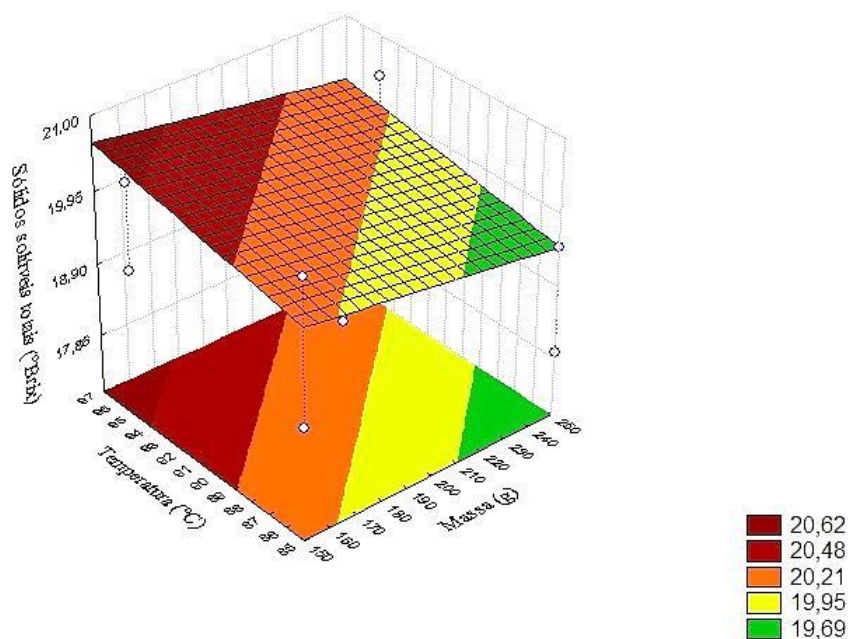
A **Equação 24** representa o modelo de regressão sem interação, ajustado aos dados experimentais para os sólidos solúveis, estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95%.

$$^{\circ}\text{Brix} = 11,743 + 0,050 \cdot y - 0,005 \cdot x + 4,800 \quad (24)$$

Onde: x = Massa (g) e y = Temperatura (°C)

A **Figura 22** representa a superfície de reposta dos sólidos solúveis totais para uma concentração de maltodextrina de 30% fixa, da qual apresentou um efeito significativo de acordo com a **Tabela 24**, onde é possível observar maiores valores de °Brix.

Figura 22 - Superfície de resposta para os sólidos solúveis totais com concentração de maltodextrina fixada em 30%.



Fonte - Própria autora, 2019.

Segundo Chaves et al. (2004) e Silva et al. (2002), o °Brix indica o índice de maturidade e quantidade de substâncias dissolvida no alimento, que na maior parte é composta por açúcares, quanto maior a quantidade dessas substâncias na amostra, menor será o tempo de evaporação de água e gasto de energia, e maior será o rendimento e economia do processo, com adição de encapsulante essas características se intensificam, obtendo melhores resultados para os procedimentos de secagem. De acordo com os resultados da **Figura 22**, fixando a concentração de maltodextrina em um maior valor experimental de 30%, obtêm-se maiores variações dos dados experimentais de 19,69 a 20,62 °Brix, visto que os resultados de sólidos solúveis totais foram de 17,93 a 19,13 °Brix para 20% de maltodextrina e de 19,47 a 20,70 °Brix para 30% de maltodextrina. Portanto maiores valores de °Brix representam características desejáveis para os processos de secagem.

e) Rendimento (%)

Tabela 25 - Efeitos estimados para o rendimento.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	-11,31	2,41	0,01
(2) T (°C)	1,61	2,41	0,52
(3) m (g)	-1,23	2,41	0,62

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com **Tabela 20** o $F_{\text{calculado}} = 7,54 > F_{\text{tabelado}} = 4,35$, estabelecendo esse modelo como significativo, de acordo com a **Tabela 25**, a maltodextrina apresentou efeito significativo para o rendimento, com grau de significância $p \leq 0,05$.

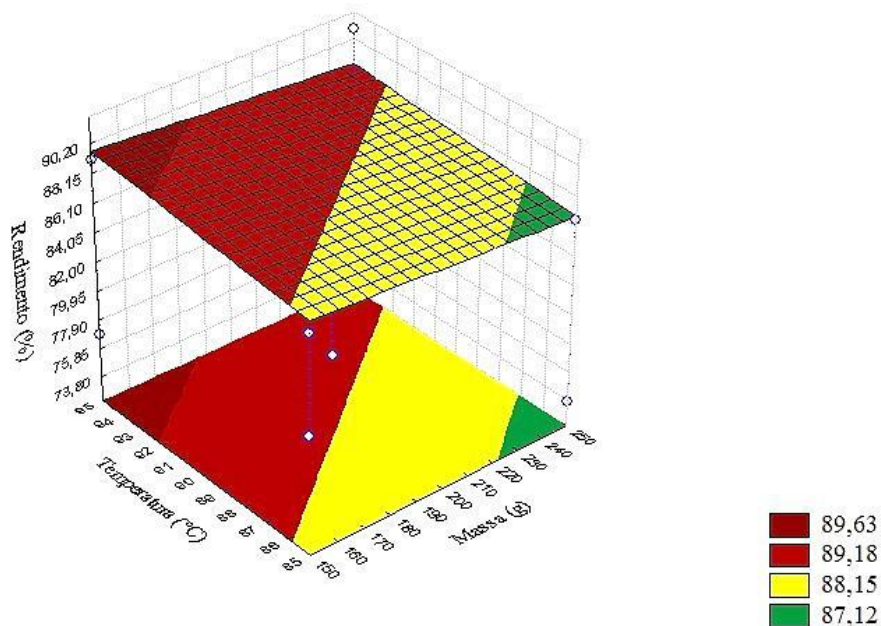
A **Equação 25** representa o modelo de regressão sem interação, ajustado aos dados experimentais para o rendimento, estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95%.

$$\text{Rendimento} = 98,762 + 0,161*y - 0,012*x - 22,620 \quad (25)$$

Onde: x = Massa (g) e y = Temperatura (°C)

A **Figura 23** representa a superfície de resposta do rendimento para uma concentração de maltodextrina de 20% fixa, da qual apresentou um efeito significativo de acordo com a **Tabela 25**, onde é possível observar maiores valores de rendimento.

Figura 23 - Superfície de resposta para o rendimento com concentração de maltodextrina fixada em 20%.



Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com resultados da **Figura 23**, verificou-se que com um menor valor de concentração de maltodextrina fixado a 20%, resultou em maiores valores experimental de rendimento, variando de 87,12 a 89,63%, vista que a variação dos resultados de rendimento obtido experimentalmente para 20% de maltodextrina foram de 86,52 a 90,84% e para 30%

de maltodextrina foram de 73,76 a 80,33%. Portanto para esse método quanto menor a concentração do agente carreador maior o rendimento.

4.2.1.3. Modelo de regressão e superfície de resposta para as variáveis significativas do spray dryer

As **Tabelas de 26 a 29** representam os valores dos efeitos para as análises significativas do *Spray dryer*.

a) Umidade (%)

Tabela 26 - Efeitos estimados para a umidade.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	0,26	0,06	0,03
(2) Te (°C)	-1,07	0,06	0,00
(3) Vs (m ³ .min ⁻¹)	-0,20	0,06	0,05
1 por 2	-0,19	0,06	0,06
1 por 3	0,14	0,06	0,11
2 por 3	0,20	0,06	0,05
1*2*3	-0,47	0,06	0,01

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 20** o $F_{calculado} = 55,79 > F_{tabelado} = 8,89$, caracterizando esse modelo significativo, de acordo com os valores da **Tabela 26**, as variáveis de processo e algumas interações apresentaram efeito significativo para a umidade, com grau de significância $p \leq 0,05$.

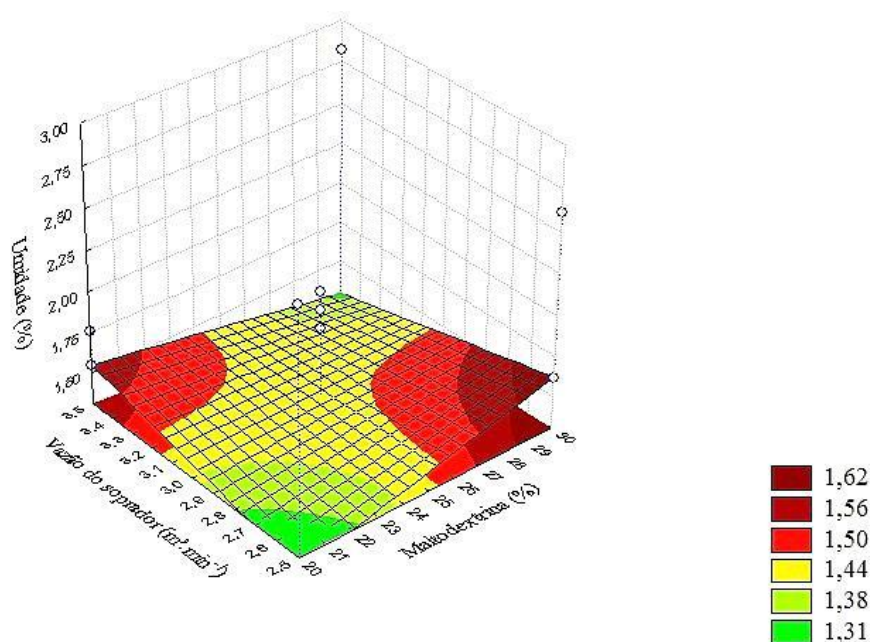
A **Equação 26** representa o modelo de regressão com interação, ajustado aos dados experimentais para a umidade, estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95%.

$$\text{Umidade} = 120,496 - 4,031 * x - 39,390 * y + 0,026 * 160 * x + 1,446 * x * y + 0,256 * 160 * y - 0,009 * x * 160 * y - 124,200 \quad (26)$$

Onde: x = Concentração de Maltodextrina (%) e y = Vazão do soprador (m³.min⁻¹)

A **Figura 24** representa a superfície de resposta da umidade para uma temperatura de entrada de 160 °C fixa, da qual apresentou maior grau de significância de acordo com a **Tabela 26**, onde é possível observar menores valores de umidade.

Figura 24 - Superfície de resposta para a umidade com temperatura de entrada fixada em 160 °C.



Fonte - Própria autora, 2019.

Segundo Tontul, Topuz (2017) e Fazaeli et al. (2012) produtos com teor de umidade inferior a 5% são classificados como microbiologicamente seguros e podem ser armazenados em longo prazo. A umidade de pós secos por *spray dryer* diminui com o aumento da temperatura do ar de entrada, devido a alta taxa de transferência de calor para a partícula, fornecendo maior força motriz para a evaporação da umidade. De acordo com os resultados da **Figura 24**, aumentando a temperatura para o maior valor das condições de processamento de 160 °C implica em menores intervalos dos valores experimentais de umidade, do qual variaram de 1,31 a 1,62%, visto que os resultados de umidade para uma temperatura de 140 °C foram de 1,76 a 2,88% e para uma temperatura de 160 °C foram de 1,12 a 1,63%. Portanto quanto menor o teor de umidade, melhores são as características do pó processado.

b) Atividade de água (A_w)**Tabela 27** - Efeitos estimados para a atividade de água.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	0,01	0,01	0,06
(2) Te (°C)	-0,02	0,01	0,00
(3) Vs (m ³ .min ⁻¹)	-0,07	0,01	0,00
1 por 2	0,01	0,01	0,02
1 por 3	0,01	0,01	0,01
2 por 3	0,01	0,01	0,04
1*2*3	-0,01	0,01	0,03

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 20** o $F_{calculado} = 233,34 > F_{tabelado} = 8,89$, determinando esse modelo como expressivo, de acordo com os valores da **Tabela 26**, as variáveis de temperatura de entrada, vazão do soprador e todas as interações apresentaram efeito significativo para a atividade de água, com grau de significância $p \leq 0,05$.

