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

MARIANA FORTINI MOREIRA

SECAGEM DE RASPAS DA ENTRECASCA DO JUAZEIRO (*Ziziphus joazeiro Mart.*) EM CAMADA DE ESPUMA (*FOAM-MAT DRYING*)

JOÃO PESSOA – PB
2021

MARIANA FORTINI MOREIRA

SECAGEM DE RASPAS DA ENTRECASCA DO JUAZEIRO (*Ziziphus joazeiro* Mart.) EM CAMADA DE ESPUMA (*FOAM-MAT DRYING*)

JOÃO PESSOA – PB

2021

MARIANA FORTINI MOREIRA

SECAGEM DE RASPAS DA ENTRECASCA DO JUAZEIRO (*Ziziphus joazeiro* Mart.) EM 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

M838s Moreira, Mariana Fortini.
Secagem de raspas da entrecasca do juazeiro (Ziziphus joazeiro Mart.) em camada de espuma (foam-mat drying) / Mariana Fortini Moreira. - João Pessoa, 2021.
113 f. : il.

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

1. Saponinas. 2. Juazeiro - Rhamnaceae. 3. Estabilidade. 4. Solubilidade. I. Cavalcante, Josilene de Assis. II. Costa, Nagel Alves. III. Título.

UFPB/BC CDU 547.918(043)

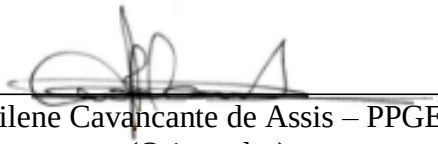
MARIANA FORTINI MOREIRA

SECAGEM DE RASPAS DA ENTRECASCA DO JUAZEIRO (*Ziziphus joazeiro*) EM 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 28 de junho de 2021.

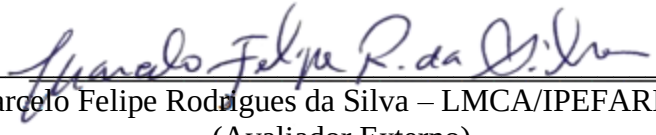
BANCA EXAMINADORA



Profa. Dra. Josilene Cavancante de Assis – PPGEQ/CT/UFPB
(Orientador)

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

Prof. Dr. Flávio Honorato da Silva – PPGEQ/CT/UFPB
(Examinador Interno)



Dr. Marcelo Felipe Rodrigues da Silva – LMCA/IPEFARM/UFPB
(Avaliador Externo)

Dedico esse trabalho primeiramente a Deus, por me conceder força e coragem para chegar até aqui. E aos meus pais, que são minha base, minha fonte de inspiração e minha força, que me incentivam e me apoiam incondicionalmente.

AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente a Deus pelo dom da vida, por ter me concedido saúde, e forças, para não desistir nos momentos de tribulação. Sem Ele, nada disso seria possível.

À minha mãe Maria José, por sempre ser o alicerce da nossa família, e ser um exemplo de mulher e mãe, que sempre me escutou e me aconselhou, ajudou, incentivou, que acompanhou todos esses anos da minha vida acadêmica de perto, acreditando sempre em mim. Que sempre se dedicou tanto a nossa família, pelo carinho, pelo amor.

Ao meu pai Lenilson, por ser um exemplo de homem batalhador, que apesar das dificuldades nunca se deixou acomodar, correndo sempre atrás dos seus objetivos. Que me ensina diariamente o valor do trabalho, da honestidade, humildade, és um exemplo para mim. Por toda a sua dedicação e batalha diária, para nos dar sempre o melhor.

Ao meu irmão Leonardo, pelo companheirismo e amizade, pelos desabafos e conversas, por sempre estar presente em todos os momentos.

Ao meu noivo Gerônimo Lucena, que nesses três anos juntos sempre me incentiva a não desistir, sempre está ao me lado me ajudando muito, me alegrando e tornando meus dias melhores.

A George pela imensa ajuda nas idas ao município Lucena buscar Juá, por tirar um período do seu tempo, deixando de lado o trabalho, sem nem questionar, minha gratidão.

Aos professores da Pós-Graduação em Engenharia Química/PPGEQ/UFPB, e especialmente, a professora Josilene de Assis Cavalcante, que além de ter sido professora, também foi uma grande educadora e orientadora, por toda amizade, carinho, paciência, e apoio, e todos os ensinamentos, durante essa caminhada.

