UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

PALOMA BENEDITA DA SILVA

SECAGEM DA FOLHA DA AMOREIRA NEGRA (*Morus nigra* L.) PELO MÉTODO DE CAMADA DE ESPUMA (*foam mat drying*)

JOÃO PESSOA – PB
2021

PALOMA BENEDITA DA SILVA

SECAGEM DA FOLHA DA AMOREIRA NEGRA (*Morus nigra* L.) PELO MÉTODO DE CAMADA DE ESPUMA (*foam mat drying*)

JOÃO PESSOA – PB

2021

PALOMA BENEDITA DA SILVA

SECAGEM DA FOLHA DA AMOREIRA NEGRA (*Morus nigra* L.) PELO MÉTODO DE CAMADA DE ESPUMA (*foam mat drying*)

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento aos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientadora: Profa. Dra. Josilene de Assis Cavalcante
Coorientador: Prof. Dr. Nagel Alves Costa

JOÃO PESSOA – PB
2021

Catalogação na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

S586s Silva, Paloma Benedita da.
Secagem da folha da amoreira negra (Morus nigra L.) pelo método de camada de espuma (foam mat drying) / Paloma Benedita da Silva. - João Pessoa, 2021.
84 f. : il.

Orientação: Josilene de Assis Cavalcante.
Coorientação: Nagel Alves Costa.
Dissertação (Mestrado) - UFPB/PPGEQ/CT.

1. Engenharia química. 2. Estabilidade da espuma. 3. Portogel®. 4. Clorofila. 5. Vitamina C. I. Cavalcante, Josilene de Assis. II. Costa, Nagel Alves. III. Título.

UFPB/BC CDU 66.01(043)

PALOMA BENEDITA DA SILVA

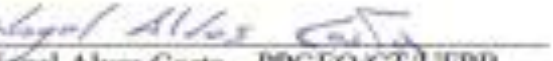
SECAGEM DA FOLHA DA AMOREIRA NEGRA (*Morus nigra* L.) PELO MÉTODO DE CAMADA DE ESPUMA (*foam mat drying*)

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento aos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

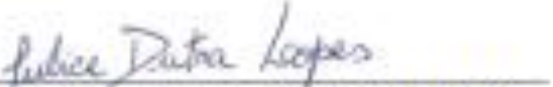
Aprovada em 25 de fevereiro de 2021.

Banca Examinadora

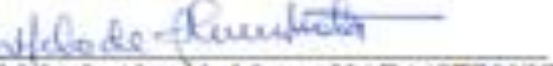
Profa. Dra. Josilene de Assis Cavalcante – PPGEQ/CT/UFPB
(Orientadora)



Prof. Dr. Nágel Alves Costa – PPGEQ/CT/UFPB
(Coorientador)



Profa. Dra. Julice Dutra Lopes – PPGEQ/CT/UFPB
(Examinador Interno)



Profa. Dra. Mércia Mélo de Almeida Mota – UAEA/CTRN/UFCG
(Examinador Externo)

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus que iluminou o meu caminho durante esta caminhada.

À minha mãe Ana e ao meu namorado Jandson, que com muito carinho e apoio, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa de minha vida.

À professora Josilene e ao professor Nagel pela oportunidade, suporte, confiança em mim depositada e carinho que sempre me foi dado. Por ser um exemplo para mim e me ensinar sempre o valor da honestidade e da gratidão, e a sempre buscar e fazer o meu melhor.

A todos os professores do PPGEQ por todo ensinamento e contribuírem com minha formação.

À minha amiga Francikelly por sempre me apoiar desde a graduação e mesmo não nos vendo com frequência sempre me escuta e me aconselha e está presente sempre que preciso, eu te amo miga.

À Jessica e à Karina por serem minhas amigas e sempre me ajudarem em tudo, agradeço a Deus sempre por colocar vocês em minha vida, que sorte a minha.

À Clediana que se tornou uma amiga valiosa e que sempre quero ter na minha vida.

Aos amigos do laboratório e do mestrado Williane, Pollyanna, Tati, Maria Helena, Daniel, Amanara, Quissi, Claudiana, Wanessa, Anna Caroline, Felipe, Amanda, Eloi e Paulo Romero obrigada por toda ajuda e por fazerem os dias serem mais leves.

Aos amigos Angeolino, João e Thalita por sempre me apoiarem desde a graduação e estarão presentes na minha vida.

Aos técnicos Debora, Rafael e Alexandro por toda ajuda nos laboratórios.

A Fabrício, secretário do PPGEQ, por toda ajuda e dedicação em todo esse tempo de mestrado.

E a todos que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação, o meu muito obrigado.

A felicidade pode ser encontrada mesmo nas horas mais difíceis, se você lembrar de acender a luz.

(Alvo Dumbledore)

RESUMO

A *Morus nigra* L., popularmente conhecida como amoreira negra, é uma planta com propriedades medicinais, sendo suas partes, dentre elas as folhas, objetos de estudos para vários tipos de doenças como a diabetes, para cólicas e sintomas de climatério, entre outros. A secagem em camada de espuma é uma forma para que seja possível o armazenamento, transporte e ainda manter suas propriedades preservadas. Por isso, o objetivo deste trabalho foi de obter o pó da folha da amoreira negra através da secagem em camada de espuma utilizando como agente espumante o Portogel®. Foram realizados testes preliminares para a espuma como estabilidade, densidade, capacidade de expansão e over run. Foi utilizada a metodologia do planejamento experimental fatorial de 2^3 + 3 pontos centrais, totalizando 11 experimentos, tendo como variáveis independentes a concentração do espumante (3%, 5% e 7%), tempo de agitação (3 min, 5 min e 7 min) e temperatura de secagem (50 °C, 60 °C e 70 °C) e foram avaliadas suas influências nas variáveis dependentes de tempo final de secagem e umidade final. Com dados obtidos na cinética foi possível obter curvas e taxas de secagem, além dos ajustes matemáticos, onde foi possível observar que os modelos que melhor se ajustaram foram os de Page e Page Modificado. Foram realizadas análises dos pós obtidos com um rendimento teórico de aproximadamente 8%, uma atividade de água que teve um valor abaixo de 0,320, teor de cinzas de 12,90%, solubilidade em água de 57,39%, teor de lipídeos de 12,85%, pH levemente ácido variando na faixa de 6,1 a 6,9, teor de sólidos solúveis totais de 32 °Brix, teor de acidez total titulável na faixa de 0,6 a 1,2 g de ácido cítrico/ 100 teor de proteína de 21,75% e de carboidratos de 60,50%, teor de umidade de 4,90 (b.s), teor de ácido ascórbico na faixa de 0,77 a 1,2 g de ácido ascórbico/100g, clorofila a de 200,43 ± 4,92, clorofila b de 74,77 ± 2,12 e clorofila total de 283,19 ± 9,87. Com os resultados obtidos foi possível ver que a variável temperatura foi a que mais influenciou no tempo final de secagem e através dos parâmetros utilizados o método de secagem em camada de espuma se mostrou um processo viável para este trabalho e o melhor experimento foi o 7 (3%, 7 min, 70 °C), que além de utilizar a menor concentração de espumante também apresentou ótimos resultados como menor tempo de secagem, aw na faixa onde não ocorre a proliferação de microrganismo e resultados satisfatórios nas análise do pó como clorofila a, b e total, solubilidade em água, teor de proteínas e °Brix.

Palavras-chave: Estabilidade da espuma; Portogel®; clorofila; vitamina C

ABSTRACT

Morus nigra L., popularly known as black mulberry, it is a plant with medicinal properties, whose parts, among them their leaves, objects of study for various types of diseases such as diabetes, for colic and climacteric symptoms, and others. However, because the leaf is in natura, its humidity is quite high, which is not desirable for being a favorable environment for the proliferation of microorganisms. Foam drying is a way to make this storage possible and still maintain its preserved properties. Therefore, the objective of this work was to obtain the black mulberry leaf powder by drying in a foam layer using Portogel® as a foaming agent. Preliminary tests were carried out for the foam such as stability, density, expandability, and over run. The factorial design methodology of 2^3 + 3 central points was used, totaling 11 experiments, having as independent variables, the concentration of foamy (3%, 5% and 7%), stirring time (3 min, 5 min and 7 min), and drying temperature (50 ° C, 60 ° C and 70 ° C) and their influence, on variables dependent on final drying time and final humidity was evaluated. With data obtained in the kinetics it was possible to obtain curves and drying rates, in addition to mathematical adjustments, where it was possible to observe that the models that best fit were those of Page and Modified Page. Analyzes of the powders obtained were performed as a theoretical yield of approximately 8%, a water activity that had a value below 0.320, an ash content of 12.90%, a solubility in water of 57.39%, a content of lipids of 12.85%, a slightly acidic pH ranging from 6.1 to 6.9, a total soluble solids content of 38 ° Brix, a titratable total acidity content from 0.6 to 1.2 g citric acid / 100g, a protein content of 21.75% and carbohydrates of 60.50%, a moisture content of 4.90 (bs), an ascorbic acid content in the range of 0.77 to 1.2 g of ascorbic acid / 100g, chlorophyll a of 200,43 ± 4,92, chlorophyll b of 74,77 ± 2,12 and total chlorophyll of 283,19 ± 9,87. With the results obtained it was possible to see that the temperature variable was the one that most influenced the final drying time and through the parameters used the foam layer drying method proved to be a viable process for this work, and the best experiment was the 7 (3%, 7 min, 70 °C), that in addition to using the lowest concentration of foamy, it also presented excellent results, such as shorter drying time, aw in the range, where there is no proliferation of microorganisms, and satisfactory results in the analysis of powder such as , b and total, water solubility, protein content and ° Brix.

Keywords: Foam stability; Portogel®; chlorophyll; vitamin C

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 12
OBJETIVOS GERAL 13
OBJETIVO ESPECÍFICO 13
2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA 14
2.1 PLANTAS MEDICINAIS 14
2.2 Morus nigra L 14
2.3 SECAGEM 17
2.3.1 Secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) 18
2.3.2 Cinética e modelos matemáticos 19
3. METODOLOGIA 23
3.1 DEFINIÇÃO DE PARÂMETROS INICIAIS 23
3.1.1 Preparação do composto vegetal 23
3.1.2 Escolha do agente espumante e sua concentração e tempo de agitação 23
3.2 MATÉRIA-PRIMA 23
3.3 PREPARO DO COMPOSTO VEGETAL DA FOLHA DA AMOREIRA NEGRA 24
3. 4 PRODUÇÃO DA ESPUMA 24
3.5 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E FÍSICO-QUÍMICA DA ESPUMA 24
3.5.1 Estabilidade 24
3.5.2 Densidade 25
3.5.3 Percentual de expansão (%) 25
3.5.4 Capacidade de incorporação de ar (*over run*) 26
3.5.5 Determinação do potencial hidrogeniônico (pH) 26
3.5.6 Determinação da acidez total titulavel (ATT) 26
3.5.7 Determinação do teor de umidade (%) 27
3.6 SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA (*foam-mat drying*) 27
3.6.1 Planejamento Experimental Fatorial 27
3.6.2 Secagem em camada de espuma 28
3.6.3 Secagem por liofilização 29
3.6.4 Análise estatística 29
3.7 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E FÍSICO-QUÍMICA DO PÓ OBTIDO POR CAMADA DE ESPUMA E POR LIOFILIZAÇÃO 29
3.7.1 Rendimento Teórico 29

3.7.2 Determinação da atividade de água (aw) 30
3.7.3 Determinação do teor de cinzas (%) 30
3.7.4 Determinação do índice de solubilidade em água (ISA) 30
3.7.5 Determinação do teor de lipídeos (%) 31
3.7.6 Determinação do potencial hidrogeniônico (pH) 31
3.7.7 Determinação de sólidos solúveis totais - SST (°Brix) 32
3.7.8 Determinação da acidez total titulável (ATT) 32
3.7.9 Determinação de proteínas (%) 32
3.7.10 Determinação de carboidratos (%) 33
3.7.11 Determinação do teor de umidade (%) 33
3.7.12 Determinação de ácido ascórbico 33
3.7.13 Quantificação de clorofilas 33
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO 35
4.1 DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS INICIAIS 35
4.1.1 Composto vegetal da folha da amoreira negra 35
4.1.2 Escolha do agente espumante e parâmetros iniciais 35
4.2 CARACTERIZAÇÃO DA ESPUMA 37
4.2.1 Estabilidade 37
4.2.2 Densidade/ Percentual de expansão/ Capacidade de incorporação de ar (*over run*) 38
4.2.3 Potencial hidrogeniônico (pH)/ acidez total titulável (ATT)/teor de umidade (b.u) 40
4.3 SECAGEM DA FOLHAS DA AMOREIRA NEGRA EM CAMADA DE ESPUMA 41
4.3.1 Análise estatística das variáveis independentes 41
4.3.2 Cinética de secagem 45
4.3.3 Ajuste dos dados experimentais 49
4.4 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ 56
4.4.1 Análise física dos pós 58
4.4.2 Análises físico-químicas dos pós 60
4.4.3 Análises químicas dos pós 67
5 CONCLUSÃO 71
REFERÊNCIAS 73
APÊNDICES 78

1. INTRODUÇÃO

A amoreira negra (*Morus Nigra* L.) é uma planta que pertence à família *Moraceae*, do gênero *Morus*, de origem asiática, usada como fonte de alimento para o bicho de seda e como forragem para animais especialmente para os ovinos. Pode ser cultivada tanto como arbusto ou na forma de árvore (BERGO, 2015).

Essa planta tem um longo histórico de uso na medicina tradicional chinesa, sendo utilizada as partes: casca, frutos e folhas. É indicada para desintoxicar o fígado, diabetes melhorar a visão, aliviar sintomas de tosse e resfriado, curar tonturas, limpar o sangue, melhorar diarreia, tratar dor de estômago e prevenir envelhecimento precoce da pele, já que é rica em antocianina (XAVIER et al, 2019).

Além de ter diferentes grupos de compostos químicos tais como alcaloides, cumarinas, flavonoides, triterpenos e esteroides (TOSHIO, KIYOSHI, SUMIO, 2005), a amoreira é utilizada na reposição de hormônios, ajudando assim nos sintomas da menopausa (PADILHA, 2009).

Devido às suas propriedades tem ocorrido o aumento do seu uso, porém como a folha *in natura* tem um alto teor de umidade, o que facilita a proliferação de microrganismos, é necessário diminuir esse teor para viabilizar seu transporte e armazenamento. Uma dessas maneiras é transformar a folha da amoreira negra em pó obtido através da secagem.

A secagem é uma operação de simultânea troca de calor e massa com mudança de fase, em que o ar aquecido transfere energia na forma de calor ao alimento suficiente até atingir o equilíbrio. Os fatores que governam esse mecanismo de transferência determinam a taxa de secagem são a velocidade e umidade do ar, temperatura de secagemer (FOUST, 1982; BOEIRA, STRINGARI e LAURINDO, 2007).

Dentre os tipos de secagem, tem-se a secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*), que é uma técnica na qual os alimentos líquidos podem ser transformados em pó utilizando agentes emulsificantes, com vantagens de ser mais simples, secagem mais rápida, custo operacional menor, possibilitando o uso de temperaturas mais baixas durante a secagem, preservando melhor o sabor e o valor nutricional (MARQUES., 2009).

OBJETIVO GERAL

Obtenção do pó da folha da amoreira negra (*Morus nigra* L.) pelo método de secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*).

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Definir parâmetros operacionais para produção da espuma e secagem da mesma;
- Realizar a caracterização física da espuma obtida das folhas;
- Estudar a cinética de secagem da folha da amoreira negra, em camada de espuma, baseado no planejamento experimental fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais (11 experimentos) e avaliar a influência das variáveis de entrada (concentração de emulsificante; temperatura de secagem; tempo de agitação) sobre a resposta (tempo de secagem; umidade final em base seca);
- Realizar o ajuste das curvas de secagem obtidas a partir de modelos matemáticos;
- Realizar caracterizações físicas e físico-químicas dos pós obtidos por secagem em camada de espuma e comparar com o pó da folha da amoreira obtido por secagem por liofilização.

2. REVISÃO BIBLIOGRAFICA

2.1 PLANTAS MEDICINAIS

A Organização Mundial da Saúde (OMS) define como planta medicinal todo e qualquer vegetal que possui, em um ou mais órgãos, substâncias que podem ser utilizadas com fins terapêuticos ou que sejam precursores de fármacos semi-sintéticos (VEIGA JUNIOR, PINTO e MACIEL, 2005).

Desde os primórdios a sociedade humana faz o uso de plantas medicinais para o tratamento de doenças. No Brasil esse uso de plantas deve-se aos índios, com contribuições dos negros e europeus (REZENDE e COCCO, 2002).

A fitoterapia, como é chamado o uso e aplicações dessas plantas medicinais, consiste no uso interno ou externo desses vegetais *in natura* ou em forma de medicamentos, usando diferentes partes como folhas, raízes, cascas flores ou frutos dessas plantas para o preparo de infusões, xaropes entre outros (TEIXEIRA et al., 2012).

De acordo com Barata e Queiroz (1995), o Brasil tem uma elevada biodiversidade, possuindo um grande número de espécies de plantas, porém, apesar desta vasta flora brasileira, nos últimos 20 anos, o número de informações sobre plantas medicinais tem crescido apenas 8% anualmente (FONSECA, 2012).

A Agencia Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) dispõe de uma resolução exclusiva, a RDC n °26 de 13 de maio de 2014, para a sua fabricação e uso. No artigo primeiro diz que “são considerados medicamentos fitoterápicos os obtidos com emprego exclusivo de matérias-primas ativas vegetais cuja segurança e eficácia sejam baseadas em evidências clínicas e que sejam caracterizados pela constância de sua qualidade” (BRASIL, 2014)

Porém, o uso indevido de plantas é um caso bastante preocupante, pois existe a ocorrência de espécies com contraindicações de uso e com grande teor de toxicidade. Segundo o estudo de Rodrigues et al. (2011), sobre o efeito embriotóxico, teratogênico e abortivo de plantas medicinais, existem várias espécies que são abortivas ou não recomendadas no período gestacional.

2.2 Morus nigra L.

A *Morus nigra* L. é uma espécie pertencente ao gênero *Morus*, que possui cerca de 24 espécies e uma subespécie, com pelo menos 100 variedades conhecidas. (ERCISLI e ORHAN, 2007). Tem origem na Ásia, onde é utilizada principalmente como alimento do bicho-da-seda, e é amplamente distribuído na Ásia, Europa, América do Norte e América do Sul. As amoreiras podem ser encontradas desde os trópicos até o sub-ártico, levando o nome de cosmopolita por ter a capacidade de ser cultivada em regiões de climas temperados. Chegou ao Brasil com a migração japonesa para o país, sendo conhecida popularmente como amoreira, amoreira preta, amoreira negra ou amora miúra (BRASIL, 2015).

A amoreira negra é uma árvore que tem alcance médio, podendo chegar de 4 a 12 metros de altura, com tronco revestido por cascas finas (Figura 2.1), suas folhas são simples, de cor verde escura, cartáceas, de margens cerrilhadas ou dentadas (Figura 2.2) e seu fruto, a amora (Figura 2.3), é pequeno, carnoso e apresenta coloração preta quando maduro, que apresenta sabor agridoce e refrescante (BRASIL, 2015).

Figura 2.1 – Árvore da amoreira negra

Fonte: BONSAI (2019).

Figura 2.2 - Folha da amoreira negra

Figura 2.3 – Fruto da amoreira negra (amora)

Fonte: BONSAI (2019).

Ainda de acordo com Bergo (2015), cerca 150 espécies de amoreira foram catalogadas baseadas na classificação de Linnael (1753), porém o avanço das técnicas de biologia molecular permitiu identificar por estudos filogenéticos que muitas "espécies" eram na verdade variações fenotípicas de um mesmo genótipo. Em uma espécie de amoreira, às vezes em um único exemplar, é possível encontrar as folhas com diferentes formatos.

As folhas são muito utilizadas para infusões (chás) que ajudam no combate ao diabetes, às pedras nos rins, dor de dente e insônia. Descobriu-se ser muito útil na reposição hormonal. É também laxativa, sedativa, expectorante, refrescante, emoliente, calmante, diurética, anti-inflamatória, anti-septica e tônica. Popularmente é indicada para problemas da pressão sanguínea, tosse, inapetência, prisão de ventre, inflamação da boca, febre, dermatoses, eczemas, erupções cutâneas. (NOMURA, 1988; TAKASUGI et al., 1978).

Sua folha tem como composição química: ácido ascórbico; ácidos graxos; ácido málico; cítricos aminoácidos (adenina, asparagina); caroteno; taninos, carbonato de cálcio; proteína; flavonoides; açúcares (frutose e glicose); matérias albuminoides e pectinícas, pectose. Os frutos contêm também vitaminas A, B1, B2, C, goma e matérias corantes com 85% de água e salicilato de metila em pequena quantidade (GRANDI, 2014).

Por ter várias propriedades medicinais e uma composição rica a *Morus nigra* L., é bastante utilizada na medicina popular, devido aos seus benefícios, sendo muitos usos já comprovados por meio de estudos pré-clínicos, e outros ainda com necessidade de estudos mais aprofundados (BRASIL, 2015).

Padilha (2009) fez o estudo farmacognóstico, fitoquímico e farmacológico das folhas de *Morus nigra* L e concluiu que o extrato das folhas apresentou efeito antiinflamatório nos modelos de indução do tecido granulomatoso e edema de pata induzido por carragenina quando comparado às drogas padrões dexametasona e indometacina respectivamente. A partir do extrato diclorometânico das folhas de amoreira negra foi possível o isolamento de um triterpeno conhecido como germanicol.

Miranda et al. (2010) estudaram o uso etnomedicinal do chá de da amoreira negra no tratamento dos sintomas do climatério de mulheres de Muriaé, Minas Gerais, Brasil e com os resultados obtidos confirmaram que a utilização das folhas para esse tratamento foi apreciável com consenso para futuros estudos como fonte de atividade estrogênica.

Oliveira et al. (2013) fizeram um estudo sobre a avaliação toxicológica pré-clínica do chá das folhas da amoreira negra e observaram que esse chá pode ser considerado de baixa toxicidade pois os animais que o ingeriram durante os 30 dias não apresentaram nenhum efeito colateral e nem mortes.

Cincotto (2016) fez um estudo com extratos das folhas para sua aplicação em produto cosmetodermatológico e concluiu que o extrato das folhas pode ser utilizado como ativo de produtos cosméticos que previnem o envelhecimento cutâneo, devido às suas propriedades antioxidante, emoliente e cicatrizante.

2.3 SECAGEM

A população na maioria das vezes faz o uso das plantas medicinais na sua forma *in natura* acreditando que assim vai ter a garantia de que todos os compostos estarão presentes. No entanto, a planta *in natura* possui um alto teor de umidade o que facilita as reações enzimáticas e a proliferação de microrganismos, além de não ser muito viável o transporte e o armazenamento (RODRIGUES et al., 2011). Um dos processos utilizado para diminuir esse teor de umidade é a secagem.

Secagem é uma operação de transferência de massa envolvendo a remoção de umidade (água) ou outro solvente de um sistema sólido ou semissólido, onde essa remoção ocorre em uma temperatura inferior à de ebulição do líquido na pressão do sistema (PACHECO, 2010). Ou seja, é um processo de conservação que permite a obtenção de produtos pela redução do conteúdo de umidade, possibilitando assim a vida útil do produto o que faz com que a produção dos pós seja uma alternativa viável para a conservação desses vegetais. (TELES et al., 2016; SILVA et al., 2015).