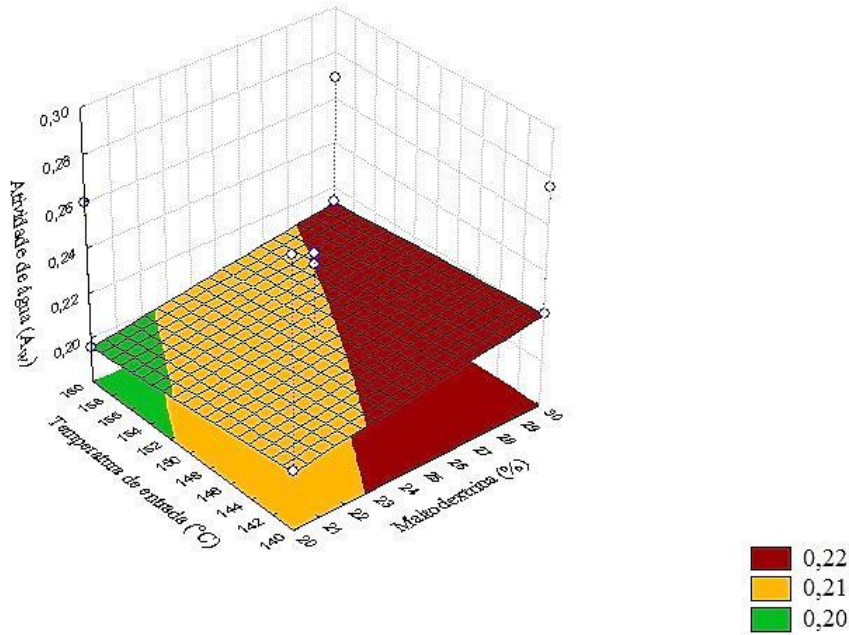
A **Equação 27** representa o modelo de regressão com interação, ajustado aos dados experimentais para a atividade de água, estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95%.

$$A_w = 2,794 - 0,078 * x - 0,015 * y + 0,005 * x * y + 0,022 * 3,5 * x + 0,004 * 3,5 * y - 0,001 * x * y * 3,5 - 2,520 \quad (27)$$

Onde: x = Concentração de Maltodextrina (%) e y = Temperatura de entrada (°C)

A **Figura 25** representa a superfície de reposta da atividade de água para uma vazão do soprador de 3,5 m³.min⁻¹ fixa, da qual apresentou maior grau de significância de acordo com a **Tabela 26**, onde é possível observar menores valores de atividade de água.

Figura 25 - Superfície de resposta para a atividade de água com vazão do soprador fixa em 3,5 m³.min⁻¹.



Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com Sousa et al. (2015) pós com atividade de água inferior a 0,6 são considerados microbiologicamente e quimicamente seguros, quanto menor a atividade de água mais estável é o produto. Conforme a **Figura 25**, fixando a vazão do soprador a um maior valor das condições de processamento de 3,5 m³.min⁻¹, determina-se menores faixas de atividade de água, variando de 0,20 a 0,22 em relação aos dados experimentais, visto que os resultados de atividade de água para uma vazão do soprador de 2,5 m³.min⁻¹ foram de 0,26 a 0,30 e para uma vazão de 3,5 m³.min⁻¹ foram de 0,19 a 0,22. Portanto menores valores de atividade de água são desejáveis para um pó com melhor estabilidade.

c) Ângulo de repouso (°)

Tabela 28 - Efeitos estimados para o ângulo de repouso.

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	2,17	1,08	0,08
(2) Te (°C)	3,57	1,08	0,01
(3) Vs (m ³ .min ⁻¹)	0,43	1,08	0,70

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 20** o $F_{calculado} = 5,08 > F_{tabelado} = 4,35$, estabelecendo esse modelo como representativo, de acordo com os valores da **Tabela 28**, a varável de

temperatura de entrada apresentou efeito significativo para o ângulo de repouso, com grau de significância $p \leq 0,05$.

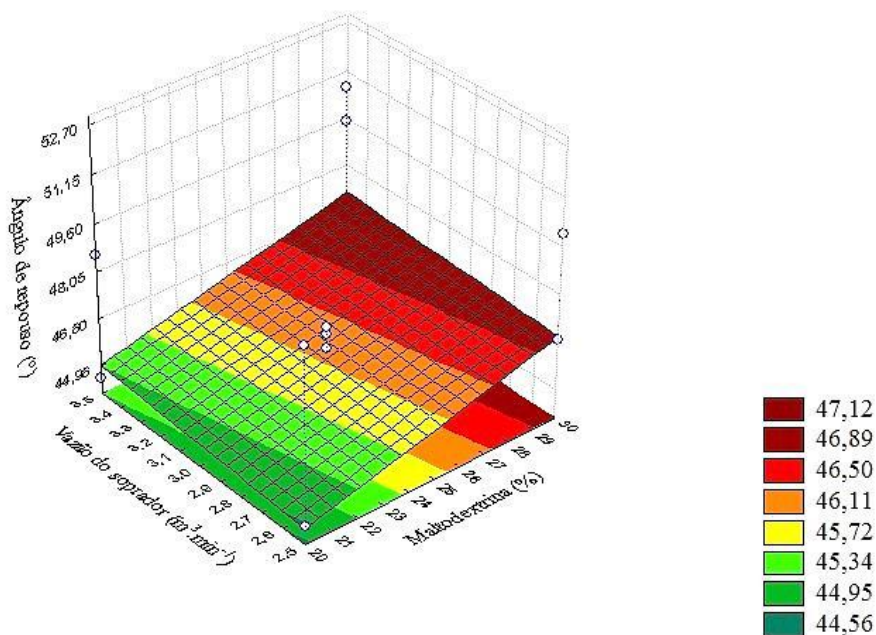
A **Equação 28** representa o modelo de regressão sem interação, ajustado aos dados experimentais para o ângulo de repouso, estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95%.

$$\text{Ângulo de repouso} = 14,130 + 0,217 \cdot x + 0,432 \cdot y + 24,972 \quad (28)$$

Onde: x = Concentração de Maltodextrina (%) e y = Vazão do soprador ($\text{m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$)

A **Figura 26** representa a superfície de resposta do ângulo de repouso para uma temperatura de entrada de 140 °C fixa, da qual foi significativa de acordo com a **Tabela 28**, onde é possível observar menores valores de ângulo de repouso.

Figura 26 - Superfície de resposta para o ângulo de repouso com temperatura de entrada fixa em 140 °C.



Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com que foi mencionado anteriormente para a variável significativa de ângulo de repouso do *Refractance window*, quando menor o ângulo de repouso, melhores são as propriedades de escoamento e reconstituição do pó processado. Conforme a **Figura 26**, fixando a temperatura de entrada do *spray dryer* ao menor valor da condição de processamento de 140 °C resulta em menores valores experimentais de ângulo de repouso,

variando de 44,56 a 47,12°, visto que os resultados para uma temperatura de 140 °C foram de 44,53 a 50,17° e para uma temperatura de 160 °C foram de 50,07 a 52,40 °C. Portanto menores ângulos de repouso são desejáveis para o material processado.

d) Sólidos solúveis totais (°Brix)

Tabela 29 - Efeitos estimados para os sólidos solúveis totais

Fator	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	2,26	0,23	0,00
(2) Te (°C)	1,48	0,23	0,01
(3) Vs (m ³ .min ⁻¹)	-0,97	0,23	0,02
1 por 2	-0,91	0,23	0,03
1 por 3	0,34	0,23	0,24
2 por 3	1,29	0,23	0,01
1*2*3	0,31	0,23	0,28

Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme a **Tabela 20** o $F_{calculado} = 28,41 > F_{tabelado} = 8,89$, caracterizando esse modelo como significativo, de acordo com os valores da **Tabela 29**, as variáveis de processamento e algumas interações apresentaram efeito significativo para os sólidos solúveis, com grau de significância $p \leq 0,05$.

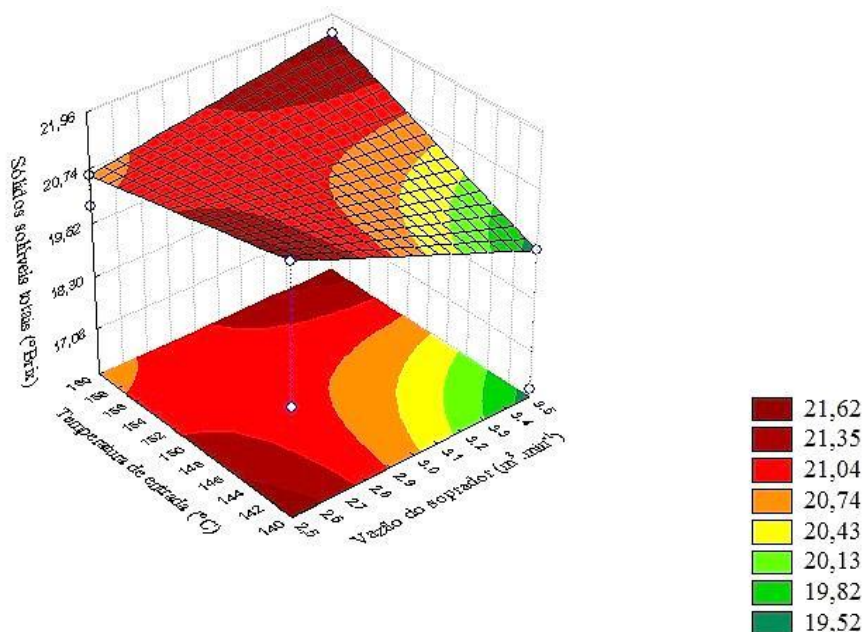
A **Equação 29** representa o modelo de regressão com interação, ajustado aos dados experimentais para os sólidos solúveis totais, estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95%.

$$\text{°Brix} = -34,065 + 0,374*y + 0,990*x - 0,028*30*y - 0,854*30*x - 0,024*x*y + 0,006*30*y*x + 124,470 \quad (29)$$

Onde: x = Vazão do soprador (m³.min⁻¹) e y = Temperatura de entrada (°C)

A **Figura 27** representa a superfície de reposta dos sólidos solúveis para uma concentração de maltodextrina de 30% fixa, da qual apresentou maior grau de significância de acordo com a **Tabela 29**, onde é possível observar maiores valores de °Brix.

Figura 27 - Superfície de resposta para os sólidos solúveis com maltodextrina fixa em 30%.



Fonte - Própria autora, 2019.

Conforme foi comentado anteriormente para a variável significativa de sólidos solúveis totais do *refractance window*, quanto maior o °Brix melhores são as propriedades do pó desidratado. De acordo a da **Figura 27**, fixando a concentração de maltodextrina em um maior valor de 30%, resulta em maiores valores de sólidos solúveis totais, variando de 19,52 a 21,62 °Brix dos dados experimentais, visto que os resultados para 20% de maltodextrina foram de 16,20 a 19,90 °Brix e para 30% de maltodextrina foram de 18,97 a 21,63 °Brix.