Aos companheiros do laboratório de Secagem. Aos técnicos servidores que me ajudaram muito nas análises, Clediana e Rafael.

Agradeço a todos que direta e indiretamente me ajudaram na conclusão deste ciclo.

The flower that blooms in adversity
is the most rare and beautiful of all.

Mulan

RESUMO

O Juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) é uma planta pertencente à família das Rhamnaceae, característica da região semiárida do Nordeste, sendo o representante mais notável da Caatinga. É conhecido por diversos nomes como, juá, joazeiro, juazeiro, entre outros. Suas raspas possuem diversas aplicações, devido às suas propriedades saponáceas, pode substituir o sabão nos lugares onde a água é salobra e dura. É utilizada também na medicina popular, sendo o chá de suas raspas e folhas utilizados com fins medicinais. Como todas as plantas, é bastante perecível, e uma das formas de viabilizar sua conservação é a secagem; que trata de um processo no qual o calor é fornecido para um determinado material com a finalidade de evaporar o teor de umidade existente no interior ou na superfície do material. Dentro os vários métodos, tem-se a secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*). O objetivo desse trabalho é a obtenção do pó das raspas da entrecasca do juazeiro pela secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*). Foi realizada a caracterização do suco e da espuma através: da densidade, teor de sólidos solúveis totais, potencial hidrogeniônico, estabilidade, umidade e incorporação de ar. As cinéticas de secagem foram realizadas baseadas em um planejamento experimental fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais, onde as variáveis de entrada tempo de agitação, concentração de raspas da entrecasca na espuma e temperatura de secagem foram analisadas. A caracterização do produto final foi realizada através da determinação de: solubilidade em água, potencial hidrogeniônico, teor de sólidos solúveis totais, atividade de água, e rendimento teórico. A determinação de saponinas pelo método espectroscopia de RMN foi realizada, porém não foi encontrado sinais característicos de saponinas utilização do método de secagem nas raspas da entrecasca do juazeiro, apresentou bons resultados.

Palavras-chaves: estabilidade; solubilidade; saponinas;

ABSTRACT

The Juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) is a plant belonging to the Rhamnaceae family, characteristic of the semiarid region of the Northeast, being the most notable representative of the Caatinga. It is known by several names such as, juá, joazeiro, juazeiro, among others. Its zest has several applications, due to its soapy properties, it can replace soap in places where the water is brackish and hard. It is also used in folk medicine, and the tea from its shavings and leaves is used for medicinal purposes. Like all plants, it is quite perishable, and one of the ways to make its conservation viable is drying; which deals with a process in which heat is supplied to a given material in order to evaporate the moisture content existing inside or on the surface of the material. Within the various methods, there is the foam-mat drying. The objective of this work is to obtain the powder from juazeiro's bark by using foam-mat drying. The characterization of the juice and the foam was carried out through: density, total soluble solids content, hydrogen potential, stability, moisture and air incorporation. The drying kinetics were carried out based on a complete factorial experimental design 2^3 + 3 central points, where the input variables, agitation time, concentration of the bark in the foam and drying temperature were analyzed. The characterization of the final product was performed by determining: water solubility, hydrogen potential, total soluble solids content, water activity, and theoretical yield. The determination of saponins by the NMR spectroscopy method was performed, but no characteristic signs of saponins were found using the drying method in the bark of the juazeiro bark, showing good results.

Keywords: stability; solubility; saponins

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Figura 2.1 – Saponinas do tipo esteroidais (furostanos e espirostanos). 18

Figura 2.2 – Estrutura dos 10 tipos de esqueletos das saponinas triterpênicas. 18

Figura 2.3 – Estrutura das saponinas encontradas no juazeiro. 21

Figura 2.4 – Diagrama do processo de secagem. 23

Figura 2.5 - Esquema da secagem em camada de espuma. 25

Figura 2.6 – Curva característica da cinética de secagem. 26

Figura 2.7 – Curva da taxa de secagem. 26

Figura 3.1 – Fluxograma de todo processo desenvolvido e as análises realizadas. 29

Figura 3.2 - Preparação da matéria prima: (a) limpeza, (b) remoção da casca e (c) raspagem. 30