Esse processo apresenta diversas vantagens como: facilidade na conservação do produto; proteção contra degradação enzimática e oxidativa; redução da massa do produto; economia de energia por não necessitar de refrigeração e disponibilidade do produto durante qualquer época do ano (FEMENIA et al., 2009, CELESTINO, 2010).

Existem dois tipos de secagem: 1. secagem natural, processo no qual se coloca o material no sol fazendo com que a perda de umidade seja por aquecimento; é um processo lento e necessita de grandes áreas de exposição, sendo considerado o método mais comum e mais econômico e 2. secagem artificial que necessita de algum equipamento para que aconteça a desidratação, entre esses tipos de secagem podem ser citados a liofilização, a secagem em leito jorro, secador de bandejas, *spray dryer* e a secagem em camada de espuma (CELESTINO, 2010)

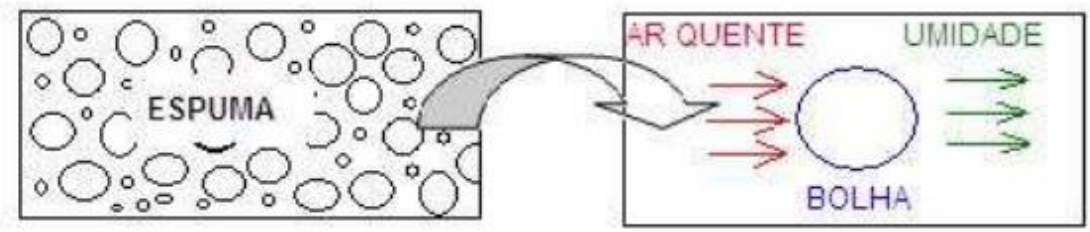
2.3.1 Secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*)

A secagem em camada de espuma é uma das técnicas empregadas para a obtenção de produtos alimentícios em pó; consiste numa técnica na qual alimentos líquidos ou semilíquidos são transformados em espumas estáveis através de vigorosa agitação e incorporação de agentes espumantes para serem desidratados (SILVA et al. 2008).

Dantas (2010) mostrou o esquema da secagem em camada de espuma (Figura 2.4): a espuma formada e exposta a uma corrente de ar quente seca rapidamente devido

ao movimento da umidade pelas forças dos capilares, através da película liquida que separa as bolhas de espumas.

Figura 2.4 – Esquema da secagem em camada de espuma,



Fonte: DANTAS (2010)

É um processo que pode ser utilizado em temperaturas baixas o que é essencial, pois, geralmente os alimentos são mais sensíveis a temperatura. Além do processo manter e concentrar os nutrientes e compostos presentes no material a ser desidratado (KARIM e WAI, 1999).

O processo acontece primeiramente quando o material liquido é transformado em espuma com a adição de algum agente espumante. Depois essa espuma passa pela desidratação até a umidade de equilíbrio e posteriormente há a desintegração da massa para que haja a formação do pó (SILVA et al., 2005).

A estabilidade da espuma é o que mais influência no processo, pois, a espuma precisa ser estável para que a remoção de água seja eficiente e que a qualidade do produto final seja boa (NEGREIROS, 2019; CRUZ, 2013)

A desvantagem dessa técnica em relação às outras é o custo do investimento, uma vez que, para se conseguir elevadas taxas de produção, uma grande área de superfície de secagem é requerida (FRANCIS, 2000). Além da questão da adição de aditivos que podem modificar as características de sabor, aroma e cor do alimento, já que muitos materiais não conseguem produzir a espuma necessária apenas com a agitação rigorosa e, nestes casos, se faz necessário a adição de agentes espumantes e/ou emulsificantes (MARQUES, 2009).

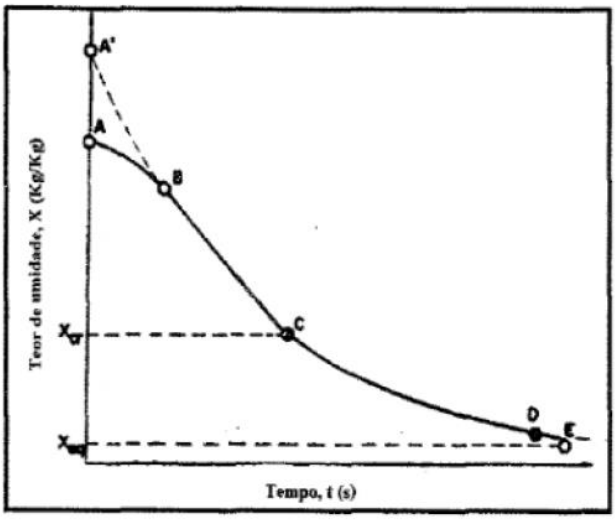
2.3.2 Cinética e modelos matemáticos

Dois métodos podem ser utilizados para a obtenção das curvas de secagem. O primeiro é o monitoramento da perda de umidade do material mediante pesagem direta da amostra. E o segundo é através do monitoramento da umidade do gás de secagem, na entrada e saída do secador, utilizando instrumentos como psicrômetros e higrômetros de infravermelho (KEEY, 1992)

O estudo da cinética de secagem tem como objetivo o conhecimento do comportamento do material durante o processo e o tempo de secagem. A cinética de secagem é controlada pelas características do material que será seco, pela temperatura, velocidade e a umidade do ar de secagem (CELESTINO, 2010; NEGREIROS, 2016). Também se pode analisar o comportamento da cinética através de curvas e taxas de secagem que são definidas através de modelos matemáticos semiempíricos, que são de acordo com a lei de Fick, ou os modelos empíricos que correlacionam o teor de umidade com o tempo de secagem. (ZANOELO, CELSO e KASKANTZIS, 2007).

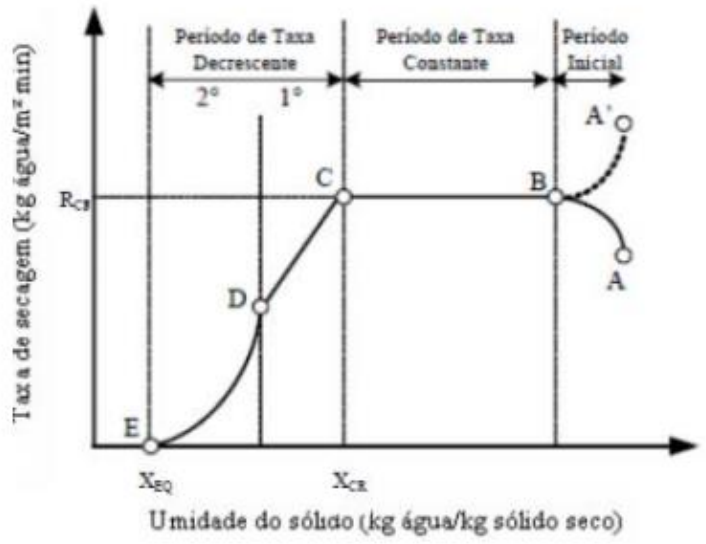
As etapas características do processo de secagem podem ser observadas e explicadas nas Figuras 2.5 e 2.6.

Figura 1.5 - Curva experimental de cinética de secagem



Fonte: STRUMILLO e KUDRA (1986)

Figura 2.6 - Curva experimental de taxa de secagem



Fonte: PERAZZINI (2011)

De acordo com a literatura (STRUMILLO e KUDRA, 1986; FELLOWS, 2006):

- O período inicial da secagem, faixa AB, quando o material é aquecido e passa da temperatura inicial para a temperatura de bulbo úmido, onde dependendo da temperatura a taxa de secagem pode aumentar ou diminuir.
- Já na faixa BC, a taxa de secagem corresponde a inclinação da reta e permanece constante, é chamado de período de taxa constante (período regido pela convecção). O decréscimo do teor de umidade é de forma linear com o tempo, até que atinja o ponto C, chamado ponto crítico.
- Após o ponto crítico, inicia-se o segundo período de secagem, faixa CD, este período descreve o início da taxa de secagem decrescente. A partir do ponto D, ocorre o aparecimento de uma curva que se aproxima ao teor de umidade de equilíbrio do material (Xeq).

Os modelos matemáticos podem fornecer informações importantes, por isso é de grande relevância sua aplicação na prática. Eles também são utilizados para o desenho de novos sistemas e para o controle e melhoria dos já existentes (WAUGHON e PENA, 2008).

Existem os modelos puramente empíricos, que se baseiam na segunda Lei de Fick, onde correlaciona a umidade com o tempo de secagem e os modelos

semiempiricos, que com relação do resfriamento e transferência de massa, Lei de Newton (DANTAS, 2010; MENEZES et al., 2013)

Para a descrição de forma unificada da secagem de alimentos os modelos mais utilizados (Quadro 2.1) são da secagem em camada delgada (FRANCO, 2015).

Quadro 2.1 – Modelos matemáticos utilizados na cinética de secagem

Nome do Modelo	Modelo
Page	$RU = \exp(-kt^n)$
Page Modificado*	$RU = a \exp(-kt^n)$
Newton	$RU = \exp(-kt)$
Henderson e Pabis	$RU = a \exp(-kt)$
Dois termos	$RU = a \exp(-kt) + b \exp(-nt)$
Midilli, Kucuk e Yapar	$RU = a \exp(-kt^n) + bt$
Aproximação por difusão	$RU = a\exp(-kt)+(1-a)\exp(-kbt)$
Wang e Singh	$RU = 1 + (at) + (bt^2)$
Logarítmico	$RU = a \exp(-kt) + c$

t – tempo de secagem (min); k – coeficiente de secagem; a, n e b – parâmetros dos modelos; RU – razão de umidade; *Modificado por Mangueira (2018)

Fonte: Adaptado de Negreiros (2019); Franco (2015).

3. METODOLOGIA

3.1 DEFINIÇÃO DE PARÂMETROS INICIAIS

3.1.1 Preparação do composto vegetal

Para a preparação do composto vegetal foi necessário determinar a proporção de folhas de amoreira utilizadas e a quantidade de água destilada para que o composto fosse o mais homogêneo possível. Foram utilizadas as seguintes proporções:

Proporções - 1:1 – 100 gramas de folha de amoreira negra e 100 mL de água destilada;

1:2 – 100 gramas de folha de amoreira negra e 200 mL de água destilada;

1:3 – 100 gramas de folhas de amoreira negra e 300 mL de água destilada;

3.1.1 Escolha do agente espumante e sua concentração e tempo de agitação

Como a folha da amoreira negra não tem propriedades espumantes foi necessário a utilização de um agente espumante para que houvesse a formação da espuma. Foram utilizados para o teste o Emustab®, Portogel® e a entrecasca do juá (patente sob o registro BR 10 2017 023344 8).

Para definir a concentração e o tempo de agitação, primeiramente foi utilizado 5% de concentração e 5 min de agitação e dependendo do resultado era visto a necessidade de aumentar ou diminuir esses valores.

3.2 MATÉRIA-PRIMA

As folhas da amoreira negra foram coletadas no Centro de Educação da Universidade Federal da Paraíba - CE/UFPB (7°08’23.3”S 34°51’00.7”W). Após a

colheita, as folhas foram levadas para o Laboratório de Termodinâmica do Departamento de Engenharia Química do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba (DEQ/CT/UFPB) onde as folhas foram selecionadas, limpas e sanitizadas de acordo com a Resolução 216/2004 da ANVISA (BRASIL, 2004).

3.3 PREPARO DO COMPOSTO VEGETAL DA FOLHA DA AMOREIRA NEGRA

Após sanitização das folhas, foi preparado um composto vegetal da folha da amoreira negra, onde foi utilizada a proporção massa da folha/água destilada definida em testes preliminares. Para homogeneizar essa mistura foi utilizado um liquidificador industrial de alta rotação por um determinado tempo, até obtenção de um composto homogêneo.

3. 4 PRODUÇÃO DA ESPUMA

A espuma foi obtida através da agitação desse composto vegetal da folha da amoreira negra em uma batedeira planetária da marca Arno para a produção da espuma. O composto vegetal por não possuir características que fazem com que ele seja capaz de produzir espuma, foi necessário a adição de um agente espumante, onde esse agente espumante juntamente com sua concentração e o tempo de agitação também foram definidos em testes preliminares.

3.5 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E FÍSICO-QUÍMICA DA ESPUMA

Para a caracterização das espumas (densidade, capacidade de expansão, capacidade de incorporação de ar, pH, acidez titulavel e umidade) foi utilizado um planejamento fatorial experimental $2^{2,}$ para fazer a análise estatística, pois a temperatura não influencia nessas análises, exceto para a análise da estabilidade.

3.5.1 Estabilidade

A estabilidade da espuma foi analisada de acordo com a metodologia adaptada por Karim e Wai (1999). Este método se baseia em deixar a espuma (cerca de 15 g de

espuma) repousando em um filtro de nylon sobre um funil em uma proveta graduada, utilizando as mesmas condições experimentais definidas no planejamento experimental.

3.5.2 Densidade

A densidade da espuma e do composto vegetal da folha da amoreira negra foi determinada a partir da relação entre a medição da massa de espuma e do composto vegetal e o volume ocupado pelos mesmo em uma proveta para as diferentes concentrações do agente espumante nos diferentes tempos de agitação nas temperaturas de secagem, onde foi anotado o volume drenado dentro de determinados intervalos de tempo. Para o cálculo da densidade foi utilizada a Equação 3.1. Procedimento realizado em triplicata.

$$\rho_{amostra} = \frac{m_{amostra}}{V_{proveta}} \tag{3.1}$$

Em que:

ρ_{amosta}= densidade da amostra (g/cm^3);

$m_{amostra}$ = massa da amostra (g);

$V_{proveta}$= volume da proveta (cm^3).

3.5.3 Percentual de expansão (%)

O percentual de expansão de cada espuma foi calculado a partir dos valores previamente calculados de densidade do composto vegetal e de suas respectivas espumas, conforme a Equação 3.2. Procedimento realizado em triplicata.

$$\text{Expansão}(\%) = \frac{\frac{1}{\rho_{espuma}} - \frac{1}{\rho_{suco}}}{1/\rho_{composto}} \tag{3.2}$$

Em que:

% $expansão$= percentual de expansão da espuma (%);

ρ_{espuma}= densidade da espuma (g/cm^3);

ρ_{suco}= densidade do composto vegetal da folha da amoreira negra (g/cm^3).

3.5.4 Capacidade de incorporação de ar (*over run*)

A capacidade de incorporação de ar (*over run*) está diretamente relacionada com o volume de ar introduzido em uma solução (CRUZ, 2013). Para a determinação da capacidade de incorporação de ar, 100 mL do composto vegetal da folha da amoreira negra foram adicionados em um béquer e em seguida foi anotado o volume obtido após a agitação com diferentes concentrações de emulsificante e diferentes tempos de agitação, segundo o planejamento experimental fatorial completo. Para o cálculo da porcentagem foi utilizada a Equação 3.3. Procedimento realizado em triplicata

$$\text{over run } (\%) = \frac{V_{espuma} - V_{suco}}{V_{suco}} \text{ x } 100 \quad (3.3)$$

Em que:

V_{espuma}= Volume da espuma após agitação (cm^3)

V_{suco}= Volume do suco e espumante antes da agitação (cm^3)

3.5.5 Determinação do potencial hidrogeniônico (pH)

Para determinação do pH das amostras das espumas foi utilizado o pHmetro micro processado de bancada digital Dellab, calibrado com soluções padrão com pH 4,0 e 7,0.

3.5.6 Determinação da acidez total titulavel (ATT)

A determinação da ATT foi baseada na metodologia do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008), onde foram pesados 1 g da espuma do composto vegetal nas condições do planejamento fatorial em um erlenmeyer de 125 mL, em seguida foi adicionado 50 mL de água destilada e 4 gotas de fenolftaleína, como indicador para ponto de viragem, foi titulado com solução padrão de hidróxido de sódio 0,01 M, até que houvesse a mudança da coloração da amostra para rosa. Analise feita em triplicata. O cálculo da acidez foi expresso em gramas de ácido cítrico pela Equação 3.4:

$$ATT = \frac{V * f * M * PM}{10 * P * n} \quad (3.4)$$

Em que,

V = volume da solução de hidróxido de sódio gasto na titulação (mL)
M = molaridade da solução de hidróxido de sódio;
P = massa da amostra (g);
PM = peso molecular do ácido cítrico
f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio;
n = número de hidrogênios ionizáveis;

3.5.7 Determinação do teor de umidade (%)

O cálculo do teor de umidade foi obtido utilizando o método gravimétrico (IAL, 2008), onde a metodologia consiste em colocar 1 g do material disposto em um cadinho, previamente tarado e pesado, e em seguida o mesmo, é colocado em uma estufa de esterilização a 105 °C por 24 h, todo o procedimento sendo realizado em triplicata.

3.6 SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA (*foam-mat drying*)

3.6.1 Planejamento Experimental Fatorial

Para o estudo da cinética de secagem em camada de espuma da folha da amoreira negra foram realizados experimentos para verificar a influência da concentração do emulsificante, do tempo de agitação para a produção da espuma e da temperatura de secagem. Os experimentos foram realizados a partir de um planejamento experimental fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais, em um total de 11 experimentos, onde os valores não codificados foram definidos a partir de testes preliminares. Nas Tabelas 3.1 e 3.2 são mostrados, respectivamente, os valores codificados e reais das variáveis independentes e a matriz do planejamento experimental.

Tabela 3.1 – Valores codificados e reais das variáveis independentes:

Variáveis	Níveis		
	-1	0	+1
Concentração do Emulsificante (%)	3,0	5,0	7,0
Tempo de agitação (min)	3,0	5,0	7,0
Temperatura de secagem (°C)	50	60	70

Tabela 3.2 – Matriz do planejamento experimental fatorial completo 2^3 com três pontos centrais:

Número do experimento	Variáveis independentes		
	C(%)	Tag (min)	T (ºC)
1	-1 (3,0)	-1 (3,0)	-1 (50)
2	+1 (7,0)	-1 (3,0)	-1 (50)
3	-1 (3,0)	+1 (7,0)	-1 (50)
4	+1 (7,0)	+1 (7,0)	-1 (50)
5	-1 (3,0)	-1 (3,0)	+1 (70)
6	+1 (7,0)	-1(3,0)	+1 (70)
7	-1 (3,0)	+1 (7,0	+1 (70)
8	+1 (7,0)	+1 (7,0)	+1 (70)
9	0 (5,0)	0 (5,0)	0 (60)
10	0 (5,0)	0 (5,0)	0 (60)
11	0 (5,0)	0 (5,0)	0 (60)

C = concentração do espumante; t_{ag} = tempo de agitação; T = temperatura de secagem

3.6.2 Secagem em camada de espuma

As espumas produzidas, nas condições da matriz do planejamento experimental fatorial completo (Tabela 3.2), foram dispostas em bandeja de alumínio em formato retangular com dimensões de 36 cm de comprimento e 25 cm de largura, previamente tarada, com espessura da camada de espuma fixada em 0,5 cm.

A bandeja com a espuma foi pesada em balança semi-analitica, (Shimadzu modelo BL3200H) e colocada na estufa com circulação e renovação de ar (marca Lumadema), nas temperaturas definidas no planejamento. Foram feitas pesagens da

bandeja com a espuma em tempos regulares para acompanhamento da redução da massa de espuma até massa constante.

3.6.3 Secagem por liofilização

Pelo fato do pó obtido por liofilização ter suas propriedades químicas e sensoriais praticamente inalteradas, foram utilizados como método comparativo (branco).

A secagem por liofilização foi feita no Laboratório de Ambientes Recifais e Biotecnologia com Microalgas – LARBIM/LEA/UFPB e para essa secagem, o suco de folha da amoreira negra congelado foi colocado no liofilizador Terroni® LD1500 a -40°C para remoção da umidade por sublimação.

3.6.4 Análise estatística

Foi utilizado o programa STATISTICA 6.0 para os cálculos das interações das variáveis independentes sobre as variáveis e determinação dos efeitos significativos.

Também foram utilizados modelos matemáticos para se obter o ajuste das curvas de secagens.

3.7 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E FÍSICO-QUÍMICA DO PÓ OBTIDO POR CAMADA DE ESPUMA E POR LIOFILIZAÇÃO

3.7.1 Rendimento Teórico

O rendimento teórico foi calculado através da razão entra a massa de pó obtida no final da secagem pela a massa da espuma no início da secagem, como pode ser visto na Equação 3.5. Foi utilizada balança analítica na pesagem das amostras.

$$\text{Rendimento}\ (\%) = \frac{m_{pó}}{m_{espuma}} \text{ x } 100 \qquad (3.5)$$

Onde:

$m_{pó}$ = massa do pó (g);

m_{espuma} = massa da espuma (g);

3.7.2 Determinação da atividade de água (aw)

A atividade de água foi determinada através da leitura direta do material no medidor NOVASINA LABMATER na temperatura de 30 °C para todos os experimentos após o final da secagem do material. O procedimento foi realizado em triplicata.

3.7.3 Determinação do teor de cinzas (%)

O teor de cinzas representa a substância inorgânica presente na amostra e é determinado pela incineração da matéria orgânica contida no material. Primeiramente foi pesado, aproximadamente, 1 g do pó em cadinhos de porcelanas, previamente tarados e pesados. O material foi levado à mufla e mantido em uma faixa de temperatura de 550 ºC, por 4 horas (IAL, 2008). O teor de cinzas foi calculado utilizando a Equação 3.6, sendo as análises realizadas em triplicata.

$$\text{cinzas (\%)} = \frac{(m_f - m_t) * 100\%}{m_i} \quad (3.6)$$

Onde:

m_f= massa do cadinho + cinzas obtido ao fim do procedimento (g);

m_t= massa da tara do cadinho vazio (g);

m_i= massa inicial da amostra adicionada no cadinho (g).

3.7.4 Determinação do índice de solubilidade em água (ISA)

A determinação do ISA foi baseada na metodologia adaptada por Cano-Chauca et al. (2005), onde em tubos Falcon foram adicionados 0,5 gramas do pó e 50 mL de água destilada, essa solução foi agitada em vortex e centrifugada por 5 minutos a 4500 rpm. Foram então retiradas 12,5 mL do sobrenadante e colocadas em placas de Petri, previamente taradas e pesadas, levadas a estufa numa temperatura de 105 °C até que fosse evaporado todo o liquido. O ISA foi calculado através da Equação 3.7. O procedimento foi realizado em triplicata.

$$\text{ISA (\%)} = \frac{(\mathrm{m_{residual}} - \mathrm{m_{tara}}) \times (\mathrm{V_{solução}})}{\mathrm{V_{aliquota}} \times \mathrm{m_{amostra}}} \quad (3.7)$$

Em que:

$m_{residual}$ = massa residual obtida após a evaporação (g);

m_{tara} = massa da placa de Petri vazia (g);

$V_{solução}$ = volume total da solução (mL);

$V_{aliquota}$ = volume da alíquota submetido a secagem (mL);

$m_{amostra}$= massa inicial da amostra (g).

3.7.5 Determinação do teor de lipídeos (%)

Essa metodologia foi realizada seguindo o método de Folch (IAL, 2008), onde 1g da amostra foi submetido à extração lipídica com 25 mL de uma mistura clorofórmio-metanol (2:1), 100 mL de clorofórmio e 200 mL de metanol, em seguida, a solução foi filtrada em proveta e foram adicionados 20% (do volume final filtrado) de sulfato de sódio (solução a 1,5%), ocorrendo à separação de duas fases. A fase superior foi descartada e 5 mL da fase inferior foram transferidos (em um béquer) para estufa à 90 ^{o}C para a evaporação do solvente. Por fim, o béquer com o resíduo lipídico foi pesado e a porcentagem de lipídios foi calculada com a Equação 3.8.

$$Lipideos\ (\%) = \frac{V_{inf} * (M_{final} - M_{tara}) * 100}{5 * M_{amostra}} \quad (3.8)$$

Onde:

V_{inf} = volume da fase inferior formada (mL);

M_{final} =massa final obtida (béquer+resíduo lipídico) (g);

M_{tara} = massa da tara do béquer (g);

$M_{amostra}$ = massa da amostra pesada inicialmente (g).