4.3. CINÉTICA DE SECAGEM DO *REFRACTANCE WINDOW*

Os dados experimentais da cinética de secagem pelo processo *Refractance window* foram ajustados através da aplicação do modelo matemático teórico difusional de Fick com onze termos, para a determinação da difusividade (Def), coeficiente de correlação (R^2) e estimação do parâmetro (A) para cada condição estudada de acordo com a **Tabela 30**. Não foi possível aplicar a cinética de secagem para o *spray dryer*, devido a impossibilidade de coleta do material durante o processo, porque o tempo de permanência era muito curto.

A **Tabela 30** representa os termos de ajuste do modelo difusional.

Tabela 30 - Termos do ajuste do modelo difusional.

Parâmetros operacionais	$A=8/\pi^2$	$Def (m^2.s^{-1})$	R^2
(1) 20%/85°C/150g	0,86	$1,66 \times 10^{-7}$	0,99
(2) 30%/85°C/150g	0,86	$1,19 \times 10^{-7}$	0,98
(3) 20%/95°C/150g	0,85	$2,51 \times 10^{-7}$	0,98
(4) 30%/95°C/150g	0,85	$1,44 \times 10^{-7}$	0,99
(5) 20%/85°C/250g	0,93	$0,80 \times 10^{-7}$	0,96
(6) 30%/85°C/250g	0,90	$0,70 \times 10^{-7}$	0,98
(7) 20%/95°C/250g	0,89	$0,99 \times 10^{-7}$	0,98
(8) 30%/95°C/250g	0,91	$0,86 \times 10^{-7}$	0,96
(9) 25%/90°C/200g	0,89	$1,16 \times 10^{-7}$	0,97

Fonte - Própria autora, 2019.

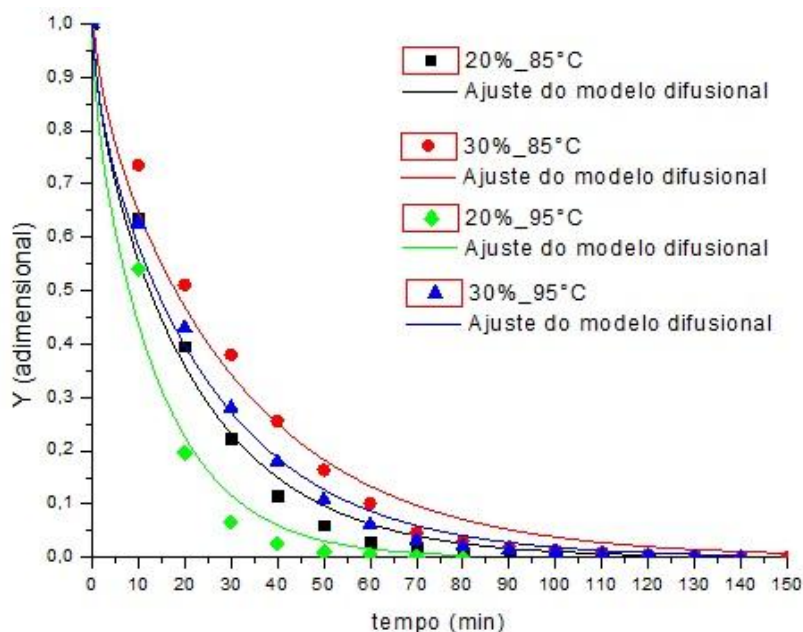
Foram usados onze termos com intuito de aproximar o parâmetro da equação de Fick A do valor real de 0,81; após onze termos, o decréscimo foi mínimo, não diferenciando muito de um termo para outro. De acordo com a **Tabela 30**, o termo A se aproximou mais do valor teórico para menores massas do suco concentrado; o coeficiente de difusividade variou de $0,70 \times 10^{-7}$ a $2,51 \times 10^{-7} m^2.s^{-1}$ para diferentes condições do processo, com um aumento da temperatura a difusividade aumentou e com aumento da concentração de maltodextrina e massa do suco concentrado a difusividade diminuiu. Pode se observar também na **Tabela 30** que o coeficiente de correlação (R^2) pra melhores ajustes ao modelo difusional no geral foram para as condições com menores massas do suco concentrado; o ponto central apresentou melhores valores do coeficiente difusional e do parâmetro A do que as condições com massa de 250 g. Vários autores relataram na literatura o aumento da difusividade com o aumento da temperatura como foi mencionado no presente trabalho, entre eles:

Park, Yado e Brod (2001) no estudo da secagem de pera bartlett (*Pyrus sp.*) em fatias, observaram que a difusividade aumentou com aumento da temperatura do ar de secagem, obtendo valores difusional variando entre $5,56 \times 10^{-9}$ até $1,37 \times 10^{-8} m^2.s^{-1}$. Perea-Flores et al. (2012) estudaram a modelagem matemática da cinética de secagem de sementes de mamona (*Ricinus communis*), obtendo um maior coeficiente de difusividade efetiva com o aumento da temperatura do ar e consequentemente diminuição do tempo de secagem, com valores de difusividade variando de $8,21 \times 10^{-10}$ a $2,61 \times 10^{-9} m^2.s^{-1}$. Aral e Bese (2016) na secagem convectiva de frutos do espinheiro (*Crataegus spp.*): efeito de parâmetros experimentais na cinética de secagem, cor, encolhimento e capacidade de reidratação, determinaram os valores do coeficiente de difusão efetiva entre $2,34 \times 10^{-10}$ e $2,09 \times 10^{-9} m^2.s^{-1}$, relatando que o coeficiente de difusão aumentou com o aumento da temperatura do ar e o

tempo de secagem diminuiu. Os valores de difusividade do presente trabalho ficaram acima dos valores mencionados na literatura, essa diferença pode está relacionado ao método de secagem, ao procedimento experimental e as condições de processo.

A **Figura 28** representa o gráfico da umidade de equilíbrio adimensional versus o tempo de secagem para as temperaturas de 85 e 95°C, com 20 e 30% de maltodextrina e massa de suco concentrado de 150 g.

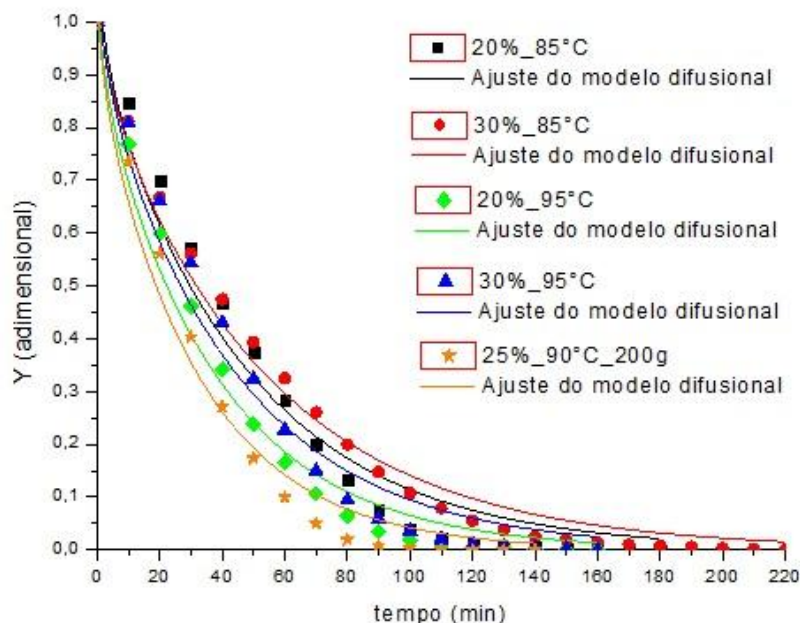
Figura 28 - Gráfico da umidade de equilíbrio versus o tempo de secagem para massa do suco concentrado de 150 g.



Fonte - Própria autora, 2019.

A **Figura 29** representa o gráfico da umidade de equilíbrio adimensional versus o tempo de secagem para as temperaturas de 85 e 95°C, com 20 e 30% de maltodextrina e massa de 250 g mais o ponto central.

Figura 29 - Gráfico da umidade de equilíbrio versus o tempo de secagem para massa do suco concentrado de 250 g mais o ponto central.



Fonte - Própria autora, 2019.

Observa-se nas **Figuras 28 e 29** que com o aumento da temperatura, mantendo a mesma concentração da maltodextrina e massa do suco concentrado, teve-se um menor tempo de secagem, fato também mencionado no trabalho de Parck, Yado e Brod (2001) e Aral e Bese (2016) como citado anteriormente, isso é condizente, uma vez que em maiores temperaturas, tem-se uma fonte de calor mais intensa, removendo de forma mais rápida a água presente no alimento. Com aumento da maltodextrina, mantendo as demais variáveis constantes, houve um aumento no tempo de secagem, com exceção da condição com temperatura de 95 °C e massa do suco concentrado de 250 g, onde se observou o mesmo tempo de secagem. Com aumento da massa, verifica-se um intervalo de tempo de secagem maior, que foram de 160 a 220 min, em comparação com menor massa que foram de 80 a 150 min. O ponto central apresentou menor tempo de secagem do que as condições com 250 g de massa. Podemos observar que a condição 3 da **Tabela 30** apresentou melhores resultados para cinética de secagem, com maior coeficiente difusional, com bom ajuste do coeficiente de correlação, com parâmetro **A** mais próximo do valor real, e com menor tempo de secagem de 80 min de acordo com a **Figura 28**.

4.4. ISOTERMA DE ADSORÇÃO DE VAPOR

As curvas das isotermas de adsorção de vapor obtida para cada condição de processamento de ambos os métodos de secagem, foram ajustadas ao modelo matemático de PEK, para determinação dos parâmetros de coeficiente de correlação (R^2), do conteúdo de umidade da amostra no tempo zero (y_0), dos tempos característicos das isotermas referentes aos processos rápido e lento (t_1 e t_2) e dos conteúdos de umidade associados aos processos rápidos e lentos (A_1 e A_2). A

4.4.1. Isotermas de adsorção de vapor do *refractance window*

As Tabelas 31 e 32 apresentam os resultados dos parâmetros ajustados ao modelo matemático de PEK, e os valores de ganho de umidade experimental e estimado pelo modelo matemático para cada condição de secagem do *refractance window*.

Tabela 31 - Parâmetros do modelo matemático de PEK do *refractance window*.

	R^2	y_0	A_1	t_1	A_2	t_2
(1) 20%/85°C/150g	0,99	0,19	6,14	468,53	0,91	74,57
(2) 30%/85°C/150g	0,99	0,13	5,86	590,92	1,37	100,81
(3) 20%/95°C/150g	0,99	0,47	3,26	500,82	3,26	500,82
(4) 30%/95°C/150g	0,99	0,25	2,48	492,14	2,48	492,14
(5) 20%/85°C/250g	0,99	0,10	6,14	943,36	3,52	156,83
(6) 30%/85°C/250g	0,99	0,36	2,60	432,32	2,60	432,32
(7) 20%/95°C/250g	0,99	0,39	3,31	583,50	3,31	583,50
(8) 30%/95°C/250g	0,99	0,25	0,38	3,08	5,58	361,03
(9) 25%/90°C/200g	0,99	0,23	2,20	626,48	2,20	626,48

Fonte - Própria autora, 2019.