Figura 3.3 – Suco das raspas batidas após 1 minuto. 31

Figura 3.4 – Método para determinação da densidade do suco. 32

Figura 3.5 – Sistema utilizado para a avaliação da estabilidade da espuma. 33

Figura 3.6 – Método utilizado para determinar a densidade da espuma. 34

Figura 3.7 – Volume do suco do juazeiro (a) antes da agitação e (b) após agitação. 35

Figura 3.8 – Bandeja utilizada na secagem do juazeiro: a) espuma disposta na bandeja e b) espessura da camada de espuma. 38

Figura 3.9 – a) pó obtido ao final da secagem armazenados em sacos plásticos e b) pote de armazenamento 38

Figura 4.1 – Estabilidade da espuma para a temperatura de 50 °C nas condições: Exp 1 (t_{ag} = 3 min e C = 0,1 g/mL); Exp 2 (t_{ag} = 5 min e C = 0,1 g/mL); Exp 3 (t_{ag} = 3 min e C = 0,3 g/mL) e Exp 4 (t_{ag} = 5 min e C = 0,3 g/mL). 45

Figura 4.2 – Estabilidade da espuma para a temperatura de 70 °C nas condições: Exp 5 (t_{ag} = 3 min e C = 0,1 g/mL); Exp 6 (t_{ag} = 5 min e C 0,1 g/mL); Exp 7 (t_{ag} = 3 min e C = 0,3 g/mL) e Exp 8 (t_{ag} = 5 min e C = 0,3 g/mL). 45

Figura 4.3 - Estabilidade da espuma para o Ponto Máximo (30% de Juá; 5 minutos de agitação; 70°C); Ponto Mínimo (10% de Juá; 3 minutos de agitação; 50°C); Ponto Central (20% de Juá; 4 minutos de agitação; 60°C). 46

Figura 4.4 – Diagrama de Pareto do tempo final de secagem. 54
Figura 4.5 - Superfície de resposta com a concentração de juá constante. 55
Figura 4.6 - Superfície de resposta com tempo de agitação constante. 55
Figura 4.7 – Superfície de resposta com temperatura constante. 56
Figura 4.8 – Diagrama de Pareto para umidade em base seca. 57
Figura 4.9 – Curvas da cinética da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro nos pontos centrais do planejamento fatorial completo nas condições: Experimentos 9, 10 e 11 (T = 60°C, t_{ag} = 4 min e $C_{juá}$ = 20%). 58
Figura 4.10 – Curvas da cinética da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro para a temperatura de 50 °C. 58
Figura 4.11 – Curvas da cinética da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro para a temperatura de 70 °C. 59
Figura 4.12 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos de 50°C. 60
Figura 4.13 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos de 60°C. 60
Figura 4.14 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos de 70°C. 61
Figura 4.15 - Ajuste para o modelo de Page Modificado na temperatura de 50 °C. 63
Figura 4.16 - Ajuste para o modelo de Page na temperatura de 50 °C. 64
Figura 4.17 - Ajuste para o modelo de Page Modificado na temperatura de 60 °C. 65
Figura 4.18 - Ajuste para o modelo de Page na temperatura de 60 °C. 66
Figura 4.19 - Ajuste para o modelo de Page na temperatura de 70 °C. 68
Figura 4.20 – Produto final obtido pela secagem por liofilização. 68
Figura 4.21 - Pó obtido da espuma da entrecasca do juazeiro. 69
Figura 4.22 – Pó da entrecasca do juazeiro: (a) após a secagem em camada de espuma e (b) após moinho de facas. 70
Figura 4.23 - Diagrama de Pareto do rendimento do pó obtido por secagem em camada de espuma. 71

Figura 4.24 – Diagrama de Pareto para a solubilidade do pó obtido por secagem em camada de espuma. 72
Figura 4.25 – Espectro de RMN de hidrogênio obtido para as condições do planejamento experimental fatorial completo (8 amostras). 76
Figura 4.26 - Espectros de RMN obtidos para folhas da *Berberis vulgares*. 76

LISTA DE TABELAS

Quadro 2.1 – Distribuição de saponinas em algumas espécies vegetais de interesse comercial. 19

Tabela 2.1 – Modelos matemáticos utilizados para descrever o processo de secagem. 28

Tabela 3.1 – Valores das variáveis independentes. 36

Tabela 3.2 – Matriz do planejamento fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais. 37