3.7.6 Determinação do potencial hidrogeniônico (pH)

A determinação foi realizada diluindo 1 grama da amostra em 10 mL de água destilada e depois feita a leitura em um pHmetro previamente calibrado com soluções padrão de 4,0 e 7,0.

3.7.7 Determinação de sólidos solúveis totais - SST (°Brix)

Para a determinação do SST, 1 g do pó foi dissolvido em 10 mL de água destilada em um tubo Falcon e essa solução foi agitada para a homogeneização, deixada em repouso por 30 minutos, em seguida foi centrifugada por 5 min para a retirada de algumas gotas para a leituras no refratômetro (IAL, 2008). O procedimento foi realizado em triplicata.

3.7.8 Determinação da acidez total titulável (ATT)

A determinação foi realizada como já descrita no item 3.4.6

3.7.9 Determinação de proteínas (%)

A determinação de proteínas é baseada na metodologia de Kjeldahl (1883) (IAL, 2008). Pesou-se 0,5 g da amostra do pó em um papel livre de nitrogênio, e a mesma foi transferida para um tubo de digestão e foi adicionada 0,5 g de mistura catalítica, levado para a capela para a adição de 10 mL de ácido sulfúrico concentrado e depois colocado no digestor onde a temperatura foi aumentada aos poucos até que a solução ficou azulada e esperou que a solução diminuísse a temperatura. Esse tubo com a solução digerida foi levado para um destilador, onde foi destilado com hidróxido de sódio e vermelho de metila como indicador. O destilado foi coletado num erlenmeyer contendo 20 mL de ácido bórico que assume a coloração azul. Essa solução foi então titulada com ácido clorídrico até atingir o ponto de viragem. O cálculo da proteína foi feito utilizando a Equação 3.9

$$\text{Proteinas totais (\%)} = \frac{(Va - Vb) * F * 0{,}1 * 0{,}014 * 100}{P1} \quad (3.9)$$

Onde,

Va = volume de ácido clorídrico gasto na titulação da amostra (mL);

Vb = volume de ácido clorídrico gasto na titulação do branco (mL);

F = Fator de correção do ácido clorídrico 0,01 mol/L;

P1 = massa da amostra (g);

3.7.10 Determinação de carboidratos (%)

A determinação da quantidade de carboidrato foi determinada pela diferença, onde subtrai-se de 100 os valores obtidos nas analise de cinzas, lipídeos, proteínas e umidade, através da Equação 3.10.

$$\text{carboidratos (\%)} = 100 - \text{cinzas} - \text{lipideos} - \text{proteina} - \text{umidade} \quad (3.10)$$

3.7.11 Determinação do teor de umidade (b.s)

A determinação foi feita como já descrita no item 3.4.7.

3.7.12 Determinação de ácido ascórbico

Para determinar o ácido ascórbico foi pesado 0,2 g da amostra e, homogeneizando com solução de ácido oxálico a 2% e completou-se o volume a 100 mL com ácido oxálico. Após a filtração, foi tomada uma alíquota (2 a 10 mL) e a mesma foi titulada com corante padronizado até um ponto final de cor de rosa que deve permanecer por um mínimo de 15 segundos. Titulou-se rapidamente para uma determinação preliminar. Na determinação, foi colocado o máximo de corante requerido para titular corretamente (IAL, 2008). O volume de corante gasto deve está na faixa de 3 a 5 mL. O cálculo para o ácido ascórbico é feito utilizando a Equação 3.11.

$$\text{ácido ascórbico } \left(\frac{\text{g}}{100\text{g}}\right) = \frac{\text{Vg} * \text{fator do corante} * \text{Vt} * 100}{\text{aliquota} * \text{peso da amostra}} \quad (3.11)$$

Onde,

V_g = volume gasto na titulação (mL);

V_t = volume total (mL);

Alíquota = volume retirado para a titulação

Peso da amostra = massa inicial

3.7.13 Quantificação de clorofilas

A quantificação de clorofilas foi baseada na metodologia de Lichtenthaler (1987), onde foi pesado aproximadamente 0,2 mg do pó e transferido para um almofariz. Foi adicionado 0,2 g de carbonato de cálcio e cerca de 3 mL de acetona a 80% e depois foi macerado para a obtenção do extrato. Esse extrato foi então colocado em tubo Falcon e o almofariz lavado com acetona até o volume de 5 mL. O extrato foi centrifugado por 10 minutos a 10 °C e 3000 rpm. Então foi tirado uma alíquota para ser colocado numa cubeta para que a amostra fosse lida num espectrofotômetro nos comprimentos de onda 470, 646 e 663 nm. As concentrações de clorofila a, clorofila b e clorofila total foram calculadas pelas as Equações 3.12, 3.13 e 3.14, respectivamente.

$$\text{Clorofila a} = \frac{[(12{,}21 * A_{663} - 2{,}81 * A_{646}) * V]}{1000 * \text{massa}} \quad (3.12)$$

$$\text{Clorofila b} = \frac{[(20{,}13 * A_{646} - 5{,}03 * A_{663}) * V]}{1000 * \text{massa}} \quad (3.13)$$

$$\text{Clorofila total} = \frac{[(17{,}3 * A_{646} - 7{,}18 * A_{663}) * V]}{1000 * \text{massa}} \quad (3.14)$$

Onde,

A_{663} = absorbância no comprimento de onda 663 (nm);

A_{646} = absorbância no comprimento de onda 646 (nm);

V = volume total de acetona (mL);

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS INICIAIS

4.1.1 Composto vegetal da folha da amoreira negra

Para fazer o composto vegetal foram utilizadas todas as partes da folha.

A quantidade de 30% de folha e 70% de água destilada foi a proporção que apresentou o resultado esperado, um composto vegetal homogêneo e líquido, como pode ser visto na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Composto vegetal da folha da amoreira negra na proporção de 30% folha e 70% de água destilada.

4.1.2 Escolha do agente espumante e parâmetros iniciais

Como espumantes foram testados o Portogel®, Emustab® e a entrecasca do juá e suas respectivas espumas obtidas são mostradas nas Figuras 4.2 a 4.4.

Figura 4.2 –Espuma da folha da amoreira negra usando 5% do espumante Portogel®.

Figura 4.3 –Espuma da folha da amoreira negra usando 5% da entrecasca do juá.

Figura 4.4 – Espuma da folha da amoreira negra usando 5% do espumante Emustab®.

Pode ser observado que a espuma feita com o espumante Emustab® não foi estável, apresentando consistência de um creme, portanto não foi satisfatório. As espumas formadas com a entrecasca do juá e Portogel® apresentaram resultados satisfatórios, formaram espumas aeradas e estáveis.

Portanto, para o presente trabalho foi escolhido o espumante Portogel®, em virtude da facilidade de aquisição no comércio.

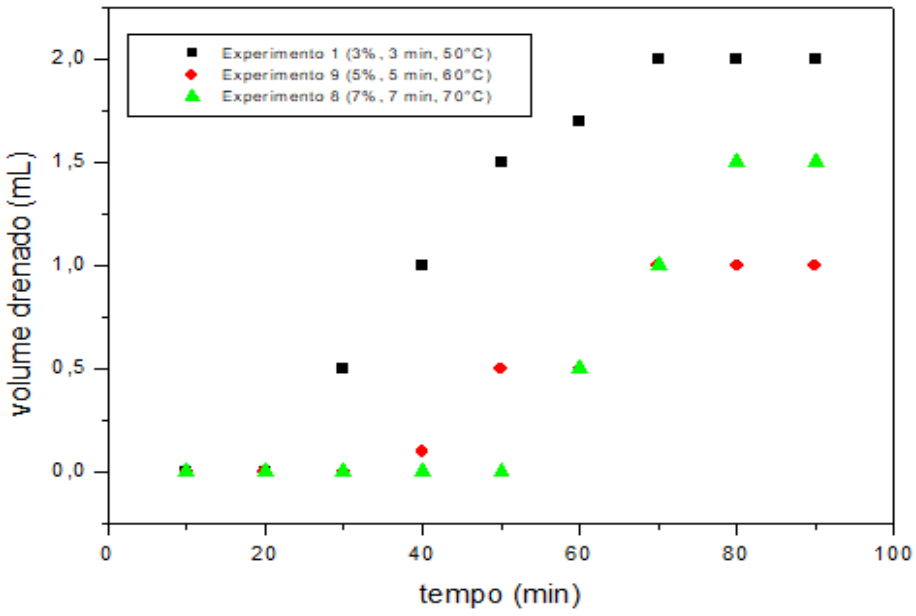
Após vários testes preliminares, os valores mínimos para a obtenção de uma espuma estável foram de 3% de concentração de espumante e de 3 min de tempo de agitação.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DA ESPUMA

4.2.1 Estabilidade

Na Figura 4.5 são mostradas as curvas do volume drenado das espumas do composto vegetal em função do tempo para as condições dos fatoriais máximo, mínimo e central do planejamento experimental.

Figura 4.5 – Estabilidade da espuma da folha de amoreira negra nas condições dos fatoriais mínimo, central e máximo do planejamento experimental.



Pela Figura 4.5 foi observado que a maior estabilidade foi obtida nas condições do fatorial central, experimento 9 (5%, 5 min, 60 °C), onde não houve volume drenado nos 40 min iniciais, e teve um volume drenado de 1,0 mL ao final do experimento. Nas condições do fatorial mínimo, experimento 1 (3%, 3 min, 50 °C), foi observado o maior volume de espuma drenado, chegando a 2 mL ao final dos 90 minutos, mostrando que nessas condições se tem a menor estabilidade. O experimento 8 (7%, 7 min, 70 °C), condições experimentais do fatorial máximo, teve um volume drenado de 1,5 mL ao final dos 90 minutos do experimento.

Oliveira (2018), com a secagem da folha da graviola (*Annona muricata* L.) pelo método de camada de espuma utilizando Portogel® como agente espumante, obteve maior estabilidade nas condições do fatorial mínimo – experimento 1 (3%, 3 min, 50 °C), com volume drenado de 2,5 mL, já nas condições do fatorial máximo – experimento 8 (5%, 5 min, 70°C) obteve maior volume de espuma drenado, chegando a 4,4 ml.

Já no estudo de Leite (2018) sobre a estabilidade da folha de hortelã-da-folha-miúda utilizando como agente espumante o Portogel® foi observado que nas condições do fatorial mínimo do seu planejamento (3%, 3 min. 50 °C) teve um volume drenado final de 4,3 mL e nas condições do fatorial máxima (7%, 7 min, 70 °C) o volume drenado foi maior chegando a 6,6 mL.

Logo, a estabilidade da folha da amoreira negra teve um bom resultado, pois o volume drenado obtido foi bem menor que os relatados na literatura citada.

4.2.2 Densidade/ Percentual de expansão/ Capacidade de incorporação de ar (*over run*)

Os resultados da densidade, do percentual de expansão e da capacidade de incorporação de ar (*over run*) da espuma da folha da amoreira negra são mostrados na Tabela 4.1.

Tabela 4,1 – Resultados da densidade, do percentual de expansão e da capacidade de incorporação de ar (*over run*) da espuma da folha da amoreira negra

Condições	Densidade (g/cm^3)	Capacidade de expansão (%)	*over run*
3%, 3 min	0,2495 ± 0,006	237,19 ± 4,75	220
7%, 3 min	0,1495 ± 0,002	456,33 ± 5,24	500

3%, 7 min	0,2549 ± 0,007	227,86 ± 7,33	400
7%, 7 min	0,1089 ± 0,007	676,03 ± 86,82	650
5%, 5 min	0,1560 ± 0,001	440,34 ± 13,83	531

Pode ser observado que as maiores densidades foram encontradas nos experimentos que apresentaram menor concentração de espumante e os que apresentaram menores valores de densidade foram obtidos para os experimentos que tinham uma maior concentração de espumante.

No estudo de Bonfim (2019) sobre a secagem da aloe vera em camada de espuma foram obtidos os maiores valores de densidade para os experimentos com menor concentração de espumante e menor tempo de agitação. O mesmo comportamento foi observado por Oliveira (2018) com as espumas das folhas da graviola.

Segundo Cruz (2013) a densidade diminui devido à adição do agente espumante e na incorporação de ar durante a mistura dos dois. Portanto, os resultados obtidos são satisfatórios pois se assemelham aos resultados pesquisados na literatura.

Pelos resultados de percentual de expansão, mostrados na Tabela 4.1, o maior valor de expansão foi obtido nos experimentos de maior concentração de espumante e maior tempo de agitação (7% e 7 min) e o menor no experimento nas condições mínimas do planejamento (3% e 3 min), mostrando que quanto maior o tempo de agitação e concentração do espumante, maior será sua expansão de ar.

Silva (2020), no estudo sobre a folha do guajiru, obteve como resultado maiores valores de percentual de expansão de ar acima de 700% para os experimentos com as condições máximas do seu planejamento fatorial. Já no estudo da folha da hortelã-da-folha-miúda de Leite (2018), foram obtidos valores abaixo de 500% para os experimentos com maior concentração de espumante e maior tempo de agitação.

Ainda pela Tabela 4.1 Para os experimentos realizados nas condições do fatorial máximo do planejamento (7%, 7 min) foram obtidos os maiores valores de *over run* e para os experimentos nas condições do fatorial mínimo do planejamento (3%, 3 min) o menor valor. Ou seja, quanto maior a concentração de espumante e tempo de agitação, maior será a capacidade de incorporação de ar da espuma.

Lima (2020), ao fazer a análise de *over run* da espuma da folha do noni, obteve um valor máximo de 593,16 para seu experimento nas condições do fatorial máximo do seu planejamento experimental. Oliveira et al. (2020) também obtiveram seus maiores

valores de incorporação de ar das espumas da folha da graviola, para nos experimentos das condições do fatorial máximo do planejamento.

Pela análise estatística realizada, foi observado que nenhuma das variáveis independentes (concentração do espumante e tempo de agitação) e nem suas interações apresentaram influência sobre a densidade, o percentual de expansão e a incorporação de ar da espuma da folha da amoreira negra para um nível de confiança de 95% (Apêndices A, B e C)

4.2.3 Potencial hidrogeniônico (pH)/ acidez total titulável (ATT)/teor de umidade (b.u)

Os resultados do potencial hidrogeniônico (pH), da acidez total titulável (ATT) e do teor de umidade (b.u) da espuma da folha da amoreira negra são mostrados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Potencial hidrogeniônico (pH), da acidez total titulável (ATT) e do teor de umidade (b.u) da espuma da folha da amoreira negra

Condições	pH	ATT	Umidade (b.u)
3%, 3 min	7,57 ± 0,06	0,128 ± 0,01	91,4240 ± 0,49
7%, 3 min	7,80 ± 0,01	0,123 ± 0,03	91,4500 ± 0,24
3%, 7 min	7,82 ± 0,02	0,193 ± 0,08	91,7834 ± 0,19
7%, 7 min	7,56 ± 0,02	0,260 ± 0,03	91,1961 ± 0,22
5%, 5 min	7,82 ± 0,02	0,163 ± 0,02	91,5880 ± 0,10

Em todos os experimentos foram observados que os valores de pH da espuma da folha de amoreira negra foram levemente básicos, diferindo muito pouco entre si.

O maior valor de acidez foi obtido para as condições experimentais do fatorial máximo (7%, 7 min), que tem maior concentração de espumante e maior tempo de agitação.

A umidade da espuma (Tabela 4.2) também apresentou valores na mesma ordem de grandeza, com pequena variação.

Pela análise estatística realizada, foi observado que nenhuma das variáveis independentes e nem suas interações apresentaram influência sobre a acidez total titulável e sobre a umidade da espuma da folha da amoreira negra para um nível de confiança de 95% (Apêndices D e E).

4.3 SECAGEM DA FOLHAS DA AMOREIRA NEGRA EM CAMADA DE ESPUMA

4.3.1 Análise estatística das variáveis independentes

Os resultados do tempo final de secagem são mostrados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Resultado do tempo final de secagem da espuma da amoreira negra.

Experimento	C (%)	tag (min)	T (°C)	tf (min)
1	3(-1)	3(-1)	50(-1)	250
2	7(+1)	3(-1)	50(-1)	240
3	3(-1)	7(+1)	50(-1)	260
4	7(+1)	7(+1)	50(-1)	250
5	3(-1)	3(-1)	70(+1)	210
6	7(+1)	3(-1)	70(+1)	110
7	3(-1)	7(+1)	70(+1)	100
8	7(+1)	7(+1)	70(+1)	120
9	5(0)	5(0)	60(0)	180
10	5(0)	5(0)	60(0)	180
11	5(0)	5(0)	60(0)	200

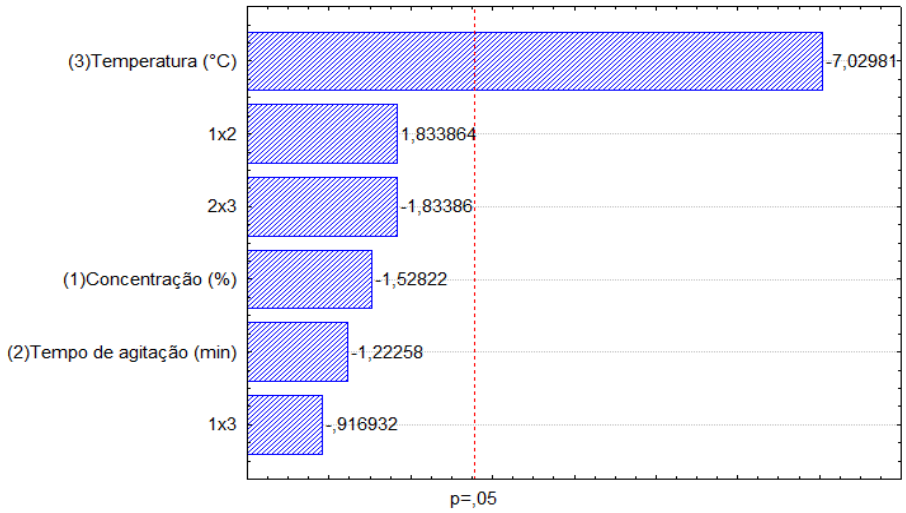
C – concentração do espumante; tag – tempo de agitação; tf – tempo final de secagem

Tempo final de secagem

Pode ser observado na Tabela 4.3 que o experimento que teve menor tempo de secagem (100 minutos) foi o experimento 7 (concentração de 3%, tempo de agitação de 7 minutos e temperatura de 70 °C), já o que apresentou maior tempo de secagem de 260 minutos foi o experimento 3 (concentração de 3%, tempo de agitação de 3 minutos e temperatura de 50 °C). Também foi observado que os experimentos centrais tiveram valores muito próximos, o que mostra a boa reprodutibilidade dos mesmos.

O resultado para a análise da influência das variáveis independentes no tempo final de secagem da espuma da folha da amoreira negra é mostrado na Figura 4.6.

Figura 4.6 – Diagrama de Pareto para o tempo final de secagem da espuma da amoreira negra.



Pela Figura 4.6 foi observado que a temperatura (T) de secagem é a única variável que influencia o tempo final de secagem em um intervalo de confiança de 95%. Como o sinal foi negativo (-7,02981) indica que quanto maior for a temperatura, menor será o tempo final de secagem, isso porque onde ocorre as mais altas transferências de calor são nas maiores temperaturas.

Silva (2020) no estudo da secagem da folha do guajiru em camada de espuma também obteve esse mesmo resultado, onde seu menor tempo de secagem foi de 40 minutos no experimento de maior temperatura (70 °C) e o maior tempo foi de 140 minutos no experimento de menor temperatura (50 °C). Já no trabalho sobre a secagem da folha da graviola em camada de espuma de Oliveira (2018) obteve seu menor tempo de secagem de 140 minutos na sua maior temperatura de trabalho (70 °C) e o maior tempo de 300 minutos na sua menor temperatura (50 °C).

Através da análise estatística e das variáveis independentes que foram estatisticamente significativas foi possível gerar um modelo estatístico (Equação 4.1) através da regressão linear múltipla dos dados experimentais do processo de secagem da folha da amoreira negra.

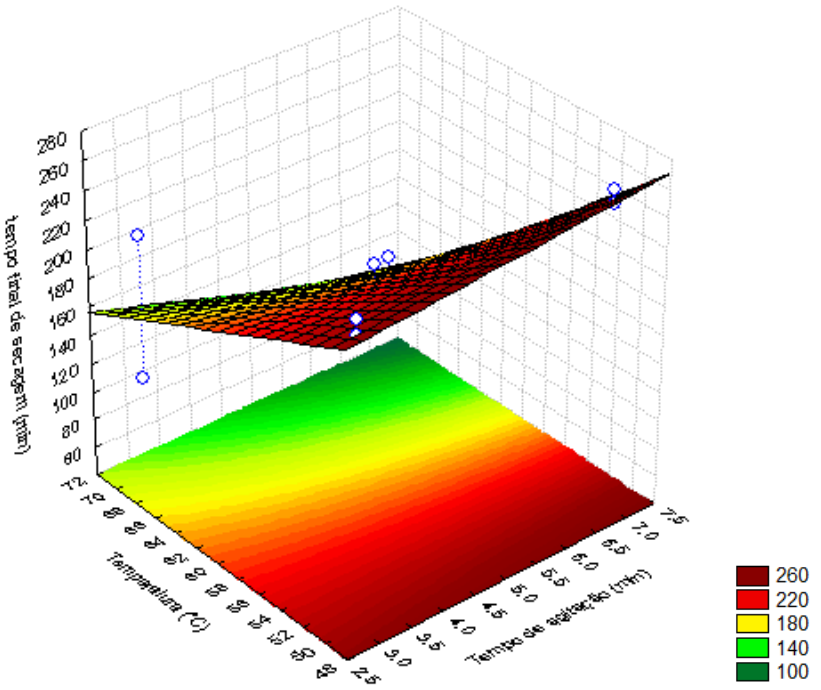
$$tf = 171{,}54 - 80{,}20T \quad (4.1)$$

Esse modelo possui um coeficiente de determinação de 0,93 e um erro padrão de 133,33. Através da análise da variância (ANOVA) foi determinado que para a variável tempo de secagem, o modelo apresentado pela Equação 4.1 é estatisticamente

significativo, a 95% de confiança, uma vez que o valor de $F_{calculado}$ é maior que o do $F_{tabelado.}$ 136,8>5,12.

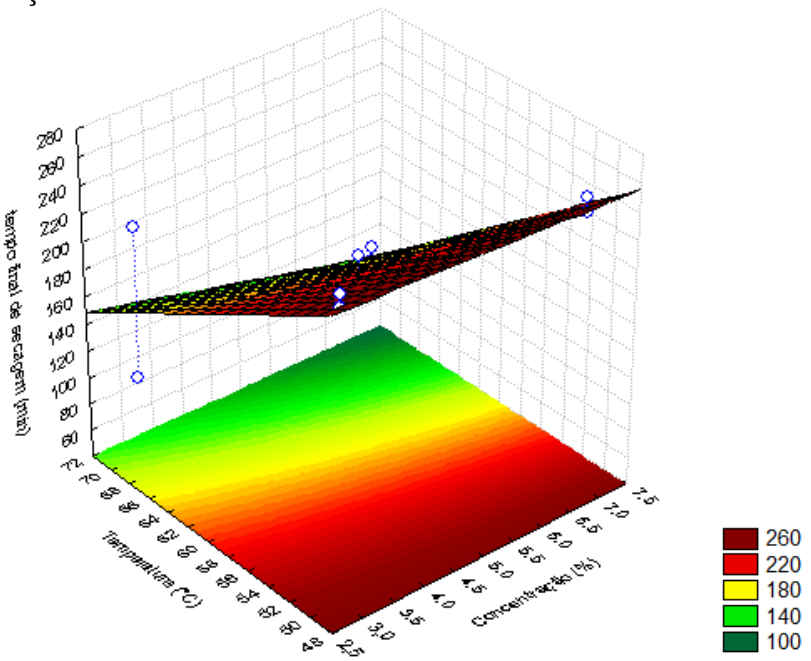
Nas Figuras 4.7 a 4.9 são mostradas as superfícies de respostas obtidas para o tempo final de secagem, mantendo constante a concentração do espumante, o tempo de agitação e a temperatura de secagem, respectivamente.