Observa-se na Tabela 31 que modelo de PEK apresentou um bom ajuste aos dados experimentais, apresentando coeficiente correlação (R^2) próximo da unidade para todas as condições estudadas no *refractance window*. Nas condições 3, 4, 6, 7 e 9, os resultados do tempo das isotermas para processo de adsorção de vapor rápido (t_1) foram praticamente iguais ao tempo característico do processo de adsorção de vapor lento (t_2), nas condições 1, 2 e 5 os tempos (t_1) foram maiores e na condição 8 esse tempo foi menor. A amostra da condição 5 apresentou maior tempo rápido em relação as demais condições. O ganho de umidade para cada condição foi compatível com os respectivos tempos. Não se observa influência da temperatura, da concentração de maltodextrina e da massa do suco com os dados do modelo,

uma vez que esses valores não apresentaram uma linearidade de aumentar ou diminuir em relação aos parâmetros matemático.

Tabela 32 - Valores de ganho de umidade experimental e estimado pelo modelo matemático de PEK para o *refractance window*.

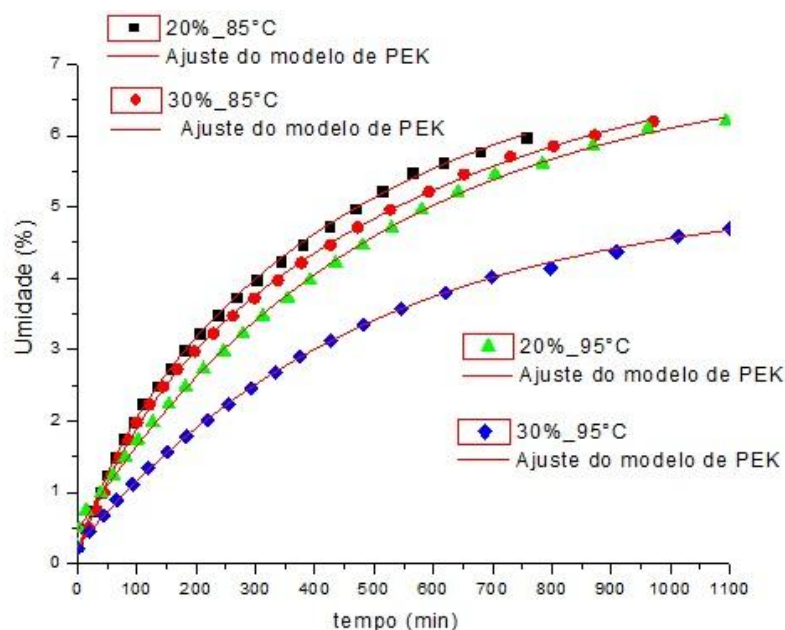
	Umidade experimental (%)	Umidade do modelo (%)	Erro (%)
(1) 20%/85°C/150g	5,98	7,24	17,46
(2) 30%/85°C/150g	6,20	7,36	15,76
(3) 20%/95°C/150g	6,20	6,99	11,31
(4) 30%/95°C/150g	4,70	5,21	9,93
(5) 20%/85°C/250g	8,48	9,77	13,18
(6) 30%/85°C/250g	5,02	5,55	9,47
(7) 20%/95°C/250g	5,72	7,00	18,30
(8) 30%/95°C/250g	5,98	6,21	3,77
(9) 25%/90°C/200g	3,71	4,64	20,04

Fonte - Própria autora, 2019.

A soma do teor de umidade no tempo zero mais os conteúdos associados com os processos cinéticos rápidos e lentos das isotermas de adsorção de vapor ($y_0 + A_1 + A_2$) determinam a umidade de equilíbrio estimada pelo modelo. De acordo com a **Tabela 32** os valores experimentais da umidade de equilíbrio para cada condição de processamento do *refractance window* foram próximos dos valores de umidade de equilíbrio estimado pelo modelo de PEK, apresentando erro menor que 21,00%. De acordo com trabalho de Gama (2017), erros em torno de 20% são aceitáveis, uma vez que a modelagem é um processo de simulação, não levando em consideração os fatores ambientais. Pode-se verificar que a condição 8 apresentou o valor experimental mais próximo do valor estimado pelo modelo, com 3,79% de erro.

A **Figura 30** representa o gráfico das isotermas de adsorção de vapor ajustada ao modelo matemático de PEK para o *refractance window* nas temperaturas de 85 e 95 °C, com 20 e 30% de maltodextrina e com massa do suco concentrado de 150 g.

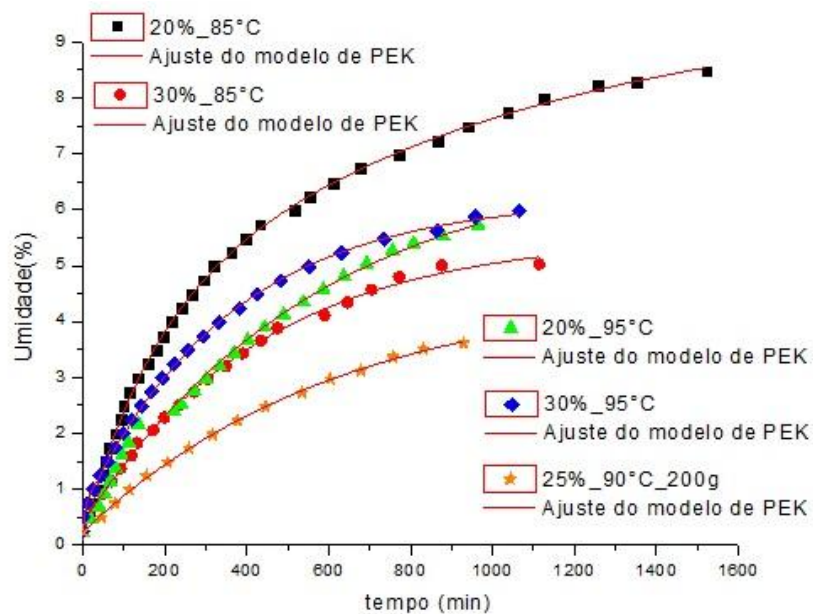
Figura 30 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do *refractance window* com massa do suco concentrado de 150 g.



Fonte - Própria autora, 2019.

A **Figura 31** representa o gráfico das isotermas de adsorção de vapor ajustada ao modelo matemático de PEK para o *refractance window* nas temperaturas de 85 e 95 °C, com 20 e 30% de maltodextrina e com massa do suco concentrado de 250 g mais o ponto central.

Figura 31 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do *refractance window* com massa do suco concentrado de 250 g mais o ponto central.



Fonte - Própria autora, 2019.

Os gráficos das **Figuras 30 e 31** representam as curvas das isotermas de adsorção de vapor experimental ajustadas ao modelo de PEK para cada condição estudada do *refractance window*, onde se estabelece o tempo do processo de adsorção de vapor versus a umidade. Pode se observar graficamente que a condição com 20% de maltodextrina na temperatura de 95°C e com massa de 150 g apresentou o tempo de adsorção de vapor mais próximo do tempo estimado pelo modelo de PEK.

4.4.2. Isotermas de adsorção de vapor do *spray dryer*

Tabelas 33 e 34 apresentam os resultados dos parâmetros ajustados ao modelo matemático de PEK e os valores de ganho de umidade experimentalmente e estimado pelo modelo matemático de PEK para cada condição de secagem do *spray dryer*.

Tabela 33 - Parâmetros do modelo matemático de PEK do *spray dryer*.

	R^2	y_0	A_1	t_1	A_2	t_2
(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,14	2,54	306,28	2,54	306,29
(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,27	0,77	32,26	4,84	204,53
(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,09	6,41	449,97	2,65	88,43
(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,29	0,43	12,65	8,42	344,50
(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,21	9,01	458,16	1,62	57,61
(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,11	2,71	139,46	4,81	362,05
(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,10	3,46	87,09	6,18	423,19
(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	0,99	0,41	2,32	91,94	8,49	354,53
(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	0,99	0,26	1,55	69,14	7,32	408,27

Fonte - Própria autora, 2019.

Observa-se na **Tabela 33** que modelo de PEK apresentou um bom ajuste aos dados experimentais, apresentando coeficiente correlação (R^2) próximo de 1 para todas as condições estudadas no *spray dryer*. Nas condições 2, 4, 6, 7, 8 e 9, os resultados do tempo das isotermas para processo de adsorção de vapor rápido (t_1) foram menores que os tempos característico do processo de adsorção de vapor lento (t_2), nas condições 3 e 5 os tempos (t_1) foram maiores que os tempos (t_2), e na condição 1 esses tempos foram praticamente iguais. A amostra da condição 5 apresentou maior tempo de adsorção rápido de vapor em relação as demais condições. O ganho de umidade para cada condição foi compatível com os respectivos tempos. Não se observa influência da temperatura de entrada, da concentração de maltodextrina e da vazão do soprador com os dados do modelo, uma vez que esses valores não apresentaram uma linearidade de aumentar ou diminuir em relação aos parâmetros matemático.

Tabela 34 - Valores de ganho de umidade experimental estimado pelo modelo matemático de PEK para o *spray dryer*.

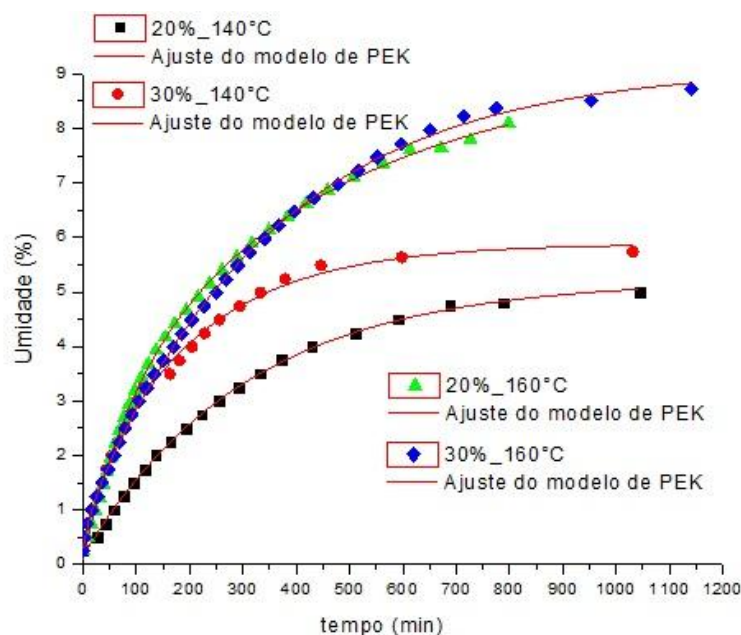
	Umidade experimental (%)	Umidade do modelo (%)	Erro (%)
(1) 20%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	5,22	5,00	4,17
(2) 30%/140°C/2,5m ³ .min ⁻¹	5,88	5,74	2,49
(3) 20%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	9,15	8,09	11,59
(4) 30%/160°C/2,5m ³ .min ⁻¹	9,14	8,71	4,64
(5) 20%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	10,84	10,21	5,80
(6) 30%/140°C/3,5m ³ .min ⁻¹	7,64	7,13	6,61
(7) 20%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	9,75	9,14	6,23
(8) 30%/160°C/3,5m ³ .min ⁻¹	11,22	10,88	3,06
(9) 25%/150°C/3,0m ³ .min ⁻¹	9,13	8,44	7,55

Fonte - Própria autora, 2019.

De acordo com a **Tabela 34** os valores experimentais da umidade de equilíbrio para cada condição de processamento foram próximos dos valores de umidade de equilíbrio estimado pelo modelo de PEK, apresentando erro menor que 12,00%. Pode se verificar que a condição 2 apresentou o valor experimental mais próximo do valor estimado pelo modelo, com 2,49% de erro. Observa-se que os dados experimentais do *spray dryer* foram mais próximos dos valores estimados pelo modelo de PEK do que os dados experimentais obtidos pelo *refractance window*, do qual apresentou erros maiores.