Figura 4.7 – Superfície de resposta para o tempo final de secagem mantendo constante a concentração do espumante.



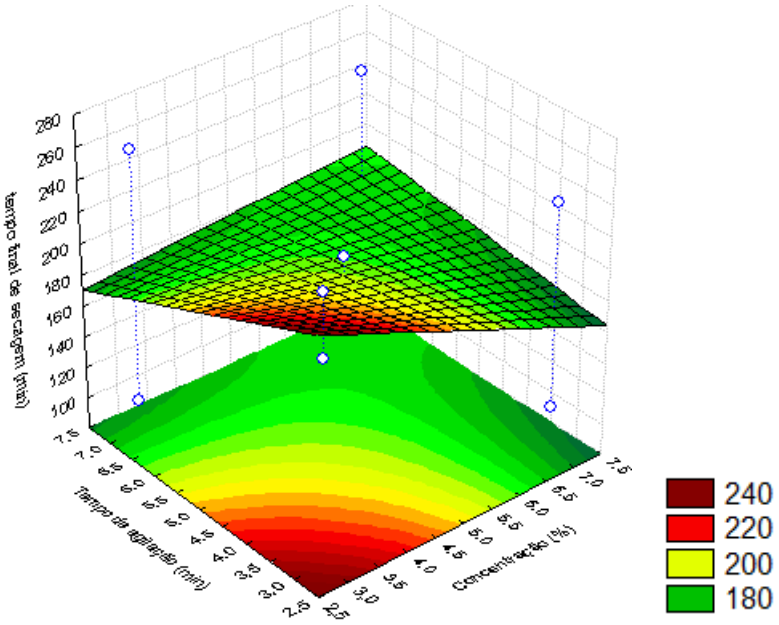
Na Figura 4.7 foi observado que quanto menor a temperatura maior será o tempo final de secagem e que o tempo de agitação não apresentou nenhuma influência sobre a variável de resposta, para uma concentração do espumante constante.

Figura 4.8 – Superfície de resposta para o tempo final de secagem mantendo constante o tempo de agitação.



Na Figura 4.8 foi observado que para um tempo de agitação constante, a concentração do espumante não tem influência na variável de resposta e para a variável temperatura, quanto maior a temperatura menor será o tempo final de secagem.

Figura 4.9 – Superfície de resposta para o tempo final de secagem mantendo constante a temperatura de secagem.



Na Figura 4.9, mantendo a temperatura constante, foi observado que as variáveis: concentração do espumante e tempo de agitação não influenciaram na variável de resposta.

4.3.2 Cinética de secagem

As curvas de cinéticas são apresentadas nas Figuras 4.10 a 4.12, paras as temperaturas de 50 °C, 60 °C e 70 °C, respectivamente.

Figura 4.10 – Curvas de cinética da secagem em camada de espuma da folha da amoreira negra na temperatura de 50 °C.

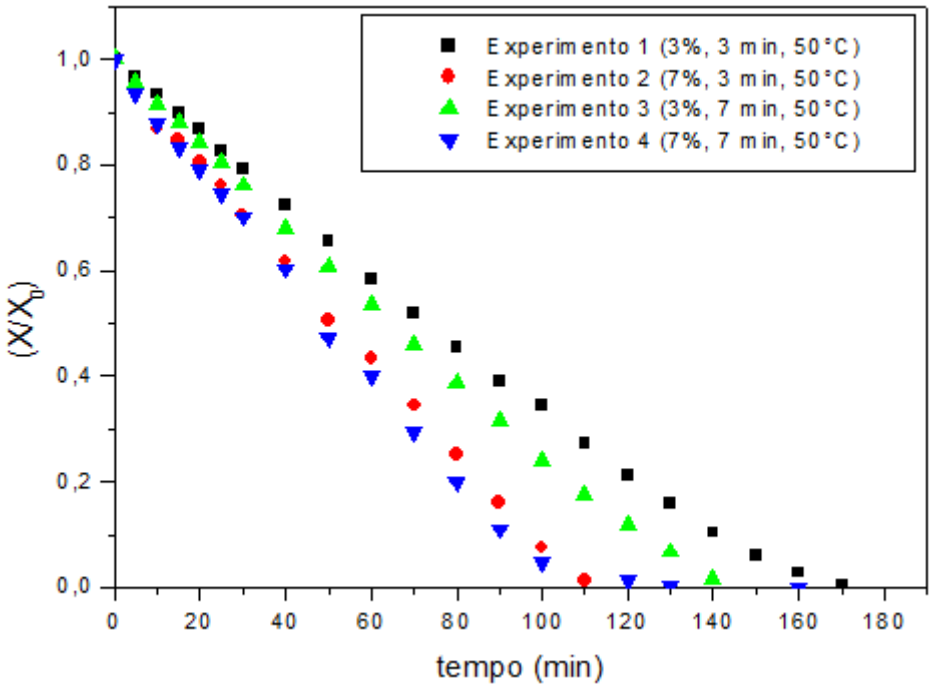


Figura 4.11 – Curvas de cinética da secagem em camada de espuma da folha da amoreira negra na temperatura de 60 °C.

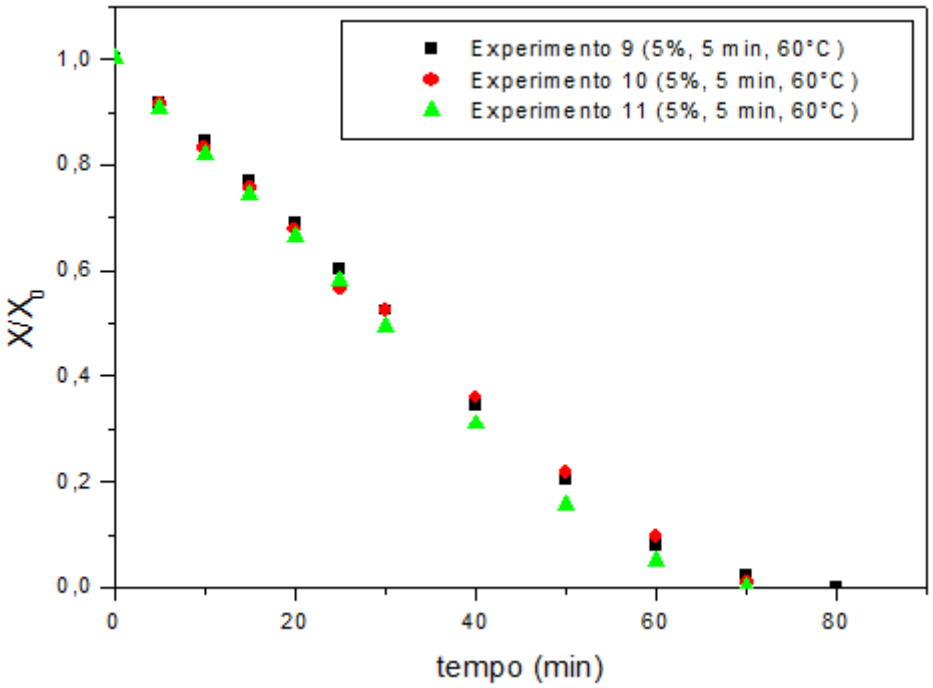
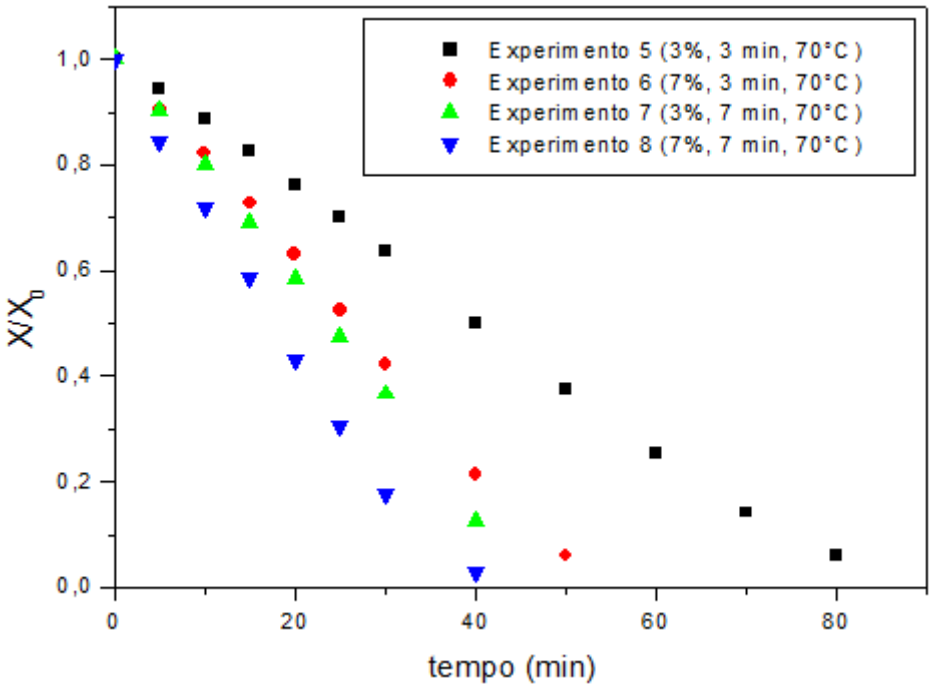


Figura 4.12 – Curvas de cinética da secagem em camada de espuma da folha da amoreira negra na temperatura de 70 °C.



Nas Figuras 4.10, 4.11 e 4.12 foi observado que o tempo de secagem variou de acordo com a temperatura utilizada no experimento, confirmando que quanto maior a temperatura de secagem, menor o tempo de secagem. À medida que a temperatura era aumentada, a espuma secava mais rapidamente.

Também foi observado na Figura 4.11, uma boa reprodutibilidade dos experimentos de secagem nas condições do ponto central (5%, 5 min, 60°C).

Gonçalves (2017) também obteve resultados semelhantes ao analisar as curvas de cinéticas de secagem da folha da amora negra em leito fixo, onde seu tempo final de secagem foi menor nas temperaturas mais altas. Ele obteve um tempo final de 6 horas para o experimento a 40 °C e um tempo de aproximadamente 1 hora para os feitos na temperatura de 70 °C. O mesmo comportamento das curvas foi observado nos trabalhos de Oliveira (2018), na secagem em camada de espuma da folha da graviola, e no de Silva (2020), na secagem em camada de espuma da folha do guajiru.

Nas Figuras 4.13 a 4.15 são mostradas as curvas de taxa de secagem para as temperaturas de 50 °C, 60 °C e 70 °C, respectivamente. A taxa de secagem é dada em função da umidade em base seca (X_0).

Figura 4.13 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos na temperatura de 50 °C.

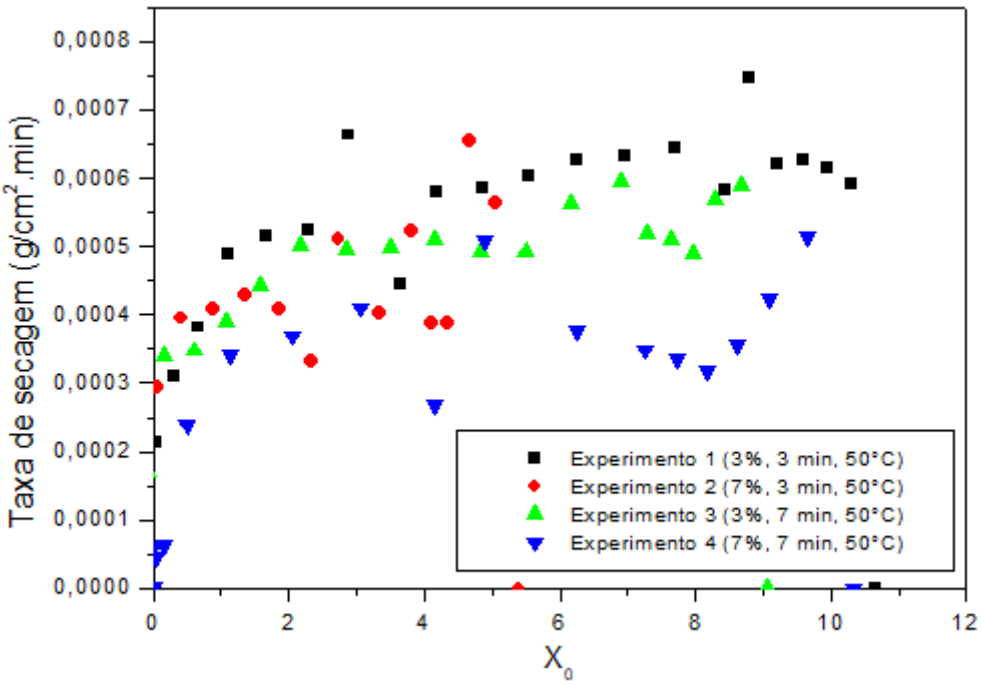


Figura 4.14 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos na temperatura de 60 °C.

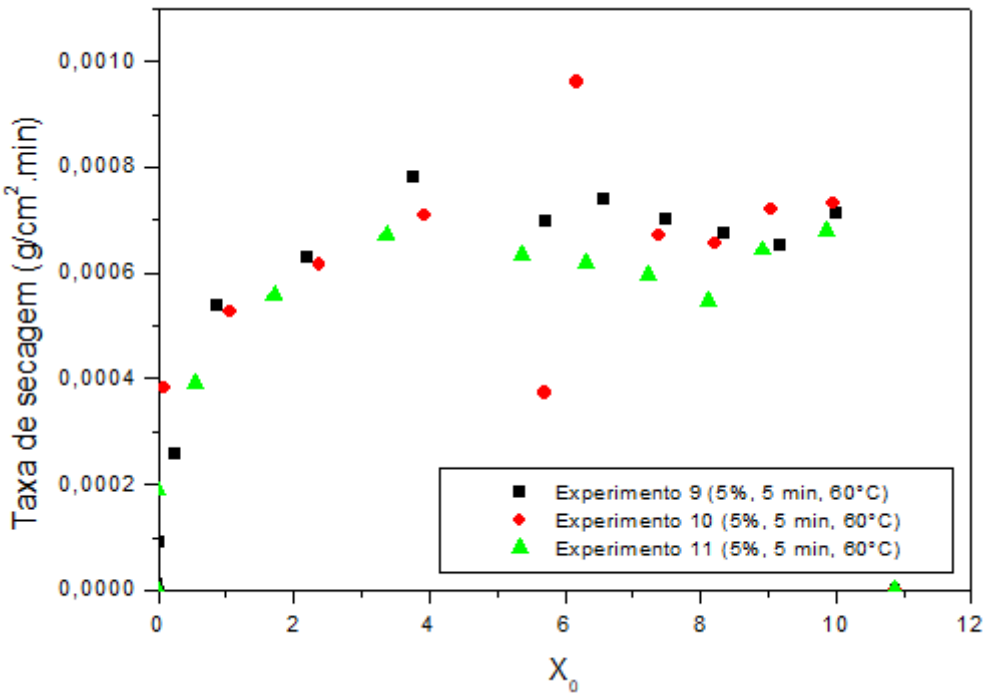
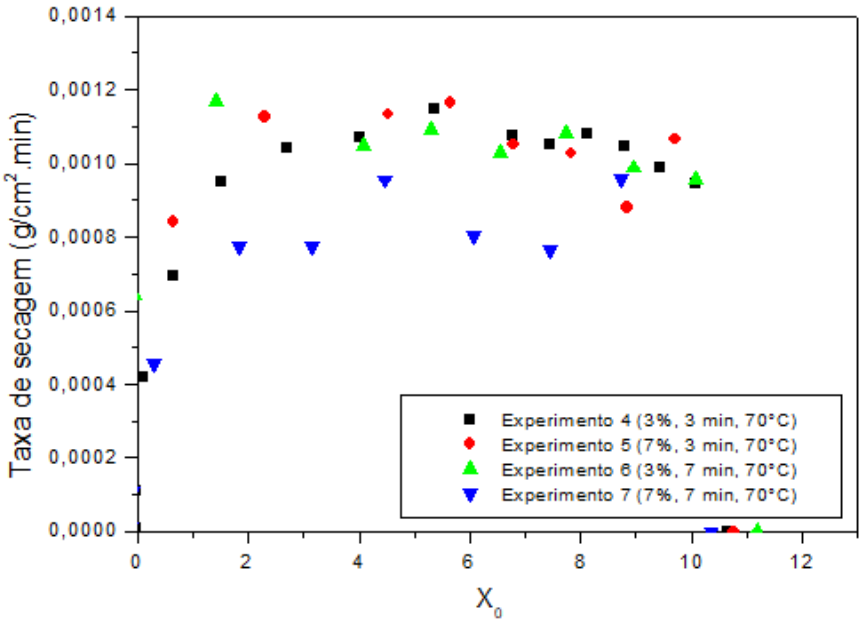


Figura 4.15 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos na temperatura de 70 °C.



Nas Figuras 4.13, 4.14 e 4.15 foi observado que as maiores taxas de secagem foram obtidas nas maiores temperaturas do planejamento experimental, reforçando ainda mais a influência da temperatura no tempo final de secagem. Também foram observados longos períodos de taxa constante em todas as curvas, assim como curtos períodos de taxa decrescente, como descritos na literatura.

4.3.3 Ajuste dos dados experimentais

Para os ajustes dos dados experimentais foi utilizado o programa STATISTICA 6.0 analisando uma regressão não-linear e alguns critérios foram usados para definir qual o melhor modelo a ser utilizado como a análise estatística, para saber se o modelo apresenta coeficientes significativos, além da análise do coeficiente de determinação (R^2) e do erro padrão de estimativa (S), onde valores mais altos são buscados no primeiro e mais baixos no segundo.

Na Tabela 4.4 são mostrados os valores encontrados para os coeficientes das equações de cada modelo testado, assim como seu coeficiente de determinação (R^2) e seu erro padrão de estimativa (S) para a temperatura de 50 °C.

Tabela 4.4 – Resultado do ajuste dos modelos para a temperatura de 50 °C.

Modelo	Parâmetros dos modelos matemáticos						
	K	n	a	b	C	R^2	S
Page	0,0017	1,4957	-	-	-	0,9537	0,4886
Page Modificado	0,0004	1,7960	0,9192	-	-	0,9580	0,4436
Newton	0,0146	-	-	-	-	0,8950	0,8950
Midilli, Kucuk e Yapar	-8,0926	-10,1583	0,8177	-0,0048	-	0,8163	1,9410
Wang e Singh	-	-	-0,0105	0,0000	-	0,9557	0,4677
Aproximação por Difusão	$0,0305^{NS}$	-	$14,5877^{NS}$	$0,9422^{NS}$	-	0,9507	0,5202
Logarítmico	0,0119	-	1,2427	-	-0,1662	0,9480	0,5487

NS – não significativo

Na Tabela 4.8 foi observado que, dos modelos testados, apenas o Aproximação por difusão apresentou valores estatisticamente não significativos. O modelo de Midilli, Kucuk e Yapar apesar de apresentar todos os seus coeficientes estatisticamente significativos, teve o valor de R^2 baixo e o valor de S mais alto que os demais modelos.

Os modelos de Page, Page Modificado e Wang e Sing apresentaram os maiores valores do coeficiente de determinação (R^2) e menores valores de erro padrão da estimativa (S). Já os modelos de Newton e o Logarítmico também apresentaram um bom ajuste e também podem ser usados para descrever o ajuste dos dados experimentais.

Na Tabela 4.5 são representadas as equações dos modelos com seus respectivos ajustes que foram estatisticamente significativos; sendo as curvas dos modelos de Page e Page Modificado mostradas nas Figuras 4.16 e 4.17, respectivamente. As curvas dos modelos de Newton, Wang e Singh e Logaritmo estão dispostas no Apêndice G.

Tabela 4.5 – Equações dos modelos ajustados a cinética de secagem a 50 °C.

Modelo	Representação matemática ajustada
Page	$RU = \exp(-0{,}001742)t^{1{,}495678}$
Page Modificado	$RU = (0{,}919201)*\exp(-0{,}000424)*t^{1{,}795966}$
Newton	$RU = \exp(-0{,}014630)*t$
Wang e Singh	$RU = 1+(-0{,}010469*t)+(0{,}000026*t^2)$
Logarítmico	$RU = 1+(0{,}009576)*a+(0{,}000023)$

Figura 4.16 – Ajuste para o modelo de Page Modificado para a temperatura de 50 °C.

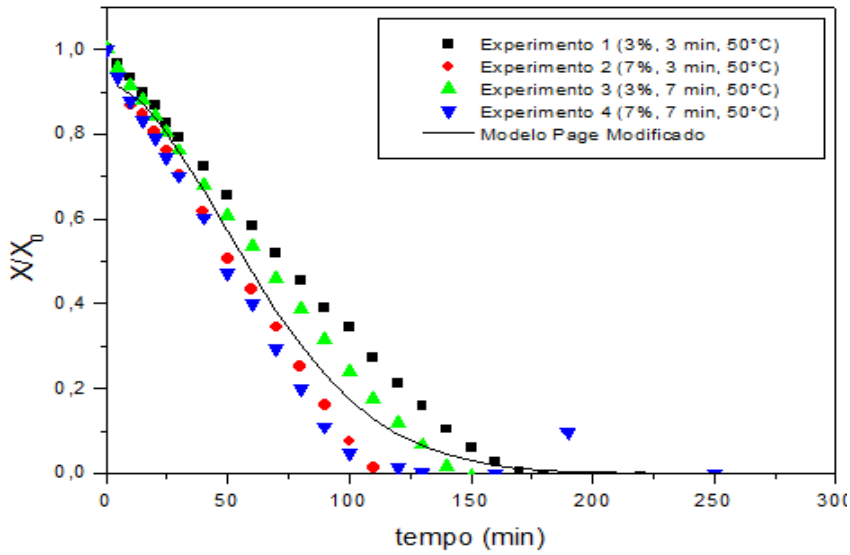
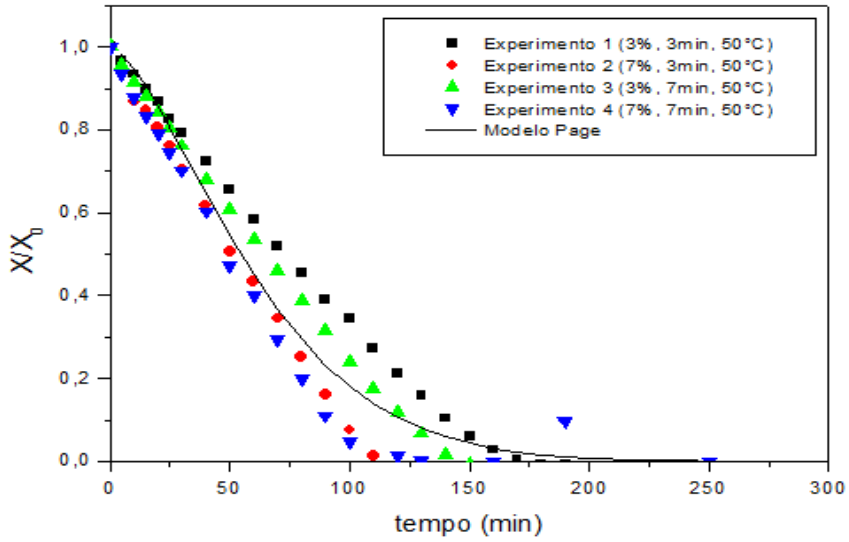


Figura 4.17 – Ajuste para o modelo de Page para a temperatura de 50 °C.



Na Tabela 4.6 são mostrados os valores encontrados para os coeficientes das equações de cada modelo testado, assim como seu coeficiente de determinação (R^2) e seu erro padrão de estimativa (S) para a temperatura de 60 °C.

Tabela 4.6 – Resultado do ajuste dos modelos para a temperatura de 60 °C.

Modelo	Parâmetros dos modelos matemáticos						
	K	n	A	B	C	R^2	S
Page	0,0033	1,5928	-	-	-	0,9909	0,0445
Page Modificado	0,0008	1,9543	0,9032	-	-	0,9958	0,0205
Newton	0,0277	-	-	-	-	0,9393	0,2971
Henderson e Pabis	0,0334	-22,5611	1,1860	-	-	0,9632	0,1801
Midilli, Kucuk e Yapar	-3,0943	0,6707	0,6707	-0,0056	-	0,6480	1,7252
Wang e Singh	-	-0,0181	-0,0181	0.0001	-	0,9583	0,2043
Aproximação por Difusão	$0,0612^{NS}$	-	$17,5893^{NS}$	$0,9475^{NS}$	-	0,9858	0,0695
Logarítmico	0,0280	-	1,2327	-	-0,0838	0,9741	0,1269

Na Tabela 4.6 foi observado que os modelos que apresentaram os maiores valores do coeficiente de determinação (R^2) e menores valores de erro padrão de estimativa (S) são os de Page e Page Modificado, sendo este último o melhor ajuste para os dados experimentais. O modelo de Aproximação por Difusão obteve seus parâmetros todos não significativos, o de Midilli, Kucuk e Yapar apresentou um R^2 bem inferior em comparação os outros modelos e o Logaritmo apesar de ter os coeficientes estatisticamente significativos e um valor alto de R^2 e valor baixo de S, não apresentou um bom ajuste para os dados experimentais.

Já os modelos de Newton e Henderson e Pabis, Wang e Singh apresentaram valores de R^2 e S dentro da média para ter um bom ajuste.

As equações dos modelos que tiveram seus coeficientes significativos para o ajuste da cinética de secagem a de 60 °C são mostradas na Tabela 4.7.

Na Tabela 4.7 são representadas as equações dos modelos com seus respectivos ajustes que foram estatisticamente significativos; sendo as curvas dos modelos de Page e Page Modificado mostradas nas Figuras 4.18 e 4.19, respectivamente. As curvas dos modelos de Newton, Henderson e Pabis e Wang e Singh estão dispostas no Apêndice H.

Tabela 4.7 – Equações dos modelos ajustados a cinética de secagem a 60 °C.

Modelo	Representação matemática ajustada
Page	$RU = \exp(-0{,}003309)t^{1{,}592798}$
Page Modificado	$RU = 0{,}903173*\exp(-0{,}000773*t^{1{,}954309})$
Newton	$RU = \exp(-0{,}027724)*t$
Henderson e Pabis	$RU = (1{,}186020)*\exp(-0{,}033409*t)$
Wang e Singh	$RU = 1+(-0{,}018083*t)+(0{,}000070*t^2)$

Figura 4.18 - Ajuste para o modelo de Page Modificado para a temperatura de 60 °C.

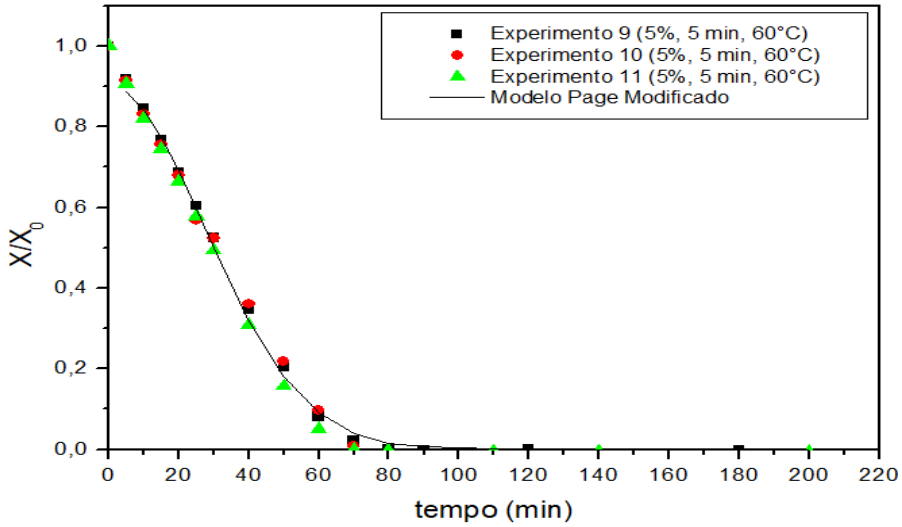
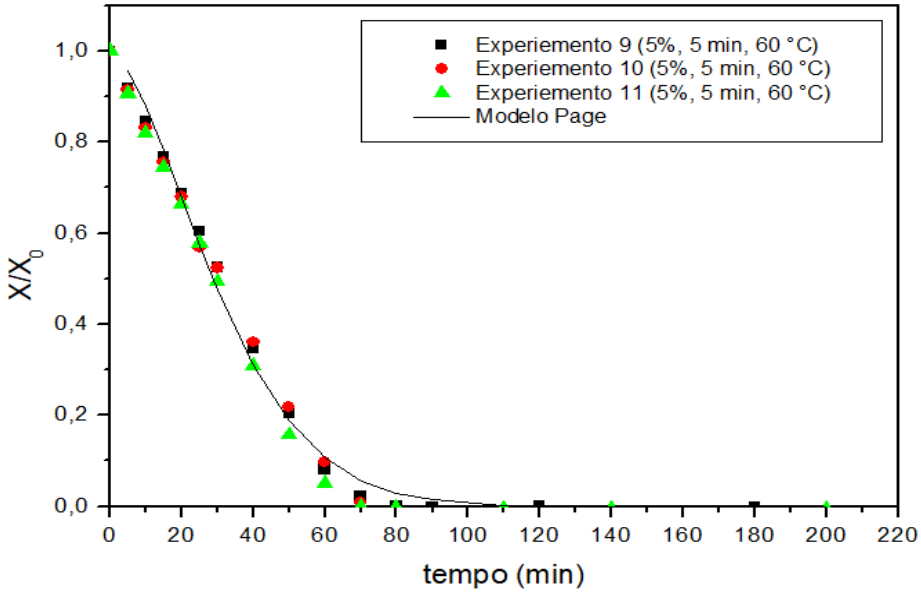


Figura 4.19 - Ajuste para o modelo de Page para a temperatura de 60 °C.



Na Tabela 4.8 são mostrados os valores encontrados para os coeficientes das equações de cada modelo testado, assim como seu coeficiente de determinação (R^2) e seu erro padrão de estimativa (S) para a temperatura de 70 °C.

Tabela 4.8 – Resultado do ajuste dos modelos para a temperatura de 70 °C.

Modelo	Parâmetros dos modelos matemáticos						
	K	n	A	B	c	R^2	S
Page	0,0061	1,4870	-	-	-	0,8980	0,6054
Page	0,0025^{NS}	1,7211	0,9274	-	-	0,9000	0,5937

Modificado							
Newton	0,0321	-	-	-	-	0,8639	0,8078
Henderson e Pabis	0,0384	-	1,1757	-	-	0,8824	0,6978
Midilli, Kucuk e Yapar	-3,8142	-18,7586	0,6436	-0,0058	-	0,5833	2,4740
Wang e Singh	-	-	-0,0190	0,0001	-	0,8004	1,1849
Aproximação por Difusão	$0,0697^{NS}$	-	$13,7350^{NS}$	$0,9375^{NS}$	-	0,8963	0,6152
Logarítmico	0,0338		1,2012	-	$-0,0564^{NS}$	0,8877	0,6666

Na Tabela 4.8 foi observado que apesar do modelo de Page Modificado ter apresentado o maior valor do coeficiente de determinação (R^2) e menor valor de erro padrão de estimativa (S), o mesmo apresentou um parâmetro não significativo. Os modelos de Page, Newton e Henderson e Pabis apresentaram coeficientes significativos e valores dos coeficientes de determinação e erro padrão de estimativa relevantes, sendo os valores de R^2 de 0,8980, 0,8639 e 0,8824 e valores de S 0,6054, 0,8078 e 0,6978, respectivamente, sendo o modelo de Page o que melhor se ajustou aos dados experimentais.

O modelo Midilli, Kucuk e Yapar obteve coeficientes significativos, porém obteve valores de R^2 muito baixo e um valor de S muito alto. O modelo de Wang e Singh não apresentou um bom ajuste aos dados experimentais mesmo apresentando coeficientes significativos.

Na Tabela 4.9 são representadas as equações dos modelos com seus respectivos ajustes que foram estatisticamente significativos; sendo as curvas dos modelos de Page e Newton mostradas nas Figuras 4.20 e 4.21, respectivamente. A curva do modelo de Henderson e Pabis estão dispostas no Apêndice I.

Tabela 4.9 – Equações dos modelos ajustados a cinética de secagem a 70 °C

Modelo	Representação matemática ajustada
Page	$RU = \exp(-0,006120)t^{1,487001}$
Newton	RU = exp(-0,032061)*t
Henderson e Pabis	RU = (1,175686)*exp9-0,038445*t)

Figura 4.20 - Ajuste para o modelo de Page para a temperatura de 70 °C.

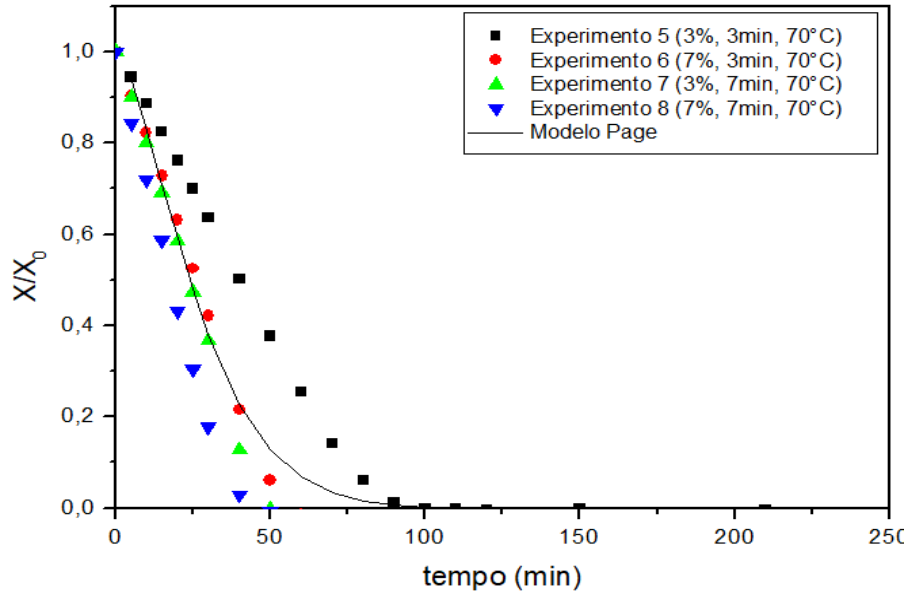
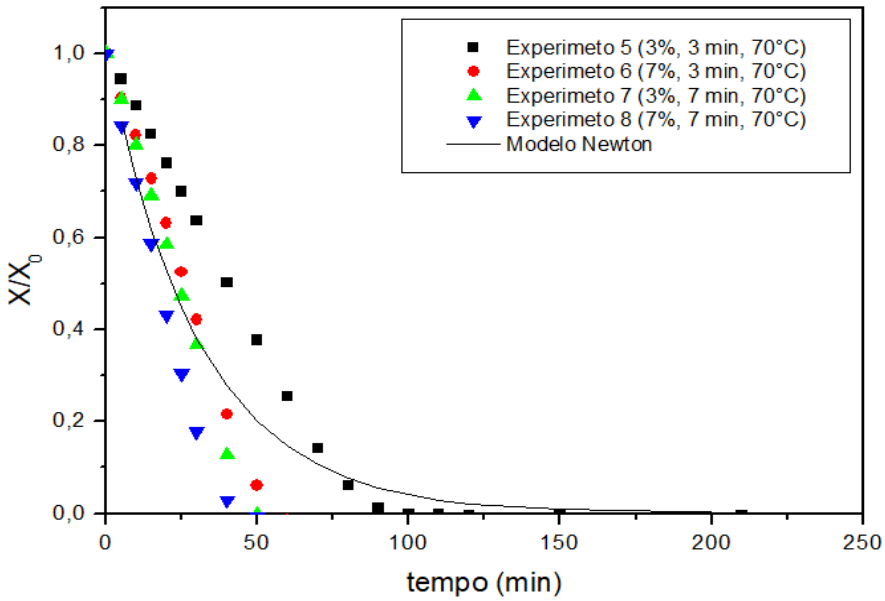


Figura 4.21 - Ajuste para o modelo de Newton para a temperatura de 70 °C.



Após os ajustes dos dados experimentais foi observado que o modelo de Page Modificado apresentou melhores ajustes aos dados experimentais obtidos nas temperaturas de 50 °C e 60 °C, apresentando os maiores valores de coeficiente de determinação (R^2) e os menores valores do erro padrão de estimativa (S); já para a temperatura de 70 °C um de seus coeficientes foi estatisticamente não significativo. O modelo de Page foi satisfatório para os dados nas temperaturas de 50 °C, 60 °C e 70 °C.

Silva (2020) e Leite (2018) concluíram que os melhores ajustes foram com os modelos de Page e Page Modificado.

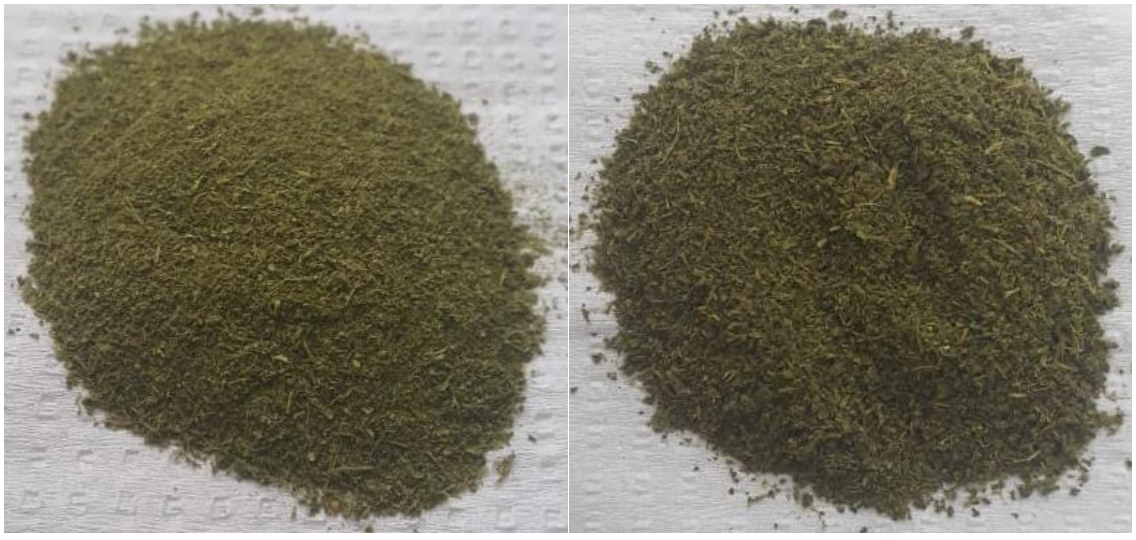
Os modelos de Henderson e Pabis, Newton e Wang e Singh apresentaram bons resultados e também poderiam ser usados para descrever os ajustes dos dados experimentais. Já o modelo de Aproximação por difusão e Dois termos não se ajustaram para nenhum dos dados para nenhuma das temperaturas estudadas.

Os melhores ajustes foram dos dados experimentais na temperatura de 60 °C e os ajustes mais baixos foram dos dados obtidos na temperatura de 70 °C.

4.4 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ

Ao final da secagem foi obtido o pó da folha da amoreira negra (Figura 4.22). Esse produto final resultou no deposito de pedido de patente de registro BR 10 2019 025436 0.

Figura 4.22 – Pós da folha da amoreira negra obtidos por secagem em camada de espuma e por liofilização: a) a temperatura de 50 °C; b) a temperatura de 60 °C; c) a temperatura de 70 °C; d) por liofilização.



a) b)

c)

d)

Pela análise qualitativa dos pós obtidos, foi observado que os mesmos apresentaram semelhança na coloração e na granulometria para todas as condições do planejamento experimental fatorial completo.

Para efeito de comparação também foi obtido o pó da folha da amoreira negra através do método de secagem por liofilização e os resultados das análises desse pó, são mostrados na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – Resultados das análises físicas e químicas para o pó obtido por liofilização.

Análise	Valores médios
aw	0,445 ± 0,04
Cinzas (%)	13,61 ± 0,37
Solubilidade	36,83 ± 0,47
Lipídeos (%)	3,52 ± 0,52
pH	8,20 ± 0,03
SST (°Brix)	30,00 ± 0,01
ATT	0,63 ± 0,05
Proteínas (%)	19,64 ± 0,68
Umidade (b.s)	4,98 ± 0,28
Clorofila a	212,73 ± 2,45
Clorofila b	65,84 ± 3,16
Clorofila Total	282,32 ± 3,76
Carboidratos (%)	58,45 ± 0,28

4.4.1 Análise física dos pós

Na Tabela 4.11 estão dispostos os valores do rendimento teórico e do índice de solubilidade em água dos pós da folha da amoreira negra obtidos no final de cada secagem.

Tabela 4.11 – Resultados para o rendimento teórico (RT) e do índice de solubilidade em água (ISA) dos pós da folha de amoreira negra.

Experimento	C (%)	tag (min)	T (°C)	RT (%)	ISA (%)
1	3,0 (-1)	3,0 (-1)	50 (-1)	8,49	35,49 ± 0,44
2	7,0 (1)	3,0 (-1)	50 (-1)	7.61	53,44 ± 1,03
3	3,0 (-1)	7,0 (1)	50 (-1)	7,87	57,34 ± 0,56
4	7,0 (1)	7,0 (1)	50 (-1)	8,84	54,31 ± 0,64
5	3,0 (-1)	3,0 (-1)	70 (1)	8,23	36,74 ± 0,87
6	7,0 (1)	3,0 (-1)	70 (1)	6,83	28,61 ± 0,07
7	3,0 (-1)	7,0 (1)	70 (1)	6,22	53,81 ± 0,43
8	7,0 (1)	7,0 (1)	70 (1)	7,65	31,33 ± 0,51
9	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	8,12	38,50 ± 1,80
10	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	6,89	34,47 ± 0,25
11	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	7,84	35,17 ± 0,26
CVL					36,83 ± 0,47

C - concentração; tag– tempo de agitação T – temperatura; CLV – composto vegetal da folha da amoreira negra liofilizado

O rendimento teórico do pó da folha da amoreira foi pequeno, onde o seu maior rendimento foi de 8,84% no experimento 4 (7% de concentração, 7 min de agitação, 50 °C de temperatura) e o de menor rendimento foi de 6,22 para o experimento 7 (3% de concentração, 7 min de agitação, 70 °C de temperatura). O baixo rendimento encontrado nos experimentos pode ser explicado pela a adição da água para a obtenção do composto vegetal da folha.

Oliveira (2018), em estudo sobre a desidratação da folha da graviola obteve um rendimento teórico máximo de 7,06% no experimento 5 (3%, 3min, 70 °C). Já no

trabalho de Silva (2020) sobre a folha do guajiru obteve um rendimento máximo de 13,88% no experimento do ponto central (4%, 5 min, 60 °C).

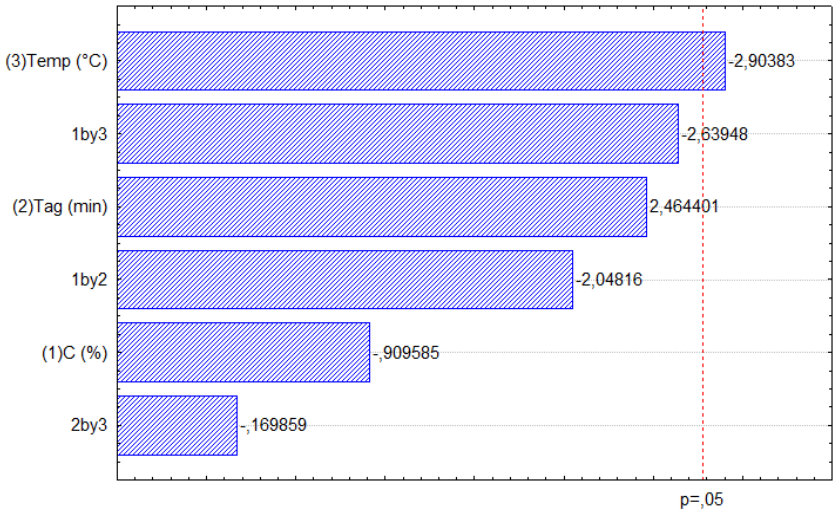
Pela análise estatística nenhuma das variáveis independentes e nem suas interações influenciaram na resposta do rendimento teórico, para um nível de confiança de 95% (Apêndice K).

O maior valor obtido para o índice de solubilidade em água (ISA) foi no experimento 3 (concentração de espumante 3%, tempo de agitação de 7 min, temperatura de 50 °C) com o valor de 57,34 ± 0,56 e o menor valor obtido foi no experimento 6 (concentração de 7%, tempo de agitação de 3 min, temperatura de 70 °C) com o valor de 28,61 ± 0,07. Para o pó obtido por liofilização o valor de ISA obtido foi de 36,83 ± 0,47, valor esse que fica na faixa dos obtidos pela secagem em camada de espuma.

Lima (2020) ao fazer a análise do ISA para o pó da folha do noni (*Morinda citrifolia* L.), obteve valores entre 31,62 ± 0,77 e 45,68 ± 7,25. Na análise do ISA para o pó da folha da graviola (*Annona muricata* L.) feito por Oliveira (2018), os valores obtidos foram de 41,77 ± 0,68 e 49,07 ± 1,27.

Pela análise estatística dos resultados obtidos (Figura 4.23) foi observado no que apenas a temperatura exerce influência no índice de solubilidade em água, para o intervalo de confiança de 95%. Essa influência tem um sinal negativo, ou seja, quanto maior for a temperatura menor será o índice de solubilidade em água do pó da folha da amoreira negra.

Figura 4.24 – Diagrama de Pareto para o índice de solubilidade em água do pó da folha da amoreira negra.



4.4.2 Análises físico-químicas dos pós

Na Tabela 4.12 estão dispostos os valores das atividades de água (aw), das cinzas, dos lipídeos e do pH dos pós da folha da amoreira negra obtidos na secagem em camada de espuma.

A atividade de água mede a disponibilidade da água presente no alimento e alto teor de água livre facilita a proliferação de microrganismos e fungos. De acordo com Celestino (2010), na faixa de 0 a 0,3 não há proliferação alguma de microrganismo, na faixa de 0,3 a 0,6 pode haver um pequeno crescimento e acima de 0,6 o crescimento é mais rápido pois a agua livre serve de substrato para os microrganismos.