A **Figura 32** representa o gráfico das isotermas de adsorção de vapor ajustada ao modelo matemático de PEK para o *spray dryer* nas temperaturas de 140 e 160 °C, com 20 e 30% de maltodextrina e vazão do soprador de 2,5 m³.min⁻¹.

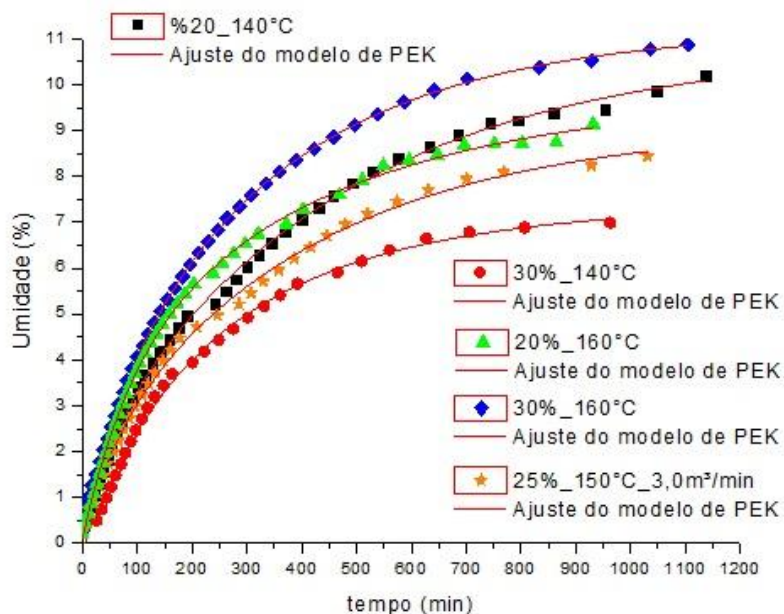
Figura 32 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do *spray dryer* com vazão do soprador 2,5 $\text{m}^3.\text{min}^{-1}$.



Fonte - Própria autora, 2019.

A **Figura 33** representa o gráfico das isotermas de adsorção de vapor ajustada ao modelo matemático de PEK para o *spray dryer* nas temperaturas de 140 e 160 °C, com 20 e 30% de maltodextrina e vazão do soprador de 3,5 $\text{m}^3.\text{min}^{-1}$ mais o ponto central.

Figura 33 - Gráfico das isotermas de adsorção de vapor do *spray dryer* com vazão do soprador 3,5 $\text{m}^3.\text{min}^{-1}$ mais o ponto central



Fonte - Própria autora, 2019.

Os gráficos das **Figuras 32 e 33** representam as curvas das isotermas de adsorção de vapor experimental ajustadas ao modelo de PEK para cada condição estudada do *spray dryer*, onde se apresenta o tempo do processo de adsorção de vapor versus a umidade. Pode se observar graficamente que condição a condição com 20% de maltodextrina, com temperatura de entrada de 160 °C e vazão do soprador de 2,5 m³.min⁻¹ apresentou tempo experimental mais próximo do tempo estimado pelo modelo.

Vários autores aplicam o modelo de PEK, entre eles: Hill, Norton e Newman (2010) que estudaram o comportamento de sorção de vapor de água de Fibras de linho usando o modelo de cinética exponencial paralela, relatando que a adsorção de vapor de água fora da parede celular de fibras de linho foi descrito com precisão pelo modelo PEK. Xie et al. (2011) no estudo do comportamento dinâmico de sorção de vapor de água de fibras naturais e análise cinética usando o modelo de cinética exponencial paralela, relatando que o ajuste da isoterma foi estreitamente comparável à isoterma experimental para fibras naturais, indicando que os valores de umidade de equilíbrio medidos pelo instrumento são muito próximos aos previstos pelo modelo no tempo de exposição infinito. Popescu et al. (2015) estudaram as propriedades de sorção de equilíbrio e dinâmica de vapor de água do biocarvão derivado da madeira de macieira, os autores mostraram que a cinética de sorção de vapor de água da madeira, celulose e fibras naturais obedeceram ao modelo cinético exponencial paralelo, fornecendo ajustes precisos dos dados cinéticos de sorção.

4.5. CONSIDERAÇÕES FINAIS DOS RESULTADOS

De acordo com os resultados para cada caracterização físico-química, realizada nas diferentes condições para cada processo de secagem, pode se observar que os valores de pH para ambos os processos encontram-se numa faixa segura de estabilidade em relação ao desenvolvimento de microrganismos e que de forma geral não houve diferença significativa ($p>0,05$) para as diferentes condições de processamento para ambos os métodos de secagem.

Verifica-se uma relação da porosidade com a densidade, onde menores valores de porosidade implicam em maiores densidades, foram observados que os valores de porosidade do *spray dryer* foram menores dos que os mencionados pela literatura. Os resultados de porosidades e solubilidade para ambos os métodos não foram significativos ($p>0,05$) para as diferentes condições de processamento.

Observa-se uma relação do ângulo de repouso com: a morfologia e granulometria do pó, onde partículas mais esférica, grandes e lisas apresentam menores valores dessa variável; uma relação com a solubilidade, onde maiores ângulos de repouso refletem em maior dificuldade de reidratação; uma relação com as densidades, onde o pó processado com maiores ângulos de repouso apresentam maior degradação e menor fluidez. Não se verifica diferença significativa de maneira geral em relação às densidades ($p>0,05$) para as diferentes condições de secagem para ambos os métodos *refractance window* e *spray dryer*, com exceção de algumas condições para as densidades *tapped* e *bulk*. Observa-se diferença significativa ($p\leq 0,05$) para os valores do ângulo de repouso no *refractance window* em relação a massa e diferença significativa ($p\leq 0,05$) para o *spray dryer* em relação a temperatura e concentração de maltodextrina.

Consegue se verificar uma relação da atividade de água com teor de umidade, onde se observa para ambos os processos de secagem, que quando se tem menores valores de atividade de água, se tem menores valores de umidade para o pó processado, o que é condizente, uma vez que a umidade representa a composição da água livre em um sistema alimentar. Não se verifica diferença significativa ($p>0,05$) de maneira geral para as diferentes condições de processamento das análises de umidade e atividade de água do *refractance window*. Observa-se diferença significativa ($p\leq 0,05$) para os valores de umidade no *spray dryer* em relação a temperatura e para a atividade de água em relação a vazão do soprador.

Os valores de sólidos solúveis para as diferentes concentrações de maltodextrinas para ambos os métodos ficaram muito próximo o que pode estar relacionado a degradação dos açúcares que não se conservaram. Verifica-se diferença significativa ($p\leq 0,05$) para as

diferentes condições de processamento das análises de sólidos solúveis totais em relação a concentração de maltodextrina para ambos os processos e diferença significativa ($p \leq 0,05$) em relação a temperatura para o *spray dryer*. O rendimento do *refractance window* apresentou diferença significativa ($p \leq 0,05$) em relação a concentração de maltodextrina e maiores valores que os resultados do *spray dryer*. Os resultados de porcentagem de perda de ácido ascórbico para ambos os métodos secagem do pó processado ficaram a baixos dos resultados mostrados na literatura, resultando em menor perda de vitamina C.

As análises físico-químicas realizadas no suco concentrado de acerola se encontram próximos dos valores estabelecidos pela legislação. Os parâmetros do suco concentrado de acerola de sólidos solúveis totais em comparação com pó processado para ambos os métodos de secagem diferiram estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade, essa diferença está relacionada ao aumento do teor de sólidos solúveis proveniente do agente carreador; comparando as análises de pH do suco concentrado com o do *spray dryer* não houve diferença significativa ($p > 0,05$) e com *refractance window*, houve diferença estatística ($p \leq 0,05$), da qual pode estar relacionada a perda dos ácidos presente na fruta; em relação aos ácido ascórbico observou-se diferença significativa para ambos os processos ($p \leq 0,05$), ou seja, houve degradação considerável de vitamina C, essa perda já era esperada uma vez que a temperatura causa a degradação do ácido ascórbico e que o aumento no pH provoca perda do mesmo.

Os resultados médios das condições de processamento para as caracterizações físico-químicas do pó processado pelo *refractance window* em comparação com o *spray dryer* variaram significativamente ($p \leq 0,05$), com exceção das análises de porosidade, sólidos solúveis totais e ácido ascórbico. De acordo a diferença significativa para esses variáveis, o *spray dryer* possui melhores propriedades de pH, umidade e atividade de água, apresentando maior estabilidade microbiológica do produto. Já o *refractance window* apresentou melhores resultados de todas as densidades estudadas, apresentando menor possibilidade de oxidação e maior estabilidade no armazenamento; menores valores de ângulo de repouso, refletindo em melhores propriedades de escoamento e de penetração da água; maior solubilidade, apresentando melhores qualidades de reidratação; e melhores resultados de rendimento do processo.

Os resultados de granulometria do pó processado pelo *spray dryer* apresentaram distribuição bimodal com dois picos distintos e comportamento polimodal com três ou mais picos distintos. As condições de processo não apresentaram influencia no diâmetro médio partículas, não seguindo uma linearidade de aumentar ou diminuir com as condições de

secagem. Os resultados de granulometria para *spray dryer* de acordo com a literatura possuem propriedades de reconstituição e manuseio inferiores.

As análises de morfologia do pó processado pelo *refractance window* nas diferentes condições de processamento, apresentaram partículas com formatos irregulares, sem aglomeração, de diferentes tamanhos. As análises de morfologia pó processado pelo *spray dryer*, apresentaram estruturas similares para as diferentes condições de secagem, com tamanhos diferentes, condizente com a distribuição larga da análise granulométrica, com formato esférico e superfície lisa mais acentuada decorrente da maior retirada de água pelo encapsulante, apresentando também superfícies enrugadas decorrentes da contração das partículas ao serem resfriadas e aglomeradas com espaços vazios relacionados à baixa concentração de maltodextrina adicionada à formulação.

As caracterizações físico-químicas para ambos os métodos de secagem que apresentaram validação pelo modelo de regressão estatisticamente significativo ao nível de 95% de confiança ($p \leq 0,05$), foram: As análises de densidade bulk, partícula e rendimento para o *refractance window*, umidade e atividade de água para o *spray dryer*; e ângulo de repouso e sólidos solúveis totais para ambos os métodos, sendo então justificadas pelas condições de secagem de ambos os processos, apresentando o fator $F_{\text{calculado}} >$ que o fator F_{tabelado} , onde se observa que a densidade bulk foi influenciada pela temperatura e a densidade partícula pela massa do suco concentrado, o ângulo de repouso para o *refractance window* foi influenciado pela massa do suco concentrado e para o *spray dryer* pela temperatura de entrada, os sólidos solúveis totais para ambos os processos e o rendimento do *refractance window* foram influenciados pela concentração de maltodextrina, a umidade foi influenciada pela temperatura de entrada do *spray dryer* e a atividade água foi influenciada pela vazão do soprador. Todos os parâmetros validados pelo modelo de regressão apresentaram grau de significância ($p \leq 0,05$).

O modelo de difusional aplicado a cinética de secagem do *refractance window* apresentou um bom ajuste aos dados experimentais, com coeficiente correlação (R^2) próximo da unidade para todas as condições estudadas. O coeficiente de difusividade determinado pelo modelo aumentou com aumento da temperatura e diminuiu com o aumento da concentração de maltodextrina e massa do suco. A condição com temperatura de 95 °C, 20% de maltodextrina e massa do suco concentrado de 150 g, apresentou melhores resultados para cinética de secagem, com maior coeficiente difusional e com menor tempo de secagem.