Tabela 4.12 – Resultados para atividades de água (aw), cinzas, lipídeos e pH dos pós da folha de amoreira negra.

Exp.	C (%)	tag (min)	T (°C)	aw	Cinzas (%)	Lipídeos (%)	pH
1	3,0 (-1)	3,0 (-1)	50 (-1)	0,320 ± 0,01	12,90 ± 0,13	4,45 ± 0,05	6,10 ± 0,06
2	7,0 (1)	3,0 (-1)	50 (-1)	0,247 ± 0,01	11,04 ± 0,08	9,18 ± 0,36	6,81 ± 0,06
3	3,0 (-1)	7,0 (1)	50 (-1)	0,249 ± 0,01	9,48 ± 0,05	5,08 ± 0,11	6,95 ± 0,03
4	7,0 (1)	7,0 (1)	50 (-1)	0,261 ± 0,01	9,60 ± 0,18	9,28 ± 0,27	6,42 ± 0,10
5	3,0 (-1)	3,0 (-1)	70 (1)	0,253 ± 0,03	11,12 ± 0,04	7,03 ± 0,45	6,10 ± 0,34
6	7,0 (1)	3,0 (-1)	70 (1)	0,156 ± 0,05	9,29 ± 0,18	12,85 ± 0,41	6,06 ± 0,05
7	3,0 (-1)	7,0 (1)	70 (1)	0,234 ± 0,02	9,33 ± 0,10	4,18 ± 0,44	6,70 ± 0,04
8	7,0 (1)	7,0 (1)	70 (1)	0,189 ± 0,03	9,70 ± 0,09	12,43 ± 1,56	6,14 ± 0,06
9	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	0,242 ± 0,01	12,03 ± 0,13	8,06 ± 0,19	6,94 ± 0,05
10	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	0,247 ± 0,01	10,30 ± 0,28	8,76 ± 0,13	6,63 ± 0,06
11	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	0,241 ± 0,01	9,66 ± 0,05	9,02 ± 0,20	6,20 ± 0,03
CLV				0,445 ± 0,04	13,61 ± 0,37		8,2 ± 0,03

C - Concentração;; tag– tempo de agitação T – temperatura; CLV – composto vegetal da folha da amoreira negra liofilizado

Pela Tabela 4.12 foi observado que a atividade de água medida dos pós obtidos pela secagem em camada de espuma não apresentou variação entre os experimentos, com exceção dos experimentos 1 (0,320±0,01), 6 (0,156 ± 0,05) e 8 (0,189±0,03). Os valores encontrados para a atividade de água dos pós da amoreira negra obtidos pela

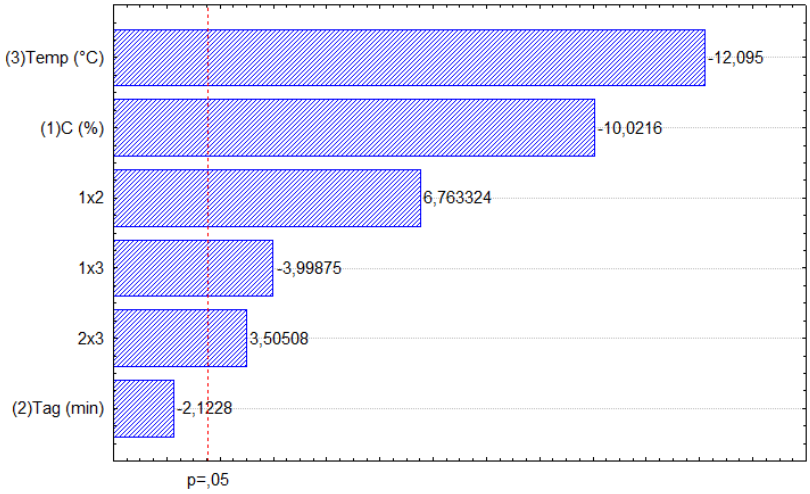
secagem em camada de espuma estão na faixa de atividade onde não ocorre nenhuma proliferação de microrganismos, com exceção da exceção do experimento 1.

O valor obtido para atividade de água do pó liofilizado (Tabela 4.10) foi de 0,445; esse valor está na faixa de atividade em que pode haver pequeno crescimento de microrganismos.

Pela análise estatística foi observado na Figura 4.25 que as variáveis temperatura (3), concentração do espumante (1), a interação entre a concentração do espumante (1) e o tempo de agitação (2), a interação entre a concentração do espumante (1) e a temperatura (3) e a interação entre o tempo de agitação (2) e a temperatura (3) afetaram de forma significativa a atividade de água do pó da folha da amoreira negra obtido pela secagem em camada de espuma, para o intervalo de confiança de 95%.

Também foi observado que a temperatura, a concentração do espumante apresentaram uma maior influência com um sinal negativo, ou seja, quanto maiores forem seus valores menor será a atividade de água.

Figura 4.25 – Diagrama de Pareto para a atividade de água do pó da folha da amoreira negra.



Logo, as atividades de água do pó da folha de amoreira negra obtiveram valores satisfatórios, pois ficaram na faixa onde não há a proliferação de microrganismos e valores próximos aos que são encontrados na literatura (SILVA, 2020; OLIVEIRA, 2018)

O maior valor do teor de cinzas foi no experimento 1 (concentração de 3%, tempo de agitação de 3 min, temperatura de 50 °C) no valor de 12,90 ± 0,13 e o menor valor no experimento 6 (concentração de 7%, tempo de agitação de 3 min, temperatura

de 70 °C), com um valor de 9,29 ± 0,18, assim, quanto menor for a concentração do espumante, maior será o teor de cinzas. Para o pó obtido por liofilização o teor de cinzas foi de 13,61 ± 0,37, um valor próximo aos obtidos por secagem em camada de espuma.

Guizzo et al. (2015), no estudo sobre o controle de qualidade das folhas de *Morus nigra* L, em secador de leito fixo,) obteve um valor de 9,93 ± 0,04, que fica muito próximo aos obtidos pelo método de secagem em camada de espuma.

Pela análise estatística, nenhuma das variáveis independentes e nem suas interações apresentaram influência sobre o percentual de cinzas, para um intervalo de confiança de 95% (Apêndice L).

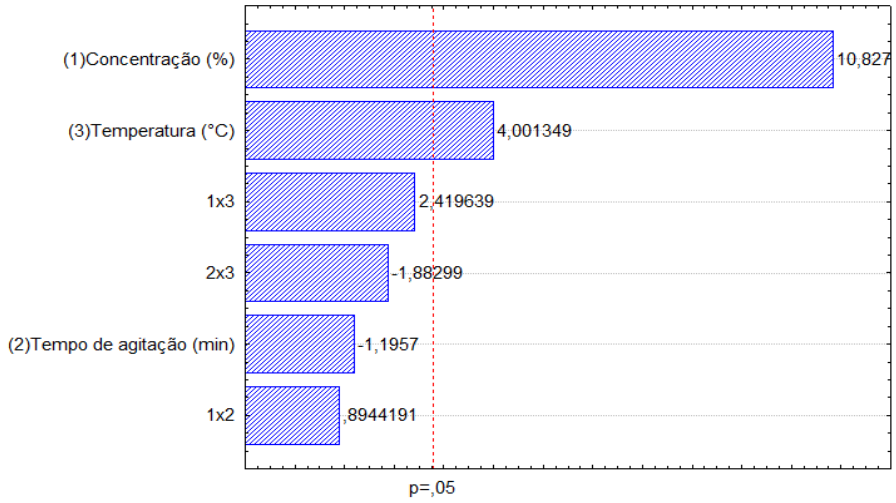
Para teor de lipídeos (Tabela 4.12) se tem que o maior valor foi de 12,85% ± 0,41 para o experimento 6 (concentração de 7%, tempo de agitação de 3 min, temperatura de 70 °C) e o menor valor foi de 4,18% ± 0,44 para o experimento 7 (concentração de 3%, tempo de agitação de 7 min, temperatura de 70 °C); assim, foi observado que quanto maior a concentração de espumante maior é o teor de lipídeos. Para o pó obtido através da liofilização o valor encontrado foi de 3,52 ± 0,52, valor esse próximo aos encontrados nos pós obtidos na secagem em camada de espuma usando concentração mínima do espumante.

Xavier et al (2019), para a folha da amoreira negra *in natura*, obteve teor de lipídeos de 5,36% ± 0,59.

Logo, foi observado que a adição do agente espumante aumenta a quantidade de lipídeos presente na amostra.

Pela análise estatística (Figura 4.25) foi observado que as variáveis concentração do espumante e temperatura exerceram influência sobre a variável do teor de lipídeos, as duas apresentaram uma influência com o sinal positivo, para um intervalo de confiança de 95%, ou seja, quanto maior a concentração do espumante e temperatura, maior será o teor de lipídeos encontrado.

Figura 4.25 – Diagrama de Pareto para o teor de lipídeos dos pós da folha da amoreira negra.



O pH é um fator fundamental na limitação dos microrganismos de se desenvolverem nos alimentos, quanto mais ácido for o alimento, menor será a capacidade de reprodução dos microrganismos (HOFFMANN, 2001).

Pela Tabela 4.12 foi observado que o valor de pH teve pequena variação (6,10 a 6,95) entre os experimentos, apresentando um caráter levemente ácido. O pH do pó obtido por liofilização, Tabela 4.11, foi de 8,2 que é maior do que os encontrados nos pós obtidos pela secagem em camada de espuma.

Guizzo et al. (2015) obtiveram valor de pH de 6,73 ± 0,01, valor que está na faixa do encontrado nos pós obtidos por meio da secagem em camada de espuma.

Pela análise estatística foi observado que nenhuma variável e nem suas interações foram significativas para o pH do pó da folha da amoreira negra para o intervalo de confiança de 95% (Apêndice M).

Na Tabela 4.13 estão dispostos os valores dos sólidos solúveis totais (SST), da acidez total titulável (ATT), das proteínas e das umidades dos pós da folha da amoreira negra obtidos na secagem em camada de espuma.

Tabela 4.13 – Resultados para sólidos solúveis totais (SST), acidez total titulável (ATT), proteínas e umidades dos pós da folha de amoreira negra.

Exp.	C (%)	Tag (min)	T (°C)	SST (°Brix)	ATT (g de ácido cítrico/100g)	Proteínas (%)	Umidade (b.s)
1	3,0 (-1)	3,0 (-1)	50 (-1)	32 ± 0,02	0,77 ± 0,39	19,76 ± 1,00	6,36 ± 0,16

2	7,0 (1)	3,0 (-1)	50 (-1)	28 ± 0,02	1,07 ± 0,11	18,96 ± 0,28	9,20 ± 0,29
3	3,0 (-1)	7,0 (1)	50 (-1)	32 ± 0,04	1,38 ± 0,11	19,96 ± 0,80	5,84 ± 0,18
4	7,0 (1)	7,0 (1)	50 (-1)	28 ± 0,05	0,84 ± 0,02	15,57 ± 029	7,29 ± 0,16
5	3,0 (-1)	3,0 (-1)	70 (1)	30 ± 0,05	1,24 ± 0,05	20,90 ± 049	5,56 ± 0,21
6	7,0 (1)	3,0 (-1)	70 (1)	26 ± 0,04	1,25 ± 0,02	18,09 ± 045	7,61 ± 0,50
7	3,0 (-1)	7,0 (1)	70 (1)	30 ± 0,03	0,83 ± 0,05	21,26 ± 041	4,91 ± 0,12
8	7,0 (1)	7,0 (1)	70 (1)	29 ± 0,02	0,95 ± 0,06	17,98 ± 082	5,24 ± 0,23
9	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	28 ± 0,04	0,64 ± 0,08	21,75 ± 044	5,90 ± 0,18
10	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	29 ± 0,04	0,90 ± 0,05	-	5,22 ± 0,12
11	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	29 ± 0,05	1,21 ± 0,05	-	5,15 ± 0,33
CLV				30 ± 0,01	0,63 ± 0,05	19,64 ± 0,68	4,98 ± 0,28

C - concentração; tag– tempo de agitação T – temperatura; CLV – composto vegetal da folha da amoreira negra liofilizado

Para os sólidos solúveis totais foi observado que o maior valor encontrado foi de 32 °Brix ± 0,04 para os experimentos 1 e 3, e o menor valor foi de 26 °Brix ± 0,04 para o experimento 6. Para o pó obtido por liofilização, o valor encontrado foi de 30 ± 0,01.

Para a folha da amoreira negra *in natura*, Xavier et al. (2019) obtiveram um valor de 28 °Brix ± 0,1, valor dentro faixa dos valores encontrados para o pó obtido através da secagem em camada de espuma. Silva (2020) obteve valores inferiores ao fazer a análise do SST no pó das folhas do guajiru obtidos por secagem em camada de espuma, valores entre 12 °Brix ± 0,01 e 16 °Brix ± 0,0. Já para os pós da folha da graviola os valores de SST foram superiores aos encontrados no pó da folha da amoreira negra, variando de 42,00 °Brix ± 1,41 a 46,67 °Brix ± 1,88 (OLIVEIRA, 2018).

Pela análise estatística, para um intervalo de confiança de 95%, foi observado que nenhuma das variáveis e nem suas interações foram significativas para SST (Apêndice N).

O ácido cítrico é importante, pois ele captura os radicais livres, chamada de propriedade antioxidante, que é importante para o organismo.

O maior valor de ATT encontrado foi de 1,38 g de ácido cítrico/100g ± 0,11 para o experimento 3 (3% de concentração, 7 min de agitação, 50 °C de temperatura) e o menor valor de 0,64 ± 0,08 para o experimento 9 (5% de concentração, 5 min de agitação, 60 °C de temperatura). Para o pó liofilizado, Tabela 4.10, o valor encontrado foi de 0,63 g de ácido cítrico/100g ± 0,05.

Pela análise estatística foi observado que nenhuma das variáveis foram significativas para a acidez total titulável do pó da folha da amoreira negra, para um intervalo de confiança de 95%, (Apêndice O).

Para a análise de proteínas, o maior valor encontrado foi de 21,75% ± 0,44 para o experimento do ponto central 9 (5% de concentração do espumante, 5 min de agitação, 60 °C de temperatura) e o menor valor encontrado foi de 15,57% ± 0,29 para o experimento 4 (7% de concentração, 7 min de agitação, 50 °C de temperatura). Para o pó obtido por liofilização, o valor encontrado foi de 19,64 ± 0,68 valor esse que em comparação com os obtidos pelo método de secagem em camada de espuma são bem próximos.

O estudo de Kinupp e Barros (2008) sobre teores de proteína e minerais de espécies nativas, potenciais hortaliças e frutas, encontrou para a análise de proteínas da folha da amora-do-mato (*Rubus urticifolius Poir*) o valor de 8,05%.

Para a umidade, tem-se que o menor valor de encontrado foi de 4,91 (b.s) ± 0,12 para o experimento 7 (3% de concentração, 7 min de agitação, 70 °C de temperatura) e o maior valor de 9,20 (b.s) ± 0,29 para o experimento 2 (7% de concentração, 3 min de agitação, 50 °C de temperatura). Para o pó liofilizado, Tabela 4.10, o valor obtido foi de 4,98 (b.s) ± 0,28.

Guizzo et al. (2015) obtiveram valor de 7,00 (b.s) ± 0,17, valor dentro da faixa dos pós obtidos da folha da amoreira negra através da secagem em camada de espuma. Já Silva (2020) no estudo do pó das folhas de guajiru através da secagem em camada de espuma obteve valores entre 3,23 (b.s) ± 0,7 e 8,80 (b.s) ± 2,7.

Pela análise estatística, para o intervalo de confiança de 95%, nenhuma das variáveis independentes teve influência na variável resposta umidade do pó da folha da amoreira negra (Apêndice P).

Na Tabela 4.14 estão dispostos os valores dos carboidratos, ácido ascórbico dos pós da folha da amoreira negra obtidos na secagem em camada de espuma.

Tabela 4.14 – Resultados para carboidratos, ácido ascórbico e açúcares redutores totais (ART) dos pós da folha de amoreira negra.

Exp.	C (%)	Tag (min)	T (°C)	Carboidratos (%)	Ácido Ascórbico (g de ácido ascórbico/100g)
1	3,0 (-1)	3,0 (-1)	50 (-1)	56,70 ± 0,18	0,77 ± 0,39
2	7,0 (1)	3,0 (-1)	50 (-1)	51,59 ± 0,43	1,07 ± 0,11
3	3,0 (-1)	7,0 (1)	50 (-1)	60,06 ± 0,75	1,38 ± 0,11
4	7,0 (1)	7,0 (1)	50 (-1)	58,19 ± 0,78	0,84 ± 0,02
5	3,0 (-1)	3,0 (-1)	70 (1)	55,33 ± 1,11	1,24 ± 0,05
6	7,0 (1)	3,0 (-1)	70 (1)	51,67 ± 1,01	1,25 ± 0,02
7	3,0 (-1)	7,0 (1)	70 (1)	60,50 ± 0,08	0,83 ± 0,05
8	7,0 (1)	7,0 (1)	70 (1)	54,74 ± 0,63	0,95 ± 0,06
9	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	51,33 ± 0,16	0,64 ± 0,08
10	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)		0,90 ± 0,05
11	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)		1,21 ± 0,05
CVL				58,45 ± 0,28	

C - Concentração; tag– tempo de agitação T – temperatura; CVL – composto vegetal da folha da amoreira negra liofilizado

Carboidratos são utilizados como fonte de energia para o corpo e pela Tabela 4.14 foi observado que o maior valor de carboidratos (60,50% ± 0,08) foi encontrado no experimento 7 (3% de concentração, 7 min de agitação, 70 °C de temperatura) e o menor valor de 51,33 ± 0,16 no experimento 9 (5% de concentração, 5 min de agitação, 60 °C de temperatura). Para o pó da folha da amoreira negra obtido por liofilização, Tabela 4.10, o valor encontrado foi de 58,45 ± 0,28.

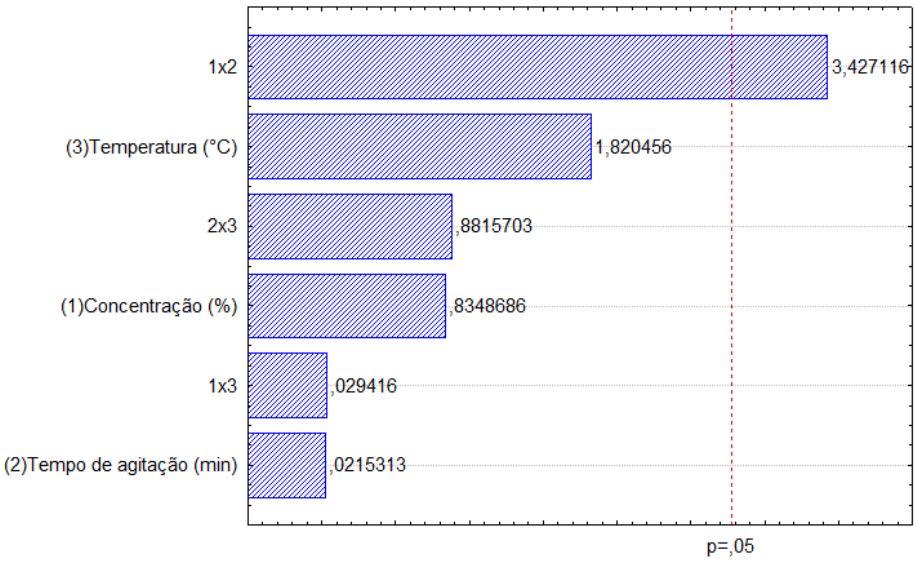
Srivastava (2006) nos diz que para folhas secas os teores de carboidratos variam até 30% se a equação utilizada levar em consideração o teor de fibras das amostras, porém se for utilizada a equação da diferença, como a utilizada neste trabalho, o teor de carboidratos pode chegar até 60%, valores que foram obtidos nos resultados das análises para os pós obtido por secagem em camada de espuma e por liofilização.

Pelos resultados do ácido ascórbico foi observado que os valores variaram entre 0,5644 g de ácido ascórbico/100g ± 0,08 e 1,1385 g de ácido ascórbico/100g ± 0,08.

Lima (2020) obteve valores de ácido ascórbico para o pó a folha do noni próximos aos encontrados para o pó da folha da amoreira negra, na faixa de 0,78 g de ácido ascórbico ± 0,25 a 1,13 g de ácido ascórbico ± 0,06

Para saber qual variável independente influenciou no ácido ascórbico foi feita uma análise estatística (Figura 4.26) e foi observado que, para o intervalo de confiança de 95%, somente a interação entre a concentração do espumante (1) e o tempo de agitação (2) teve uma influência positiva na variável de resposta, ou seja, quanto maior for a interação entre os dois, maior será a quantidade de ácido ascórbico presente na amostra.

Figura 4.26 - Diagrama de Pareto para o ácido ascórbico dos pós da folha de amoreira negra.



4.4.3 Análises químicas dos pós

Na Tabela 4.15 estão dispostos os valores obtidos para a análise de clorofila (mg/ 100g) dos pós da folha de amoreira negra obtidos na secagem em camada de espuma.

Tabela 4.15 – Resultados da clorofila a, b e total do pó obtido pela secagem em camada de espuma da folha da amoreira negra.

Exp.	C (%)	Tag (min)	T (°C)	Clorofila a (mg/100g)	Clorofila b (mg/100g)	Clorofila Total (mg/100g)

1	3,0 (-1)	3,0 (-1)	50 (-1)	173,56 ± 9,46	58,90 ± 3,54	232,12 ± 2,34
2	7,0 (1)	3,0 (-1)	50 (-1)	174,07 ± 6,80	58,39 ± 5,81	195,06 ± 2,35
3	3,0 (-1)	7,0 (1)	50 (-1)	200,43 ± 4,92	64,86 ± 3,11	267,43 ± 3,30
4	7,0 (1)	7,0 (1)	50 (-1)	172,60 ± 3,58	54,02 ± 3,48	226,49 ± 6,75
5	3,0 (-1)	3,0 (-1)	70 (1)	154,04 ± 1,96	48,57 ± 1,44	203,27 ± 2,14
6	7,0 (1)	3,0 (-1)	70 (1)	137,52 ± 3,62	29,36 ± 1,61	167,74 ± 2,14
7	3,0 (-1)	7,0 (1)	70 (1)	208,59 ± 3,34	74,77 ± 2,12	283,19 ± 5,86
8	7,0 (1)	7,0 (1)	70 (1)	134,00 ± 5,16	28,33 ± 2,11	158,67 ± 5,24
9	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	181,29 ± 4,14	60,15 ± 1,14	241,30 ± 5,21
10	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	166,44 ± 9,00	60,57 ± 2,88	226,88 ± 5,88
11	5,0 (0)	5,0 (0)	60 (0)	155,02 ± 2,54	60,19 ± 3,62	202,09 ± 4,88
CVL				212,73 ± 2,45	65,84 ± 3,16	282,32 ± 3,76

C – Concentração; tag– tempo de agitação; T – temperatura; CVL – composto vegetal da folha da amoreira negra liofilizado

A clorofila é rica em fitonutrientes que são muito importantes para a nossa saúde. A clorofila a é a clorofila mais abundante e é responsável pela coloração verde nas maiorias das folhas, a clorofila b é encontrada em menor quantidade e é responsável pela transferência de energia para a clorofila a. Já a clorofila total é a soma de todas as clorofilas. (SOUSA, 2015)

Na Tabela 4.15 pode ser observado que o maior valor encontrado para clorofila a é de 208 g/100g ± 3,34, para a clorofila total é de 283,19 g/100g ± 9,78 e para a clorofila b foi de 74,71 ± 2,12 todas para o experimento 7 (3% de concentração, 7 min de agitação, 70 °C de temperatura). Para o pó liofilizado os valores obtidos foram de 212,73 ± 2,45 para a clorofila a, 65,84 ± 3,16 para a clorofila b e 282,32 ± 3,76 para a clorofila total, valores esse pertencente a faixa dos encontrados para o pó obtido pela a secagem em camada de espuma.

Silva (2020) obteve como resultado para a análise da no estudo da secagem da folha do guajiru os valores de 149,55 ± 9,67 e 191,98 ± 11,10 mg/100g para a clorofila a e total no experimento 7 (3% de concentração, 7 min de agitação, 70 °C) e de 70,43 ± 3,53 mg/100g para a clorofila b no experimento 3 (3%, 3 min, 70 °C).

Para saber qual variável independente influenciou na análise de clorofila foi feita uma análise estatística e pode observado nas Figuras de 4.27 a 4.29 os diagramas de Pareto para a clorofila a, clorofila b e clorofila total, para o intervalo de confiança de 95%

Pela Figura 4.27 podemos observar que as ariáveis que influenciaram na clorifila a foram a concentração (1), a temperatura (3) e a interação entre a concentração (1) e o tempo de agitação (2), todas apresentaram influência negativa, ou seja, quanto maiores forem essas variáveis menores serão os valores de clorofila a obtidos.

Pela Figura 4.28 é possível ver que a concentração (1), a temperatura (3) e a interação entre a concentração (1) e a temperatura (3) são as variáveis que apresentaram influência sobre a resposta final da clorofila b, uma influência negativa, ou seja, quanto menores forem essas variáveis maiores serão os valores de clorofila b obtidos.

Já pela Figura 4.28 podemos observar que apenas a concentração (1) exerce uma influência negativa sobre a resposta final da clorofila total, ou seja, quanto maior for a concentração de espumante menor será o valor de clorofila total encontrado.

Figura 4.27 - Diagrama de Pareto para a clorofila a dos pós da folha de amoreira negra.

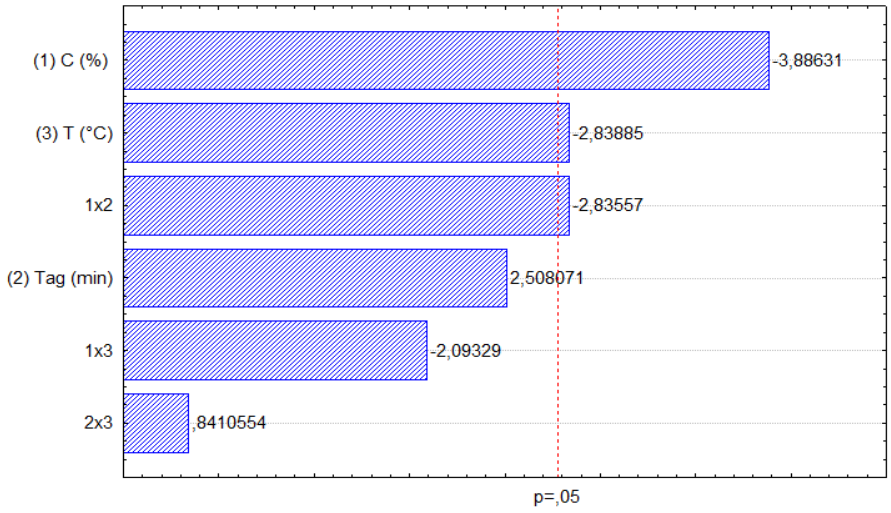


Figura 4.28 - Diagrama de Pareto para a clorofila b dos pós da folha de amoreira negra.

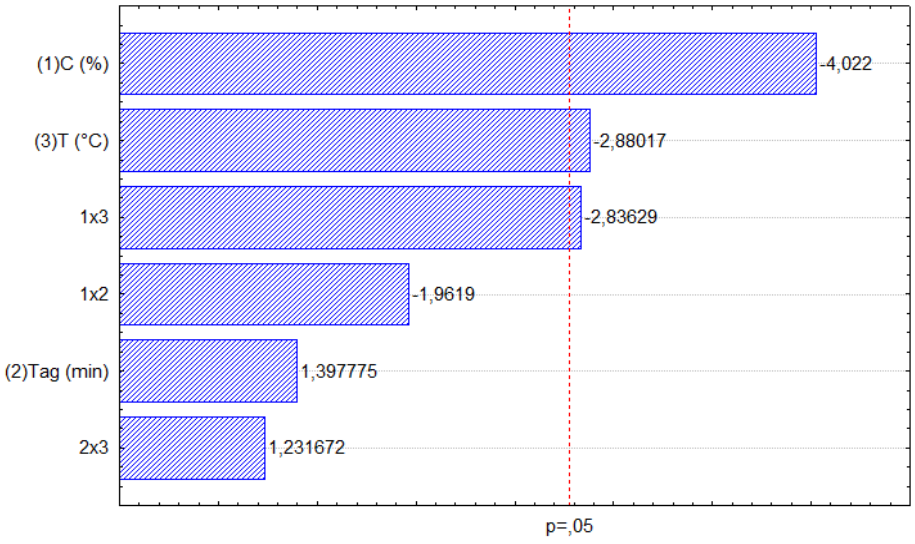
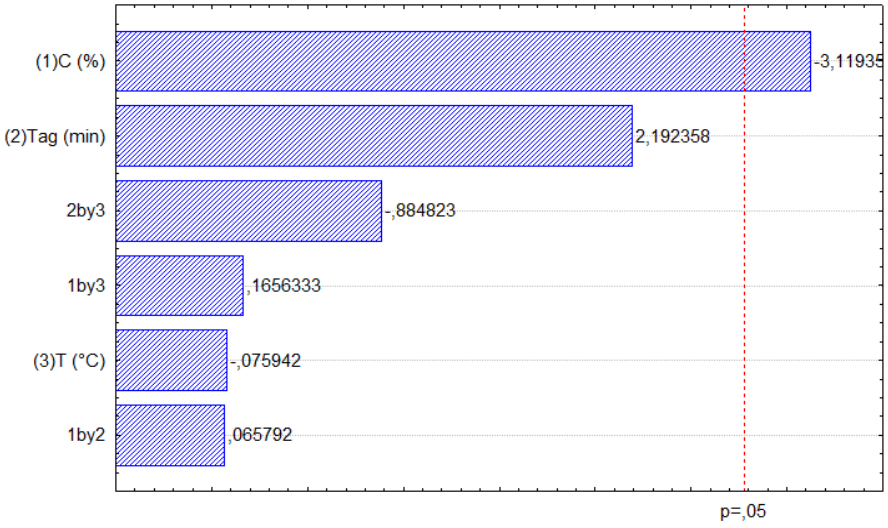


Figura 4.29 - Diagrama de Pareto para a clorofila total dos pós da folha de amoreira negra.



5 CONCLUSÃO

Para as análises físicas da espuma, estabilidade, densidade, capacidade de expansão e capacidade de incorporação, nenhuma das variáveis independentes (concentração do espumante, tempo de agitação e temperatura) apresentou influência significativa para um intervalo de confiança de 95%.

A variável independente que mais influenciou no tempo final de secagem foi a temperatura, para um intervalo de confiança de 95%, onde quanto maior a temperatura menor será o tempo de secagem. As curvas de cinética de secagem apresentaram um comportamento padrão com longos períodos de taxa constante e curtos períodos de taxa decrescente. O modelo que melhor se ajustou foi o de Page Modificado para as temperaturas de 50 °C e 60 °C e o modelo de Page para a temperatura de 70 °C. O melhor ajuste foi para os dados experimentais obtidos na temperatura de 50 °C e 60 °C.

Para os pós obtidos foi possível verificar que o rendimento teórico médio foi 8%. Já para a solubilidade do pó em água o maior valor obtido foi de 57,34% para o experimento 3 (3%, 7 min, 50 °C). A atividade de água ficou dentro da faixa que não há a proliferação de microrganismo, sendo influenciada pelas variáveis de concentração do espumante, temperatura e as suas interações. No teor de cinzas o maior valor obtido foi de 12,90% para o experimento 1 (3%, 3 min, 50 °C).

Para o teor de lipídeos quanto maior for a concentração do espumante maior será a quantidade encontrada na amostra. O pH é levemente ácido variando de 6 a 6,9. Para o SST nenhuma variável foi significativa e seu maior valor foi de 38 °Brix. A ATT ficou entre os valores 0,64 e 1,38. O teor de proteínas e carboidratos obtiveram como maiores valores 21,75 e 60,50, respectivamente, ambos para o experimento 7 (3%, 7 min, 70 °C). A umidade variou de 4,91 (b.s) a 9,20 (b.s). O teor de carboidratos teve seu valor máximo de 60,50%. Para a análise de ácido ascórbico a variável independente que apresentou influencia foi a interação da concentração do espumante e do tempo de agitação, quanto maior for essa interação maior será a quantidade de ácido ascórbico presente na amostra.

Para a clorofila os experimentos com os maiores valores são o 3 (3%, 7 min, 50°C) para a clorofila a e o experimento 7 (3%, 7 min, 70°C) para a clorofila b e total.

Para a secagem da folha da amoreira negra em camada de espuma em larga escala recomenda-se as condições utilizadas no o experimento 7 (3%, 7 min, 70 °C), pois é o experimento que teve o menor tempo de secagem, usou a menor concentração

de espumante e apresentou quase os resultados próximos aos melhores para as análises do pó como clorofilas, solubilidade em água, teor de proteínas e sólidos solúveis totais.

Portanto, para a obtenção do pó da folha de amoreira negra a secagem em camada de espuma é um processo viável e preserva as características da folha da amoreira facilitando assim sua aplicação nas indústrias cosméticas, alimentícias e farmacêuticas.

REFERÊNCIAS

BARATA, L.E.S.; QUEIROZ, S.R.R. **Contribuição Efetiva do PADCT para o Aproveitamento Econômico Sustentável da Biodiversidade**. Campinas: MCT/ PADCT/ PGCT, 1995.

BERGO, P. L. S. **Padronização de extratos de folhas de amoreira com potencial fitoestrogênico para uso no tratamento dos sintomas do climatério.** 268 f. Tese (Doutorado em Química), Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2015.

BOEIRA, J. B.; STRINGARI, G. B.; LAURINDO, J. B. **Estudo da desidratação de pêssegos por tratamento osmótico e secagem**. Boletim de CEPPA, Curitiba, v. 25, p. 77-90, 2007.

BONFIM, K. S. **Secagem em camada de espuma da babosa para utilização em formulação cosmética**. 117 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2019.

BONSAI, My. **Amoreira-negra – Morus nigra**. 2019. Disponível em: https://mybonsai.com.br/blog/amoreira-negra-morus-nigra/. Acesso em: 27 nov. 2020.

BRASIL, Ministério da Saúde; ANVISA. **Monografia da espécie *morus nigra* L. (amoreira).** 2015. Disponível em: <http://portalarquivos2.saude.gov.br/images/pdf/2017/setembro/11/Monografia-Morus-nigra.pdf>. Acesso em: 25 ago. 2019.

BRASIL, Ministério da Saúde**.** Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução 26/2014 de 13 de maio de 2014. Dispõe sobre o Registro de medicamentos fitoterápicos e o registro e a notificação de produtos tradicionais fitoterápicos. Diário Oficial da União, Brasília, 13 de maio de 2014.

BRASIL. Resolução RDC nº 216, de 15 de setembro de 2004. Dispõe sobre Regulamento Técnico de Boas Práticas para Serviços de Alimentação. Órgão emissor: ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária.

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

CAVALCANTE, J. A. **Análise experimental da cinética de secagem da alga marinha *Sargassum* sp**.169 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003.

CELESTINO, S. M. C. 2010. **Princípios de Secagem de Alimentos**. 2010. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – EMBRAPA.

CINCOTTO, M. G. J. A. **Extrato de folhas de *Morus nigra* L.: prospecção de novo ativo e sua aplicação em produto cosmetodermatológico**. 2016. 52 f. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas) -Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2016.

CRUZ, W. F. **Obtenção de polpa de goiaba (*Psidium guajava* L.) em pó pelo método de secagem em camada de espuma**. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.

DANTAS, S. C. M. **Desidratação de polpas de frutas pelo método *foam-mat***. 100 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

ERCISLI, S.; ORHAN, E. Chemical composition of white (*Morus alba*), red (*Morus rubra*) and black (*Morus nigra*) mulberry fruits. **Food Chemistry**, v.103, p.1380-1384, 2007.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**; 2° Ed. Porto Alegre: Artmed, 2006. 602 p.

FEMENIA, A.; SASTRE-SERRANO, G.; SIMAL, S.; GARAU, M.C. VALERIA, S.; ROSSELLO, E. C. Effects of air-drying temperature on the cell walls of kiwifruit processed at different stages of ripening. LWT - **Food Science and Technology**, v. 42, n. 1. p. 106–112, 2009.

FONSECA, M.C.M. Epamig pesquisa, produção de Plantas Medicinais para Aplicação no SUS. Espaço para o produtor, Viçosa, 2012.

FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMP, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B. **Princípios das Operações Unitárias**. 2ª ed. 682p. Rio de Janeiro: LTC, 1982.

FRANCIS, F. J. **Encyclopedia of Food Science and Technology**. New York: John Wiley & Sons, 2000. 2816 p.

FRANCO, T. S. **Desidratação de suco de yacon pelo método de camada de espuma**. 192 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.

GONÇALVES, A. A. **Cinética de secagem das folhas de amora preta (*Morus nigra* L.)**. 2017. 35 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Ciências Agrarias) - Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados, 2017.

GRANDI, T. S. M. **Tratado das plantas medicinais: mineiras, nativas e cultivadas**. Belo Horizonte: Adaequatio Estúdio, 2014. Disponível em: <https://drive.google.com/file/d/0Bz_AcmCaAL9eTmxjVS1rNllSekE/view?pref=2&pli=1>. Acesso em: 26 ago. 2019.

GUIZZO, P. L; BREDDA, T. C. C.; SCARPA, M. V. C.; NAVARRO, F. F. Controle de qualidade e triagem fitoquímica da droga vegetal das folhas de *Morus nigra* L. (Moraceae). **Rev Ciênc Farm Básica Apl.**, v. 36, n. 2, p. 259-265, 2015.

HOFFMANN, Fernando Leite. Fatores limitantes à proliferação de microorganismos em alimentos. **Brasil Alimentos**, São José do Rio Preto, v. 1, n. 9, p. 23-30, 2001.

IAL. Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análise de alimentos. 1 ed. online. São Paulo, 1020 p. 2008.

KARIM, A. A.; WAI, C. C. Foam-mat drying of starfruit (*Averrhoa carambola* L.) purée. Stability and air drying characteristics. **Food Chemistry**, p. 337-343, 1999.

KEEY, R. B. **Drying of loose and particule materials**. New York: Hemisphere Publishing Corporation, 1992.

KINUPP, V. F.; BARROS, I. B. I. de. Teores de proteína e minerais de espécies nativas, potenciais hortaliças e frutas. **Food Science And Technology**, Campinas - SP, v. 28, n. 4, p. 846-857, 2008.

Kjeldahl, J., **Neue Methods zur Bestimmung des Stickstoffs in Organischen Korpern**, *Z. Anal. Chemistry. 22*: 366–382 (1883).

LEITE, A. C. **Estudo da cinética de secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) da hortelã-da-folha-miúda (*Mentha crispa*)**. XX f. Dissertação (Mestre em Engenharia Química), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2018.

LICHTENTHALER, H. K. Chlorophylls and carotenoids: pigments of photosynthetic biomembranes. **Methods Enzymol**., v. 148, p. 350-381, 1987.

LIMA, Anna Caroline Feitosa. **Secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) da folha do noni** (*Morinda citrifolia* L.). 86 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2020.

MANGUEIRA, E. R. **Estudo da secagem em camada de espuma (foam-mat drying) do ovo de pata.** 112 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Química), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2018.

MARQUES, G. M. R. **Secagem de caldo de cana em leito de espuma e avaliação sensorial do produto.** 84 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos), Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, 2009.

MENEZES, M. L.; STRÖHER, A. P.; PEREIRA, N. C.; BARROS, S.li T. D. Análise da cinética e ajustes de modelos matemáticos aos dados de secagem do bagaço do maracujá-amarelo. **Engevista**, v. 15, n. 2, p. 176-186, 2013.

MIRANDA, M A.; VIEIRA, G. D. V.; ALVES, M. S.; YAMAMOTO, C. H.; PINHO, J. J. R. G.; SOUSA, O. V. Uso etnomedicinal do chá de Morus nigra L. no tratamento dos sintomas do climatério de mulheres de Muriaé, Minas Gerais, Brasil. **Hu Revista**, Juiz de Fora - Mg, v. 36, n. 1, p. 61-68, 2010.

MIRANDA, M.; MAUREIRA, H.; RODRIGUEZ, K.; VEGA-GÁLVEZ, A. Influence of temperature on the drying kinetics, physicochemical properties, and antioxidant

capacity of *Aloe Vera* (*Aloe Barbadensis* Miller) gel. **Journal of Food Engineering**, v. 91, n. 2, p. 297 - 304, 2009.

NEGREIROS, J. K. **Estudo da cinética de secagem da gema do ovo de granja em camada de espuma (*foam-mat drying*) e a caracterização do produto obtido**. 66 p. Monografia (Bacharel em Engenharia Química), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016.

NEGREIROS, J. K. S. **Secagem em camada de espuma do suco da romã, composto por sua polpa e casca**. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2019.

NOMURA, T. Phenolic compounds of the mulberry tree and related plants. **Progress in the chemistry of organic natural products**, v. 53, p. 87, 1988.

OLIVEIRA, M. A.; FARIA, M. B.; ANDRADE, W. M.; FERNANDES, C. K. C. Avaliação da estabilidade e atividade antifúngica de formulações de xampu anticaspa contendo piritionato de zinco e a influência da adição de extratos vegetais. **Revista Eletrônica Faculdade Montes Belos**, v. 6, n. 1, 2013.

OLIVEIRA, B. F. **Secagem da folha da graviola (*Annona muricata* Linn) pelo método de camada de espuma (*Foam-mat drying*)**. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2018.

OLIVEIRA, B. F.; NEGREIROS, J. K. S.; BONFIN, K. S.; CAVALCANTE, J. A.; PINTO, M. F.; COSTA, N. A. Modelagem matemática da cinética de secagem em camada de espuma da folha da gravioleira (Annona muricataLinn) e caracterização do pó obtido. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 4, 2020.

PADILHA, Marina de Mesquita. **Estudo farmacognóstico, fitoquímico e farmacológico das folhas de Morus nigra L. (amoreira-preta)**. 2009. 65 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências Farmacêuticas, Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Alfenas, Alfenas - Mg, 2009.

PACHECO, C. R. F. **Conceitos básicos de Secagem**. São Paulo, Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2010.

REZENDE, H. A.; COCCO, M. I. M. A. Utilização de fitoterapia no cotidiano de uma população rural. **Rev Esc Enferm**, v. 36, n. 3, p. 282-288, 2002.

RODRIGUES, T. S.; GUIMARÃES, S. F.; RODRIGUES-DAS-DÔRES, R. G.; GABRIEL, J. V. Métodos de secagem e rendimento dos extratos de folhas de *Plectranthus barbatus* (boldo-da-terra) e *Plectranthus ornatus* (boldo-miúdo). **Revista Brasileira Plantas Medicinais**, v.13, n. especial, p.587-590, 2011.

SILVA, R. N. G.; FIGUEIRÊDO, R. M. F; QUEIROZ, A. J. M.; GALDINO, P. O. Armazenamento de umbu-cajá em pó. **Revista Ciência Rural**, n. 5, v. 35, 2005.

SILVA; A. S.; GURJÃO, K. C. O.; ALMEIDA, F. A. C.; BRUNO, R. L. A.; PEREIRA, W. E. Desidratação da polpa de tamarindo pelo método de camada de espuma. **Ciênc. agrotec**., v. 32, n. 6, p. 1899-1905, 2008.

SILVA, E. S.; OLIVEIRA, J.; MACHADO, A. V.; COSTA, R. O. Secagem de Grãos e Frutas: Revisão Bibliográfica. **Revista Brasileira de Agrotecnologia**, Garanhuns – Pe, v. 5, n. 1, p. 19-23, 2015

SILVA, Pollyanna Cristina Gomes e. **Secagem da folha de guajiru (*Chrysobalanus icaco* L.) pelo método de camada de espuma (foam-mat drying)**. 91 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Quimica), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2020.

STRUMILLO, C., KUDRA, T. Drying: principies, applications and design. New York: **Gordon and Breach Science Publishers**, 1986, 280 p.

TAKASUGI, M. et al. Structure of moracin A and B, new phytoalexins from diseased mulberry. **Tetrahedron Lett**, v.19, p. 797 -798, 1978.

TAKAYANAGI, T. & YOKOTSUKA, K. Relationship between sucrose accumulation and sucrose-metabolizng enzymes in developing grapes. **American Journal of Enology and Viticulture**. Davis, v. 48, n. 4, p. 403-407, 1997.

TELES, F. B.; RODRIGUES, I. C. B.; OLIVEIRA, M. H.; ZOTARELLI, M**. Secagem em leito de espuma de Hortelã Pimenta (***Mentha piperita* L**.)**. Anais do II Simpósio de Tecnologia e Ciência. Patos de Minas, MG. 2016.

TOSHIO F.; KIYOSHI K.; SUMIO T. 2005. **Antimicrobial activity of 2-arylbenzofurans from *Morus species* against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus***. *Fitoterapia 76*: 708-711.

VEIGA JUNIOR, V. F.; PINTO, A. C.; MACIEL, M. A. M. Plantas medicinais: cura segura? **Química Nova**, v. 28, n. 3, p.519-528, 2005.

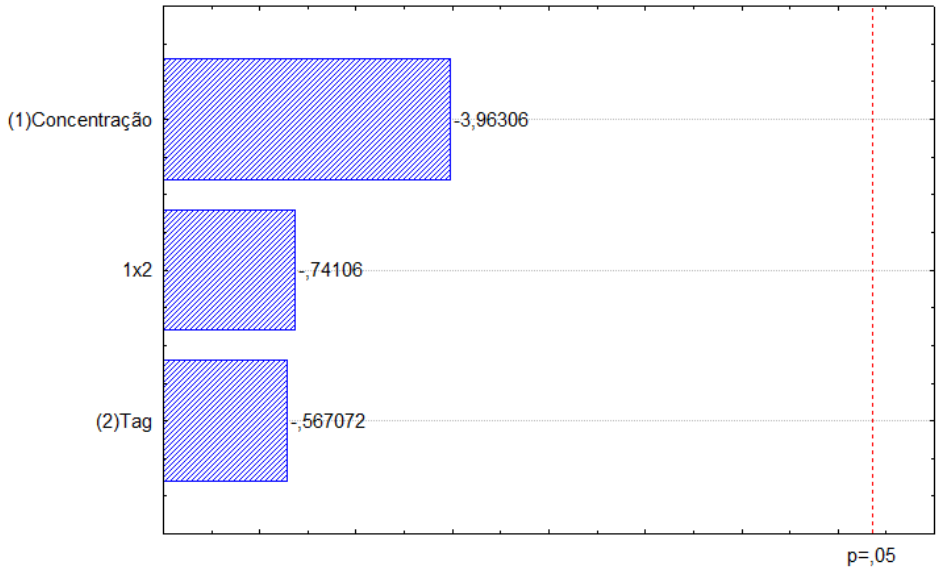
XAVIER, L. C. A.; SILVA, K. R. O.; BARBOSA, R. C.; SILVA, S. P. Caracterização físico-química de folha de amora (*Morus nigra* L.) com fins de desenvolvimento de produtos enriquecidos. **IV Congresso Internacional das Ciencias Agrarias**, p. 1-15, 2019.