O modelo de cinética exponencial paralelo (PEK) aplicado às isotermas de adsorção de vapor do *refractance window* e do *spray dryer* apresentaram um bom ajuste aos dados

experimentais, com coeficiente correlação (R^2) próximo da unidade para todas as condições estudadas e com os dados experimentais de umidade de equilíbrio para cada condição de processamento de ambos os métodos de secagem, próximos dos valores estimados pelo modelo.

5. CONCLUSÃO

O suco concentrado foi analisado através das caracterizações de sólidos totais, pH, sólidos solúveis totais e ácido ascórbico, apresentado resultados próximos dos valores estabelecidos pela legislação de padrões de identidade e qualidade para o suco de acerola.

O pó processado pelos *refractance window* e *spray dryer* foram submetidos à análise de pH, densidade bulk, tapped e partícula, porosidade, solubilidade, ângulo de repouso, umidade, atividade de água, sólidos solúveis totais, rendimento, ácido ascórbico, granulometria e morfologia, apresentando resultados desejáveis de acordo com cada análise, próximos dos valores literários e diferenciados de acordo com as condições de processamento dos diferentes métodos de secagem.

Os parâmetros do suco concentrado de acerola de pH, sólidos solúveis totais e ácidos ascórbico em comparação com pó processado para ambos os métodos de secagem diferiram estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste tukey, com exceção do pH para *spray dryer* que não diferiu significativamente, mantendo as propriedades do suco em relação a essa variável, as demais variáveis que houve diferença considerável pode ser atribuído às condições de processamento para ambos os métodos.

Os resultados médios das condições de processamento para as caracterizações físico-químicas do pó processado pelo *refractance window* em comparação com o *spray dryer* variaram significativamente ($p \leq 0,05$) pelo teste tukey, com exceção das análises de porosidade, sólidos solúveis totais e ácido ascórbico. Portanto de acordo a diferença significativa para essas análises, o *spray dryer* apresentou melhores propriedades de pH, umidade e atividade de água e o *refractance window* apresentou melhores resultados das densidade bulk, tapped e partícula de ângulo de repouso, solubilidade e rendimento.

As caracterizações validadas pelo modelo de regressão estatisticamente significativo ao nível de 95% de confiança ($p \leq 0,05$), foram: As análises de densidade bulk, partícula e rendimento para o *refractance window*, umidade e atividade de água para o *spray dryer*; e ângulo de repouso e sólidos solúveis totais para ambos os métodos, sendo então justificadas pelas condições de secagem de ambos os processos.

O modelo de difusional aplicado a cinética de secagem do *refractance window* apresentou um bom ajuste aos dados experimentais, com coeficiente correlação (R^2) próximo da unidade para todas as condições estudadas. Apresentando bons resultados de coeficiente difusional.

O modelo de cinética exponencial paralelo (PEK) aplicado às isotermas de adsorção de vapor do *refractance window* e do *spray dryer* apresentaram um bom ajuste aos dados experimentais, com coeficiente correlação (R^2) próximo da unidade para todas as condições estudadas e com os dados experimentais de umidade de equilíbrio para cada condição de processamento de ambos os métodos de secagem, próximo dos valores estimados pelo modelo.

REFERÊNCIAS

- ABDULLAH, E. C.; GELDART, D. The use of bulk density measurements as flowability indicators. **Powder Technology**, v. 102, p. 151–165, 1999.
- ABONYI, B. I. et al. Quality Retention in Strawberry and Carrot Purees Dried with Refractance WindowTM System. **Journal of food science**, v. 67, n. 2, p. 1051-1056, 2001.
- AGHBASHLO, M. et al. Fish oil microencapsulation as influenced by spray dryer operational variables. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 48, p. 1707-1713, 2013.
- ALIAKBARIAN, B. et al. Optimization of spray drying microencapsulation of olive pomace polyphenols using Response Surface Methodology and Artificial Neural Network. **LWT - Food Science and Technology**, v. 93, p. 220-228, Mar. 2018.
- AL-HASHEMI, H. M. B.; AL-AMOUDI, O. S. B. A review on the angle of repose of granular materials. **Powder Technology**, v. 330, p. 397–417, Feb. 2018.
- ALMEIDA, T. C. de. **Obtenção e caracterização do suco em pó da laranja (*citrus sinensis*) obtido por spray dryer**. 2017. 94 p. Trabalho final de curso (graduação em Engenharia Química). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PB.
- ARAL, S.; BESE, A. V. Convective drying of hawthorn fruit (*Crataegus* spp.): Effect of experimental parameters on drying kinetics, color, shrinkage, and rehydration capacity. **Food Chemistry**, v. 210, p. 577-584, Apr. 2016
- ARAÚJO, C. da S. et al. Cinética de secagem de acerola em leito de espuma e ajuste de modelos matemáticos. **Braz. J. Food Technol.**, Campinas, v. 20, p. 1-9, 2017.
- ASTOLFI-FILHO, Z. et al. Encapsulação de Suco de maracujá por co-cristalização com sacarose: cinética de cristalização e propriedades físicas. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 25, n. 4, p. 795-801, out./dez. 2005.
- AZIZI, D. et al. The Influence of Refractance Window Drying on Qualitative Properties of Kiwifruit Slices. **International Journal of Food Engineering**. 2016.

BAEGHBALI, V.; NIAKOUSARI, M.; FARAHNAKY, A. Refractance window drying of pomegranate juice: Quality retention and energy efficiency. **Food Science and Technology**, v. 66, p. 34-40, 2016.

BELWAL, T. et al. Phytopharmacology of acerola (*Malpighia* spp.) and its potential as functional food. **Trends in Food Science & Technology**, v. 74, p. 99-106, 2018.

BENSEBIA, O.; ALLIA, K. Analysis of adsorption–desorption moisture isotherms of rosemary leaves. **Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants**, v. 3, p. 79-86, Feb. 2016.

BRAGA, A. C. C. **Influência da temperatura e do tamanho de partículas no comportamento reológico do suco de abacaxi “pérola” (*Ananas comosus* (L.) Merr.)**. 2007. 74 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Pará, Belém.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 169, de 01 de setembro de 2016. Dispõe sobre o "Regulamento Técnico Geral para fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para Polpa de Fruta", **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 2016.

BRASIL. ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 272, de 22 de setembro de 2005. Dispõe sobre o "Regulamento técnico para produtos de vegetais, produtos de frutas e cogumelos comestíveis", **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 2005.

CAETANO, P. K.; DAIUTO, E. R.; VIEITES, R. L. Característica físico-química e sensorial de geleia elaborada com polpa e suco de acerola. **Brazilian journal of food technology**. Campinas, v. 15, n. 3, p. 191-197, jul./set. 2012.

CAMPOS, M. M. de. **Análise da escoabilidade de pós**. 2012. 129 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de São Carlos, São Paulo.

CANO-CHAUCA, M. et al. 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. et al. 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.

CAPARINO, O. A. et al. Water sorption, glass transition, and microstructures of refractance window- and freeze-dried mango (philippine “carabao” var.) Powder. **Drying Technology**, v. 31, p. 1969-1978, 2013.

CASTOLDI, M. et al. Production of tomato powder by refractance window drying. **Drying Technology**, v. 33, p. 1463-1473, 2015.

CASTRO, A. M.; MAYORGA, E. Y.; MORENO, F. L. Mathematical modelling of convective drying of fruits: A review. **Journal of Food Engineering**, n. 223, p. 152-167, 2018.

CAVALCANTE, C. E. B. et al. Comportamento higroscópico da polpa de graviola em pó obtida por secagem em spray dryer. **Braz. J. Food Technol.**, v. 21, p. 1-8, fev. 2018.

CELESTINO, S. M. C. **Princípios de secagem de alimentos**. 1 ed. Platina-DF: Embrapa, Cerrados, 2010, 51 p.

CELLI, G. B. et al. Refractance windowTM drying of haskap berry – Preliminary results on anthocyanin retention and physicochemical properties. **Food Chemistry**, v. 194, p. 218-221, 2016.

CHAVES, M. da C. V. et al. Caracterização físico-química do suco da acerola. **Revista de biologia e ciências da terra**, v. 4, n. 2, 2004.

CLARKE, P. T. Refractance windowTM - “down Under”. **Proceedings of the 14th International Drying Symposium**. São Paulo, vol. B, p. 813-820, Aug. 2004.

CRANK, J. **The mathematics of diffusion**. 2 ed. 1975.

DAĞHAN, Ş. et al. The effect of temperature and method of drying on isot (urfa pepper) and its vitamin c degradation kinetics. **Food Sci.**, v. 30, p. 504-521, 2018.

DEFRAEYE, T.; RADU, A. Insights in convective drying of fruit by coupled modeling of fruit drying, deformation, quality evolution and convective exchange with the airflow. **Applied Thermal Engineering**, v. 129, p. 1026-1038, 2018.

DELVA, L.; SCHNEIDER, R. G. Acerola (*Malpighia emarginata* DC): Production, Postharvest Handling, Nutrition, and Biological Activity. **Food Reviews International**, v. 29, p. 107-126, 2013.

DUPAS-LANGLET, M. et al. A new method to determine “equilibrated” water activity and establish sorption isotherm by erasing surface history of the samples. **Journal of Food Engineering**, v. 184, p. 53-62, Apr. 2016.

DÜSMAN, E. et al. Investigation of cytotoxic and mutagenic effects of *Malpighia glabra* L. (barbados cherry) fruit pulp and vitamin C on plant and animal test systems. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 32, n. 2, p. 405-411, abr./jun. 2012.

FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 33, n. 1, p. 171-178, fev. 2013.

FRANCO, T.Z. et al. Effects of foam mat drying on physicochemical and microstructural properties of yacon juice powder. **LWT - Food Science and Technology**, v. 66, p. 503-513, 2016.

GAMA, A. J. de A. **Modelagem, simulação e otimização do processo de hidrociclonação para tratamento de argilas bentoníticas**. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia dos Materiais). 2017. 176 p. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande –PB.

GOMES, P. M. de A.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. de; QUEIROZ, A. J. de M. Armazenamento da polpa de acerola em pó a temperatura ambiente. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 24, n. 3, p. 384-389, jul/set. 2004.

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

GOULA, A. 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.

FABRA, M. J. et al. 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.

FARAHNAKY, A. et al. Physicochemical and sorption isotherm properties of date syrup powder: Antiplasticizing effect of maltodextrin. **Food and bioprocess processing**, v. 98 p. 133-141, Jan. 2016.

FAZAEI, M. et al. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. **Food and bioproducts processing**, v. 90, p. 667-675, Apr. 2012.

FREITAS, C.A. S. de; et al. Acerola: produção, composição, aspectos nutricionais e produtos. **R. Bras. Agrociência**, Pelotas, v. 12, n. 4, p. 395-400, out./dez., 2006.

HERNÁNDEZ-SANTOS, B. et al. Evaluation of physical and chemical properties of carrots dried by refractance window drying. **Drying technology**, v. 34, n. 12, p. 1414-1422, 2016.

HILL, C. A. S.; NORTON, A.; NEWMAN, G. The water vapor sorption behavior of flax fibers- analysis using the parallel exponential kinetics model and determination of the activation energies of sorption. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 116, p. 2166-2173, Jan. 2010.

HORTA, R. N. et al. Protective effects of acerola juice on genotoxicity induced by iron in vivo. **Genetics and Molecular Biology**, v. 39, n. 1, p. 122-128, 2016.