WAUGHON, T. G.; PENA, R. Modelagem da secagem em camada delgada da fibra residual do abacaxi. **B. CEPPA**, v. 26, p. 297-306, 2008.

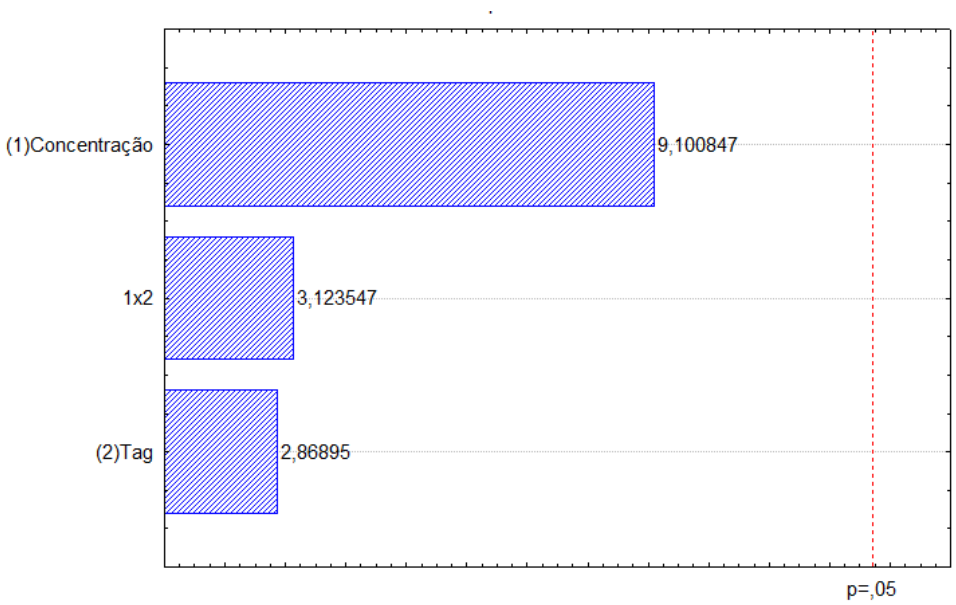
ZANOELO, E. F.; CELSO, G. M. D.; KASKANTZIS. Drying kinetics of mate leaves in a packed bed dryier. **Byosystems Engineering**, v.96, n.4, p.487- 494, 2007.

APÊNDICES

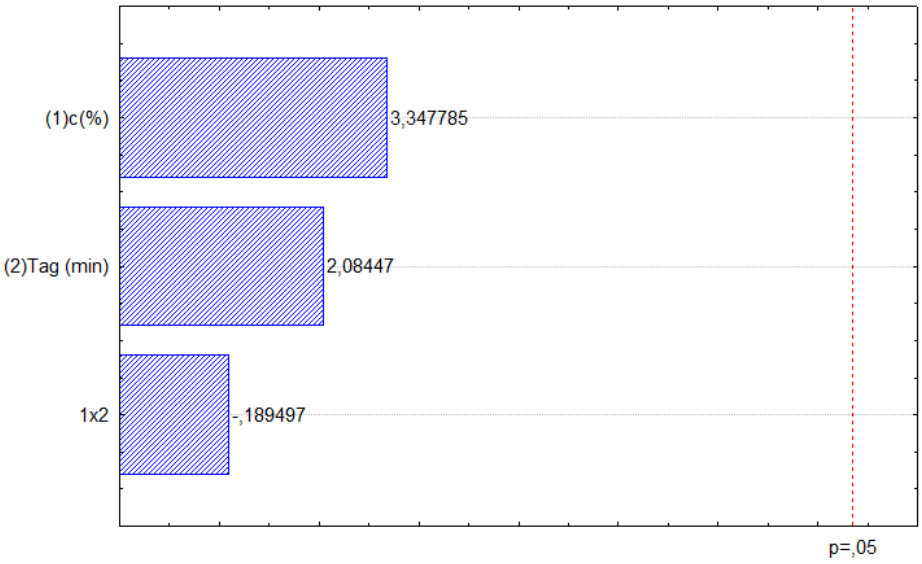
Apêndice A – Diagrama de Pareto para a densidade da espuma da folha de amoreira negra



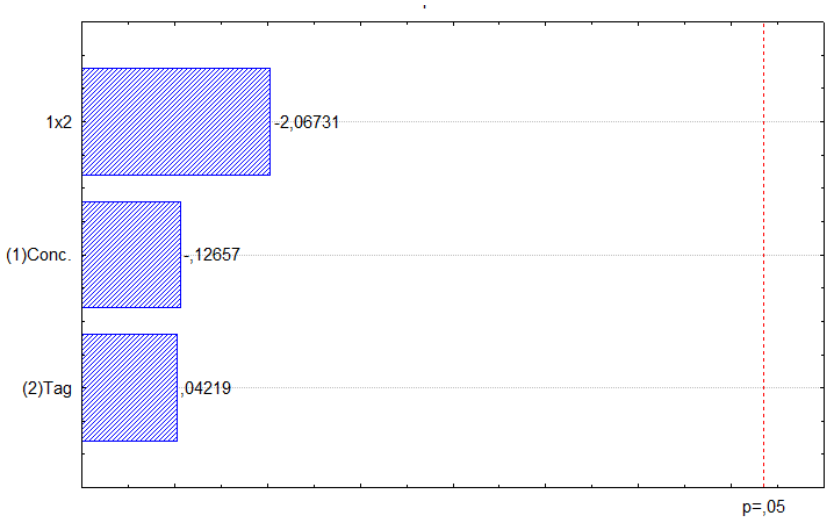
Apêndice B – Diagrama de Pareto para a capacidade de expansão da espuma da amoreira negra



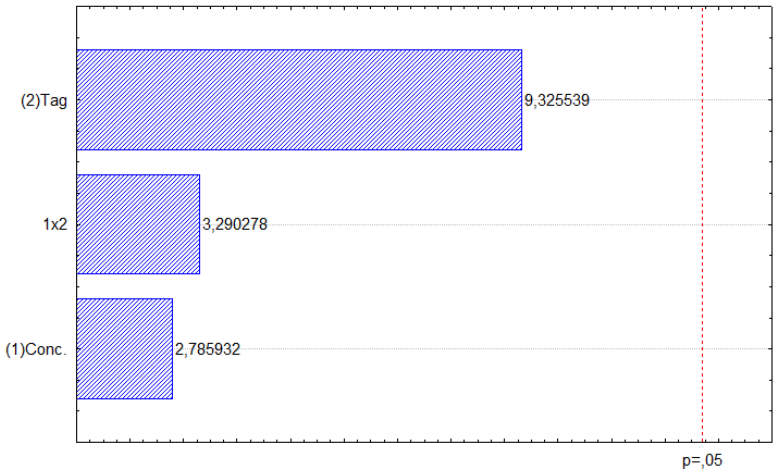
Apêndice C – Diagrama de Pareto para o over run da espuma da amoreira negra



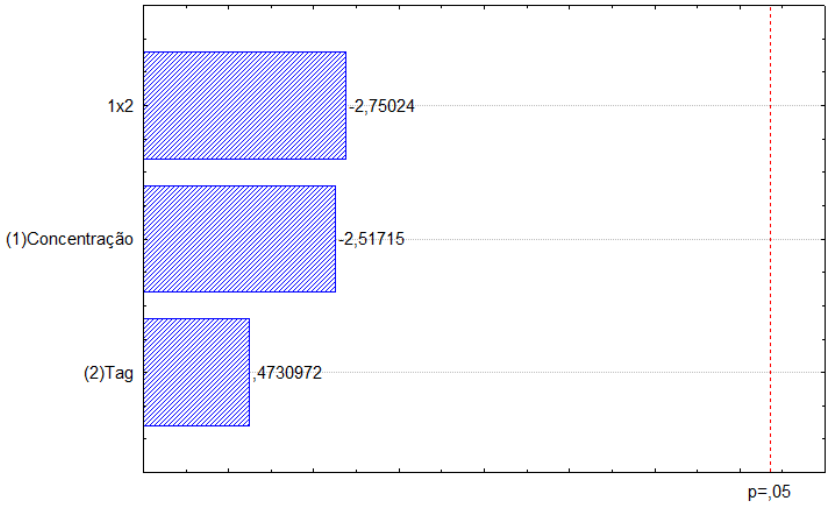
Apêndice D – Diagrama de Pareto para o pH da espuma da amoreira negra



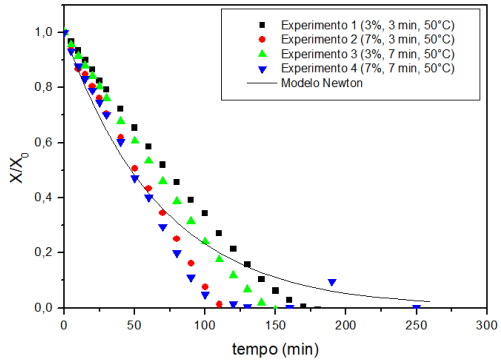
Apêndice E – Diagrama de Pareto para a acidez total titulavel da espuma da amoreira negra



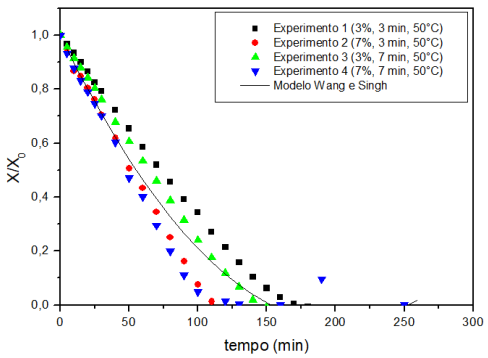
Apêndice F – Diagrama de Pareto para a umidade da espuma da folha da amoreira negra



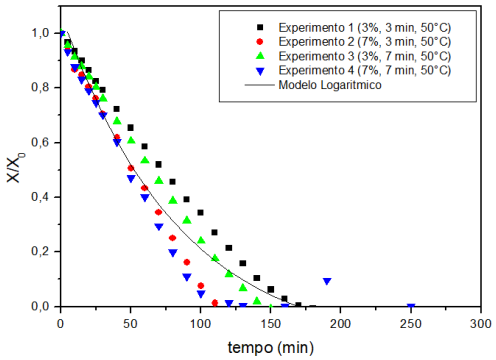
Apêndice G – Ajuste dos modelos de Newton (a), Wang e Singh (b) e Logaritmo (c) para a temperatura de 50°C.



(a)

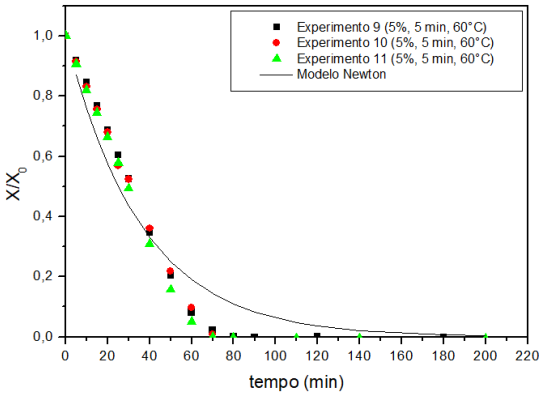


(b)

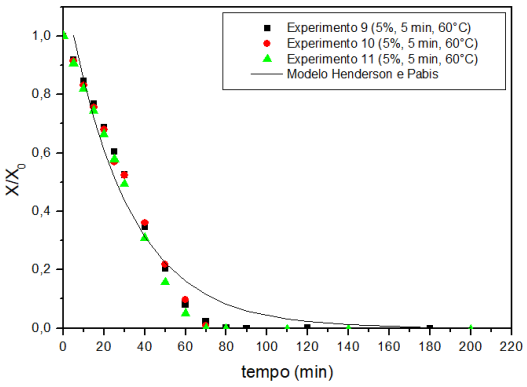


(c)

Apêndice H – Ajuste dos modelos de Newton (a), Henderon e Pabis (b), Wang e Sing (c) para a temperatura de 60°C.

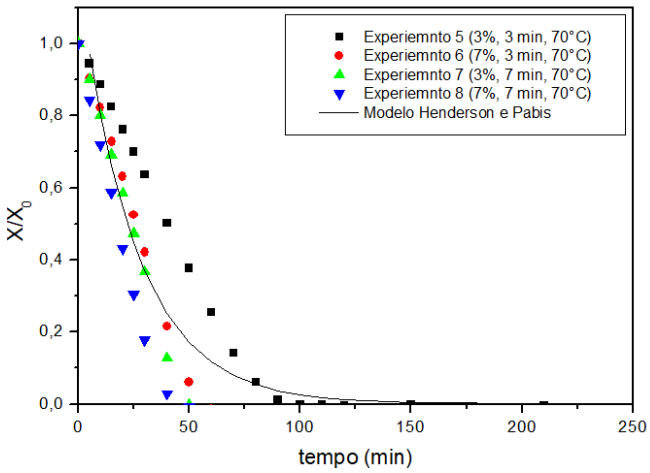


(a)

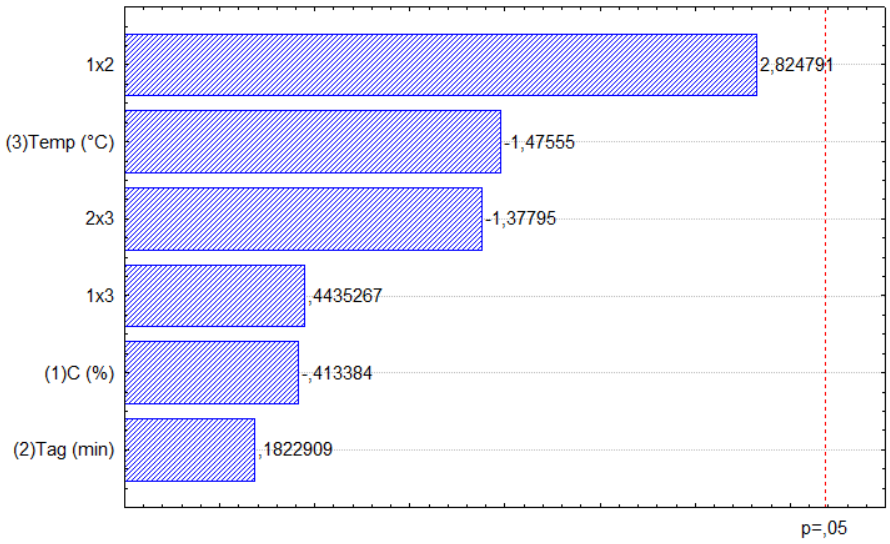


(b)

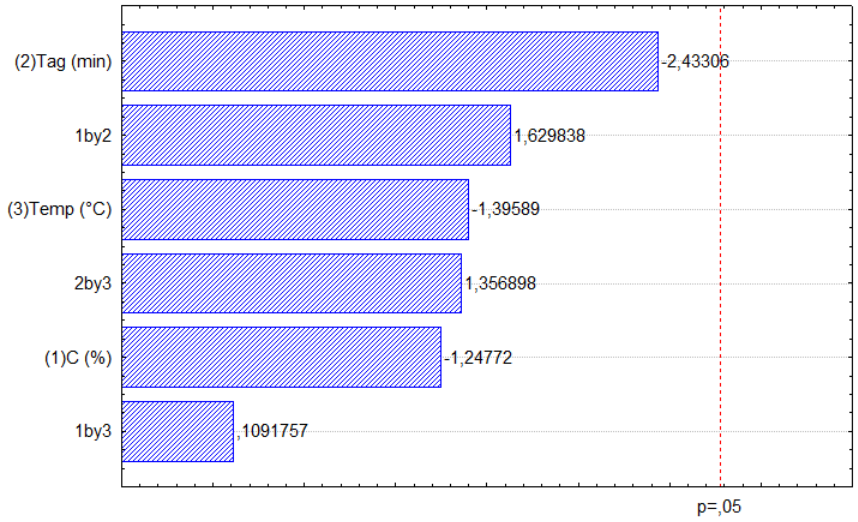
Apêndice I – Ajuste do modelo de Henderson e Pabis para a temperatura de 70°C.



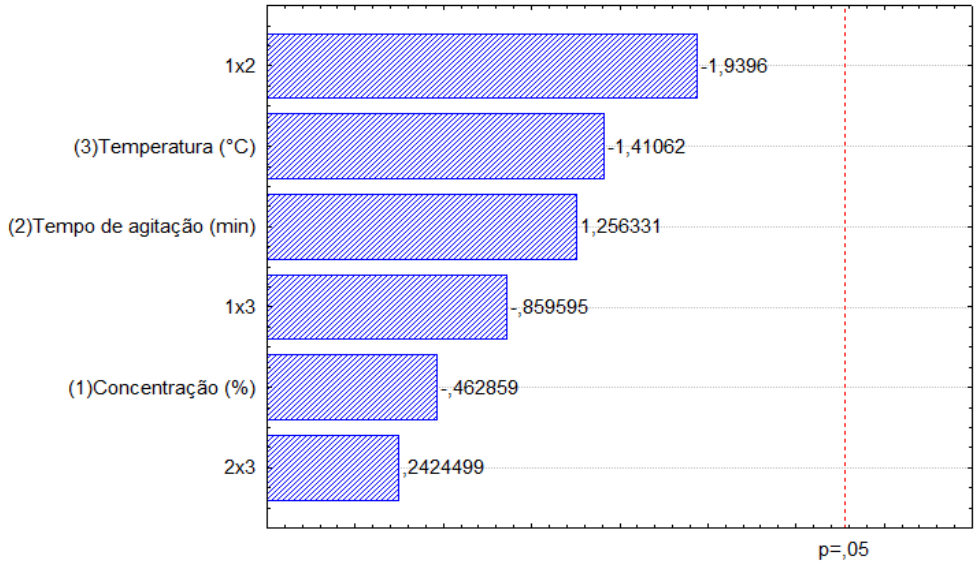
Apêndice J – diagrama de Pareto para o rendimento teórico do pó da folha da amoreira negra



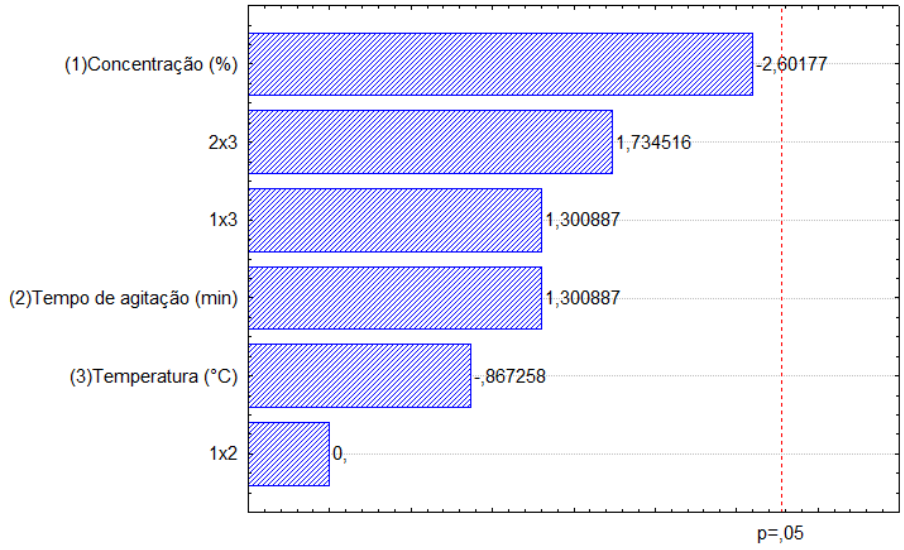
Apêndice L – diagrama de Pareto para o teor de cinzas do pó da folha da amoreira negra



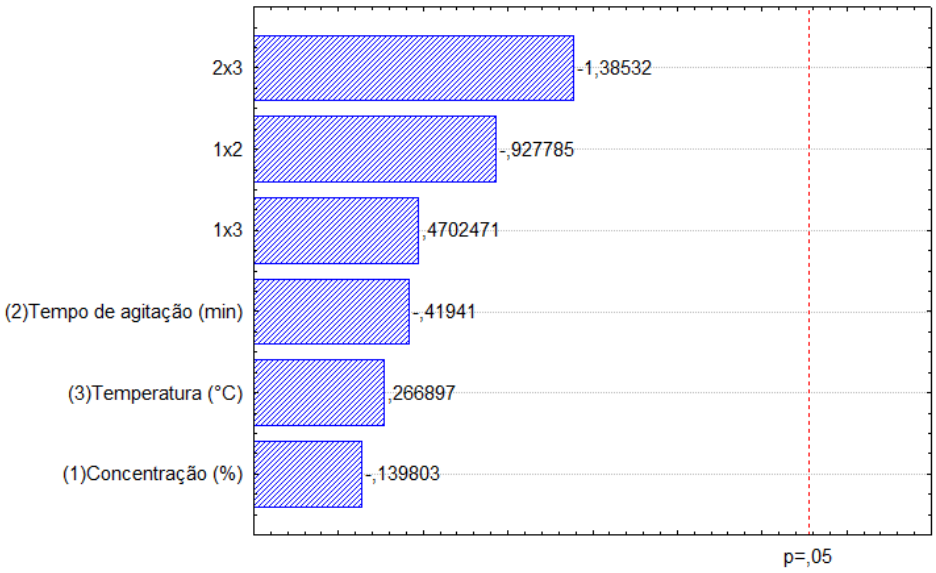
Apêndice M – diagrama de Pareto para o pH do pó da folha da amoreira negra



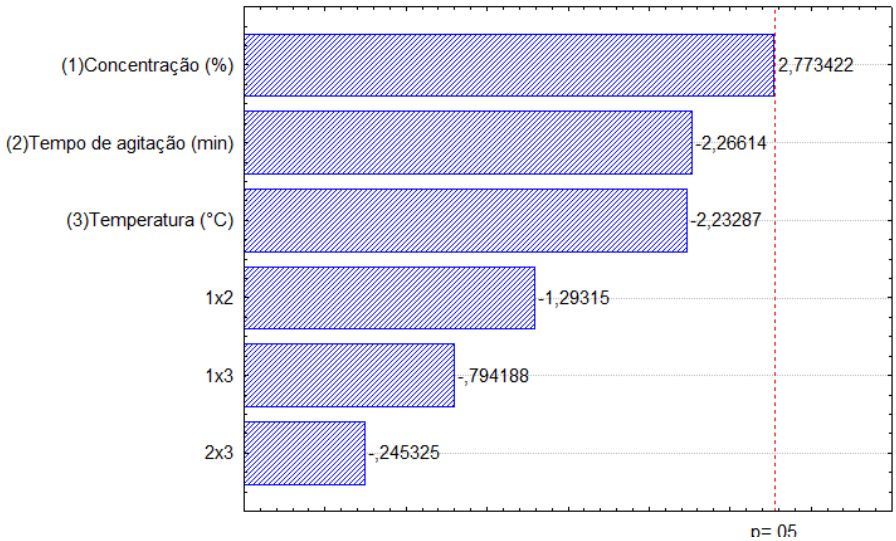
Apêndice N – diagrama de Pareto para o teor de sólido solúveis totais do pó da folha da amoreira negra



Apêndice O – diagrama de Pareto para a acidez total titulavel do pó da folha da amoreira negra



Apêndice P – diagrama de Pareto para a umidade em base seca do pó da folha da amoreira negra


(1)Concentração (%)
(2)Tempo de agitação (min)
(3)Temperatura (°C)
1x2
1x3
2x3
2,773422
-2,26614
-2,23287
-1,29315
-,794188
-,245325
p= 05