ISLAM, M. Z. et al. Effects of micro wet milling and vacuum spray drying on the physicochemical and antioxidant properties of orange (*Citrus unshiu*) juice with pulp powder. **Food and bioproducts processing**, v. 101, p. 132-144, 2017.

ISLAM, M. Z. et al. Effect of vacuum spray drying on the physicochemical properties, water sorption and glass transition phenomenon of orange juice powder. **Journal of Food Engineering**, v. 169, p. 131-140, 2016.

JAESCHKE, D. P.; MARCZAK, L. D. F.; MERCALI, G. D. Evaluation of non-thermal effects of electricity on ascorbic acid and carotenoid degradation in acerola pulp during ohmic heating. **Food Chemistry**, v. 199, p. 128–134, 2016.

JAFARI, S. M. et al. Comparing quality characteristics of oven-dried and refractance window-dried kiwifruits. **Journal of food processing and preservation**, v. 40, p. 362-372, Sep. 2015.

JANGAM, S. V.; LAW, C. L.; MUJUMDAR, A. S. **In drying of foods: Vegetables and fruits**, v. 1, p. 1-30, 2010.

JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 194-205, 2008.

JÚNIOR, A.L.M. et al. First record of acerola weevil, *Anthonomus tomentosus* (Faust, 1894) (Coleoptera: Curculionidae), in Brazil. **Braz. J. Biol.**, v. 77, n. 4, p. 803-808, 2017.

JÚNIOR, R. C. A. **Determinação da densidade aparente de matérias-primas - fundentes, minério de ferro e resíduos**. 2014. 46 p. Monografia (Engenharia Metalúrgica). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

KARA, C.; DOYMAZ, I. Effective moisture diffusivity determination and mathematical modelling of drying curves of apple pomace. **Heat Mass Transfer**, v. 51, p. 983–989, 2015.

KAUR, G. et al. Mango pulp drying by refractance window method. **AgricEngInt**. Índia, v. 19, n. 4, p. 145-151, Dec. 2017.

KESHANI, S. et al. Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. **Journal of Food Engineering**, v. 146, p. 152-162, 2015.

KOHLER, R. et al. A new kinetic model for water sorption isotherms of cellulosic materials. **Macromol. Symp.**, v. 244, p. 89-96, 2006.

LEFFA, D. D. et al. Effects of acerola (*Malpighia emarginata* DC.) Juice Intake on Brain Energy Metabolism of Mice Fed a Cafeteria Diet. **Mol Neurobiol**, v. 54, p. 954-963, 2017.

LANNES, S. C. da S.; MEDEIROS, M. L. Processamento de achocolatado de cupuaçu por *spray-dryer*. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 39, n. 1, p. 115-123 jan./mar. 2003.

LIMA, R. de A. B. **Análise da secagem convectiva de folhas de manjerição (*Ocimum basilicum* L.)**. 2013. 169 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal de São Carlos, São Paulo.

LISBOA, H. U.; DUARTE, M. E.; CAVALCANTI-MATA, M. E. Modeling of food drying processes in industrial spray dryers. **Food and Bioproducts Processing**. Campina Grande-PB, v. 107, p. 49-60, 2018.

LIU, W. CHENC, X. D.; SELOMULYAA, C. On the spray drying of uniform functional microparticles. **Particuology**, v. 22, p. 1-12, Apr. 2015.

LUIZ, M. R. **Estudo teórico e experimental de secagem de tomate (*Lycopersicon esculentum*)**. 2012. 160 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal da Paraíba, João pessoa-PB.

MAGRI, L.P. **Quantificação de acidez titulável e ph utilizando técnica potenciométrica como indicador de qualidade do leite bovino**. 2015. 78 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia em Leite e Derivados). Faculdade de Farmácia e Bioquímica. Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora.

MARTINAZZO, A. P. et al. Análise e descrição matemática da cinética de secagem de folhas de capim-limão. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. Campina Grande-PB, v. 11, n. 3, p. 301-306, jan. 2007.

MATSUURA, F. C. K. U. et al. Avaliações físico-químicas em frutos de diferentes genótipos de acerola (*Malpighia Punicifolia* L.). **Rev. Bras. Frutic.**, Jaboticabal - SP, v. 23, n. 3, p. 602-606, dez. 2001.

MEDEIROS, M. de F. D. de, et al. Escoabilidade de leitos de partículas inertes com polpa de frutas tropicais. Efeitos na secagem em leito de jorro. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 5, n. 3, p. 475-480, 2001

MEDEIROS, M. L; LANNES, S. C. da S. Propriedades físicas de substitutos do cacau. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 30, n. 1, p. 243-253, mai. 2010.

MENDES, A. M. S. et al. Acultura da acerola. **Revista e Ampliada**, 3. ed. Brasília-DF: Embrapa, 2012. 144 p.

MENDONÇA, A. P. et al. Determinação das curvas de secagem das sementes de andiroba sem secador solar. **Revista Brasileira de engenharia agrícola e ambiental**. Campina Grande-PB, v. 19, n. 4, p. 382-387, 2015.

MOREIRA, G. E. G. et al. Ascorbic acid and anthocyanin retention during spray drying of acerola pomace extract. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 34, p. 915-925, 2009.

MOREIRA, R. et al. Thermodynamic analysis of experimental sorption isotherms of loquat and quince fruits. **Journal of Food Engineering**, v. 88, p. 514–521, Mar. 2008.

MUZAFFAR, K.; KUMAR, K. Moisture sorption isotherms and storage study of spray dried tamarind pulp powder. **Powder Technology**, v. 291, p. 322-327, 2016.

NINDO, C. I.; TANG, J. Refractance window dehydration technology: a novel contact drying method. **Drying Technology**, v. 25, p. 37-48, 2007.

NUNES, G. L.; MENEZ, C. G.de. Microencapsulação por *spray drying* dos compostos bioativos do extrato aquoso de erva mate (*Ilex paraguariensis*) crioconcentrado. **Ciência e Natura, Santa Maria**, v. 37, p. 18-29, dec. 2015.

NUNES, J. A. S. et al. Determinação do ângulo de repouso, volume unitário, eixos ortogonais e esfericidade de trigo. **Acta Iguazu**, Cascavel, v. 3, n. 2, p. 77-86, 2014.

OBEROI, D. P. S.; SOGI, D. S. Effect of drying methods and maltodextrin concentration on pigment content of watermelon juice powder. **Journal of Food Engineering**, v. 165, p. 172-178, Jun. 2015.

OCORÓ-ZAMORA, M. U.; AYALA-APONTE, A. A. Influence of thickness on the drying of papaya puree (*carica papaya l.*) through refractance windowTM technology. **Dyna**. Medellin, v. 80, n. 182, p. 147-154, Dec. 2013.

OLIVEIRA, D. E. C. de, et al. Obtenção e modelagem das isotermas de dessorção e do calor isostérico para sementes de arroz em casca. **Jaboticabal**, v. 42, n. 3, p. 203-210, mai. 2014.

OLIVEIRA, F. M. N. de; FIGUEIREDO, R. M. F. de; QUEIROZ, A. J. de M. Análise comparativa de polpas de pitanga integral, formulada e em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande-PB, v. 8, n. 1, p. 25-33, 2006.

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

OLIVEIRA, M. I. S. Estabilidade da polpa de morango atomizada utilizando diferentes agentes carreadores. **Brazilian journal of food technology**., Campinas, v. 16, n. 4, p. 310-318, out./dez. 2013.

OriginPro 8 SRO. v8. 0724. (B724). Copyright 1991- 2007 OriginLab Corporation.

ORTIZ-JEREZ, M. J. et al. Quantitative understanding of refractance windowTM drying. **Food and Bioproducts Processing**, v. 95, p. 237-253, May. 2015.

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, Feb. 2012.

PARK, K. J. B. et al. Secagem: fundamentos e equações. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.16, n.1, p.93-127, 2014.

PARK, K. J.; YADO, M. K. M.; BROD, F. P. R. Estudo de secagem de pêra bartlett (*pyrus* sp.) em fatias. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 21, n. 3, p. 288-292, set./dez. 2001.

PEREA-FLORES, M.J.et al. Mathematical modelling of castor oil seeds (*Ricinus communis*) drying kinetics in fluidized bed at high temperatures. **Industrial Crops and products**, v. 38, p. 64-71, Jan. 2012.

POPESCU, C. M. Equilibrium and dynamic vapour water sorption properties of biochar derived from apple wood. **Polymer Degradation and Stability**, v. 111, p. 263-268, 2015.

PRAKASH, A. et al. Implication of processing and differential blending on quality characteristics in nutritionally enriched ketchup (Nutri-Ketchup) from acerola and tomato. **J Food Sci Technol.**, v. 53, n. 8, p. 3175-3185, Aug. 2016.

REZENDE, Y. R. R. S.; NOGUEIRA, J. P.; NARAIN, N. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric characterization. **Food Chemistry**, v. 254, p. 281-291, Feb. 2018.

RIBEIRO, L. C. **Produção de acerola em pó: métodos de secagem e avaliação da estabilidade**. 2014. 126 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

RIBEIRO, L. C.; COSTA, J. M. C. da; AFONSO, M. R. A. Hygroscopic behavior of lyophilized acerola pulp poder. R. **Bras. Eng. Agríc. Ambiental**, v. 20, n. 3, p. 269-274, 2016.

ROCHA, C. T. da. **Obtenção de suco misto de açaí, morango e acerola em pó por diferentes processos de secagem**. 2013. 80 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre-ES

ROCHA, E.M. F. F. et al. Obtenção de suco de caju atomizado através do controle das condições de secagem . **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande-PB, v. 18, n. 6, p. 646-651, 2014.

RUDOBASHTA, S. P. Calculation of the kinetics of drying disperse materials on the basis of analytical methods. **Journal of engineering physics and thermophysics**, v. 83, n. 4, p. 753-763, 2010.

RUIZ-LÓPEZ, I. I. et al. Modeling and simulation of heat and mass transfer during drying of solids with hemispherical shell geometry. **Computers and Chemical Engineering**, v. 35, p. 191-199, 2011.

SAÉNZ, C. et al. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). **Food Chemistry**, v. 114, p. 616-622, 2009.

SANTANA, M. de F. S. de; et al. Área superficial e porosidade da fibra alimentar do albedo de laranja. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 14, n. 3, p. 261-273, 2012.

SANTANA, M. F. S. **Caracterização físico-química de fibra alimentar de laranja e maracujá**. 2005. p. 188. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP.

SANTHALAKSHMY, S. et al. Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. **Powder Technology**, v. 274, p. 37-43, Jan. 2015.

SANTOS, A. A. C. dos, et al. Avaliação físico-química e comportamento higroscópico de goiaba em pó obtida por *spray-dryer*. **Revista Ciência Agronômica**, v. 45, n. 3, p. 508-514, jul./set, 2014.

SCHUCK, P. et al. Drying by desorption: A tool to determine spray drying parameters. **Journal of Food Engineering**, v. 94, p. 199-204, 2009.

SHISHIR, M. R. I.; CHEN, W. Trends of spray drying: A critical review on drying of fruit and vegetable juices. **Trends in Food Science & Technology**, v. 65, p. 49-67, May. 2017.

SILVA, J. da; et al. Determinação da qualidade e do teor de sólidos solúveis nas diferentes partes do fruto da pinheira (*Annona squamosa* L.). **Rev. Bras. Frutic.**, Jaboticabal - SP, v. 24, n. 2, p. 562-564, agosto 2002.

SILVA, L. M. R. de; et al. Estudo do comportamento reológico de polpas de caju (*Anacardium occidentale*, L.), acerola (*Malpighia emarginata*, D.C.) e manga (*Mangifera indica*, L.). **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 33, n. 1, p. 237-248, jan./mar. 2012.

SILVA, P. I. et al. Parameter optimization for spray-drying microencapsulation of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) peel extracts using simultaneous analysis of responses. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 538-544, 2013.

SOARES, E. C. et al. Desidratação da polpa de acerola (*Malpighia emarginata* D.C.) pelo processo “FOAM-MAT” **Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas**, v. 21, n. 2, p. 164-170, mai./ago. 2001

SORMOLI, M. E.; LANGRISH, T. A. G. Moisture sorption isotherms and net isosteric heat of sorption for spray-dried pure orange juice powder. **LWT - Food Science and Technology**, v. 62, p. 875-882, 2015.

SOUSA, K. dos S. M. de, et al. Produção e caracterização da polpa de atemoia em pó. **Rev. Bras. Frutic.**, Jaboticabal - SP, v. 37, n. 3, p. 718-728, set. 2015.

SOUSA, K. O. de; et al. Quality of acerola (*malpighia emarginata*) treated with gibberelic acid and stored under refrigeration. **Rev. Bras. Frutic.**, Joboticabal-SP, v. 39, n. 4, p. 1-9, 2016.

SOUZA, A. L. R. de, et al. Microencapsulação de sucos e polpas de frutas por *spray drying*: uma revisão. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 17, n. 3, p. 327-338, 2015.

STATISTICA 7.0. Copyright- StatSoft. Inc. 1984-2004.

STAUDT, P.B. et al. A new method for predicting sorption isotherms at different temperatures: Extension to the GAB model. **Journal of Food Engineering**, v. 118, p. 247-255, Apr. 2013.

STUNDA-ZUJEVA, A.; IRBE, Z.; BERZINA-CIMDINA, L. Controlling the morphology of ceramic and composite powders obtained via spray drying – A review. **Ceramics International**, v. 43, p. 11543-1155, May. 2017.

TALLA, A. et al. Experimental Determination and Modeling of Sorption Isotherms of Tropical Fruits: Banana, Mango, and Pineapple. **Drying Technology**, v. 23, p. 1477-1498, 2005.

TANAKA, D. L. **Influência da desidratação por *spray drying* sobre o teor ácido ascórbico no suco de acerola (*malpighia ssp*)**. 2007. 73 p. Dissertação (Mestrado em alimentos e nutrição). Faculdade de Ciências Farmacêuticas, universidade Estadual Paulista, Araraquara.

TONTUL, I. et al. Physical and microbiological properties of yoghurt powder produced by refractance window drying. **International dairy journal**, v. 85, p. 169-176, Jun. 2018.

TONTUL, I.; TOPUZ, A.; Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. **Trends in Food Science & Technology**, v. 63, p. 91-102, 2017.

TONON, R. V. **Secagem por atomização do suco de açaí: Influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto**. 2009. 242 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas, São Paulo.

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

TZEMPELIKOS, D. A. et al. Numerical modeling of heat and mass transfer during convective drying of cylindrical quince slices. **Journal of Food Engineering**, v. 156, p. 10-21, 2015.

USCATEGUI, D. C. R.; VELÁSQUEZ, H. J. C.; VALENCIA, J. U. S. Concentrates of sugarcane juice and whey protein: Study of a new powder product obtained by spray drying of their combinations. **Powder Technology**, v. 333, p. 429-438, 2018.

VEGA-GALVEZ, A. et al. Effective moisture diffusivity determination and mathematical modelling of the drying curves of the olive-waste cake. **Bioresource Technology**, v. 101, p. 7265-7270, May. 2010

VISSOTTO, F. Z. et al. Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 26, n. 3, p. 666-671, jul./set. 2006.

XIE, Y. et al. The dynamic water vapour sorption behaviour of natural fibres and kinetic analysis using the parallel exponential kinetics model. **J Mater Sci.**, v. 46, p. 479-489, 2011.

YAMASHITA, F. et al. Produtos de acerola: estudo da estabilidade de vitamina. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 23, n. 1, p. 92-94, jan./abr. 2003.

YANG, M. et al. The drying quality and energy consumption of Chinese wolfberry fruits under electrohydrodynamic system. **International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics**, v. 55, p. 101-112, 2017.

ZAIHAN, J. et al. The kinetics of water vapour sorption: analysis using Parallel Exponential Kinetics model on six Malaysian hardwoods. **Journal of Tropical Forest Science**, v. 22, n. 2, p. 107-117, 2010.

ZEFERINO, L. B. et al. Efeito da concentração de sólidos solúveis do extrato de café conilon no índice de refração, na densidade e na viscosidade do extrato. **Enciclopédia biosfera, Centro Científico Conhecer**, Goiânia, v. 6, n.11, p. 1-8, 2010.

ZENEBON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. Instituto Adolfo Lutz , São Paulo. 2008. 1020 .p.

ZOTARELLI, M. F. **Produção e caracterização de manga desidratada em pó por diferentes processos de secagem**. 2014. 165 p. Tese (doutorado em Engenharia de Alimentos). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

ZOTARELLI, M. F. et al. Production of mango powder by spray drying and cast-tape drying. **Powder Technology**. V. 305, p. 447-454, 2017.

ZOTARELLI, M. F.; CARCIOFI, B. A. M.; LAURINDO, J. B. Effect of process variables on the drying rate of mango pulp by refractance window. **Food Research International**, v. 69, p. 410-417, Jan. 2.

APÊNDICE A

EFEITOS ESTIMADOS PARA AS VARIÁVEIS NÃO SIGNIFICATIVAS

Observam-se nas **Tabelas A1 e A2** que alguns erros estabelecidos foram maiores que os efeitos determinados. Não foram observados efeitos significativos para as variáveis de processo e suas interações em relação às caracterizações físico-químicas mencionadas nas respectivas tabelas para cada processo, com exceção do teor de ácido ascórbico da **Tabela A1** e da densidade bulk da **Tabela A2**, do qual os efeitos significativos estão destacados de vermelho. Porém o $F_{\text{calculado}}$ do ácido ascórbico da **Tabela A1** foi de 7,21 e o da densidade bulk da **Tabela A2** foi de 3,54, esses valores foram menores que os valores de F_{tabelado} que foram de 8,89. Portanto essas variáveis não podem ser justificadas pelas condições de processos referentes aos métodos de secagem *refractance window e spray dryer*; apresentando grau de significância ($p > 0,05$), com exceção de alguns efeitos como mencionado anteriormente.

Tabela A1 - Efeitos estimados das variáveis não significativas do *refractance window*.

Fator	pH			Densidade tapped (g.mL ⁻¹)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	0,04	0,12	0,77	-0,01	0,042	0,83
(2) T (°C)	0,05	0,12	0,71	0,02	0,042	0,67
(3) m (g)	-0,06	0,12	0,64	0,05	0,042	0,32
1 por 2	0,03	0,12	0,82	0,00	0,042	1,00
1 por 3	0,04	0,12	0,74	-0,01	0,042	0,83
2 por 3	0,01	0,12	0,97	-0,06	0,042	0,25
1*2*3	0,078	0,12	0,59	0,00	0,042	1,00

Fator	Porosidade (%)			Solubilidade (%)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	-3,63	2,39	0,22	0,05	0,04	0,25
(2) T (°C)	-2,90	2,39	0,31	-0,08	0,04	0,11
(3) m (g)	-0,27	2,39	0,92	-0,05	0,04	0,25
1 por 2	0,64	2,39	0,81	0,03	0,04	0,51
1 por 3	0,65	2,39	0,80	0,04	0,04	0,39
2 por 3	0,19	2,39	0,94	-0,07	0,04	0,17
1*2*3	4,95	2,39	0,13	-0,06	0,04	0,22

Fator	Umidade (%)			Atividade de água (A _w)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto(%)	-0,10	0,24	0,70	0,02	0,02	0,38
(2) T (°C)	-0,40	0,24	0,20	-0,03	0,02	0,30
(3) m (g)	0,036	0,24	0,89	0,01	0,02	0,56
1 por 2	-0,13	0,24	0,63	-0,01	0,02	0,80
1 por 3	0,29	0,24	0,32	0,05	0,02	0,10
2 por 3	-0,04	0,24	0,87	-0,01	0,02	0,69
1*2*3	0,04	0,24	0,87	-0,01	0,02	0,74

Fator	Ácido ascórbico (mg/100g)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	-82,75	25,85	0,05
(2) T (°C)	43,25	25,85	0,19
(3) m (g)	-6,75	25,85	0,81
1 por 2	-10,75	25,85	0,70
1 por 3	-10,75	25,85	0,70
2 por 3	-138,75	25,85	0,01
1*2*3	74,25	25,85	0,06

Fonte - Própria autora, 2019.

Tabela A2 - Efeitos estimados das variáveis não significativas do *spray dryer*.

Fator	pH			Densidade bulk (g.mL ⁻¹)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	0,01	0,04	0,91	0,01	0,01	0,25
(2) Te (°C)	-0,02	0,04	0,58	-0,02	0,01	0,15
(3) Vs (m ³ /min)	0,01	0,04	0,82	-0,01	0,01	0,66
1 por 2	-0,01	0,04	0,73	0,01	0,01	0,25
1 por 3	0,01	0,04	0,82	0,04	0,01	0,03
2 por 3	0,01	0,04	0,82	0,01	0,01	0,25
1*2*3	-0,01	0,04	0,82	0,00	0,01	1,00
Fator	Densidade tapped (g.mL ⁻¹)			Densidade partícula (g.mL ⁻¹)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	0,05	0,03	0,26	0,04	0,09	0,71
(2) Te (°C)	0,00	0,03	0,95	-0,06	0,09	0,58
(3) Vs (m ³ /min)	0,00	0,03	0,95	0,02	0,09	0,82
1 por 2	-0,01	0,03	0,74	-0,02	0,09	0,82
1 por 3	0,03	0,03	0,48	0,06	0,09	0,58
2 por 3	-0,02	0,03	0,65	-0,08	0,09	0,46
1*2*3	0,02	0,03	0,65	-0,03	0,09	0,75
Fator	Porosidade (%)			Solubilidade (%)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	0,35	7,46	0,96	0,03	0,04	0,55
(2) Te (°C)	2,10	7,46	0,80	-0,02	0,04	0,62
(3) Vs (m ³ /min)	4,01	7,46	0,63	-0,05	0,04	0,31
1 por 2	-0,37	7,46	0,96	0,05	0,04	0,31
1 por 3	2,91	7,46	0,72	-0,02	0,04	0,62
2 por 3	0,00	7,46	0,10	-0,02	0,04	0,68
1*2*3	-5,75	7,46	0,50	0,03	0,04	0,55
Fator	Rendimento (%)			Ácido ascórbico (mg/100g)		
	Efeito	Erro	Grau de significância (p)	Efeito	Erro	Grau de significância (p)
(1) Malto (%)	5,33	5,34	0,39	44,00	51,26	0,45
(2) Te (°C)	6,13	5,34	0,33	-89,00	51,26	0,18
(3) Vs (m ³ /min)	1,64	5,34	0,78	-10,50	51,26	0,85
1 por 2	-4,85	5,34	0,43	69,00	51,26	0,27
1 por 3	3,09	5,34	0,60	-52,50	51,26	0,38
2 por 3	-2,12	5,34	0,72	-69,50	51,26	0,27
1*2*3	-0,65	5,34	0,91	-27,50	51,26	0,63

Fonte - Própria autora, 2019.