Tabela 4.1 – Resultado das análises de pH e SST e densidade realizadas no suco das raspas do juazeiro. 43

Tabela 4.2 – Valores das densidades das espumas. 48

Tabela 4.3 – Valores da porcentagem de expansão das espumas. 49

Tabela 4.4 – Valores da porcentagem de incorporação de ar das espumas. 51

Tabela 4.5 – Valores da umidade da espuma da entrecasca do Juá em base úmida. 52

Tabela 4.6 – Resultados obtidos da secagem da espuma do juazeiro. 53

Tabela 4.7 - Resultados dos ajustes aos modelos estudados na temperatura de 50 °C. 62

Tabela 4.8 - Equações dos modelos matemáticos estatisticamente significativos à cinética de secagem na temperatura de 50 °C. 63

Tabela 4.9 - Resultados dos ajustes aos modelos estudados na temperatura de 60 °C. 64

Tabela 4.10 - Equações dos modelos matemáticos estatisticamente significativos à cinética de secagem na temperatura de 60 °C. 65

Tabela 4.11 – Resultados dos ajustes aos modelos estudados na temperatura de 70 °C. 66

Tabela 4.12 - Equações dos modelos matemáticos estatisticamente significativos à cinética de secagem na temperatura de 70 °C. 67

Tabela 4.13 – Valores obtidos para o rendimento teórico e solubilidade do pó obtido em cada experimento. 70

Tabela 4.14 – Resultados obtidos para os sólidos solúveis totais (SST), pH, atividade de água (aw) dos pós da entrecasca do juazeiro. 73

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 12
1.1 OBJETIVO GERAL 14
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS 14
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 15
2.1 JUAZEIRO 15
2.2 SAPONINAS 17
2.2.1 Saponinas presentes no Juá 20
2.3 SECAGEM 22
2.3.1 Secagem em camada de espuma 24
2.3.2 Cinética e modelos matemáticos do processo de secagem 25
3. METODOLOGIA 28
3.1 EXTRAÇÃO E PREPARAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA 29
3.2 PRODUÇÃO E ANÁLISES DO SUCO 30
3.2.1 Determinação de sólidos solúveis totais (°Brix) 31
3.2.2 Potencial hidrogeniônico (pH) 31
3.2.3 Densidade do suco 32
3.3 OBTENÇÃO DA ESPUMA 32
3.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DA ESPUMA 33
3.4.1 Estabilidade da espuma 33
3.4.2 Densidade da espuma 34
3.4.3 Porcentagem de expansão da espuma 34
3.4.4 Incorporação de ar (*over run*) 35
3.4.5 Umidade 35
3.5 SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA (*FOAM-MAT DRYING*) 36
3.5.1 Planejamento experimental fatorial completo 36
3.5.2 Ensaios de secagem em camada de espuma 37

3.5.3 Cinética de secagem 39
3.5.4 Ajustes dos modelos matemáticos aos dados experimentais 39
3.6 SECAGEM POR LIOFILIZAÇÃO 40
3.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA 40
3.8 ANÁLISES FÍSICAS E QUÍMICA DOS PÓ OBTIDO 40
3.8.1 Rendimento teórico 40
3.8.2 Atividade de água 40
3.8.3 Solubilidade em água 41
3.8.4 Sólidos solúveis totais (°Brix) 41
3.8.5 Potencial hidrogeniônico (pH) 42
3.8.6 Obtenção do extrato para identificação de saponinas 42
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO 43
4.1 ANÁLISE DO SUCO 43
4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DA ESPUMA 44
4.2.1 Estabilidade da espuma 44
4.2.2 Densidade 48
4.2.3 Porcentagem de expansão da espuma 49
4.2.4 Incorporação de ar na espuma (*over run*) 50
4.2.5 Umidade da espuma 52
4.3 SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA 52
4.3.1 Planejamento experimental fatorial completo para análise estatística da secagem em camada de espuma 52
4.3.2 Cinética de secagem 57
4.4 SECAGEM POR LIOFILIZAÇÃO 68
4.5 ANÁLISES FÍSICAS, FÍSICO-QUÍMICAS E QUIMICAS DO PÓ OBTIDO 68
4.5.1 Caracterização física dos pós da entrecasca do juazeiro 70
4.5.2 Caracterização físico-química dos pós da entrecasca do juazeiro 73

4.5.3 Caracterização química dos pós da entrecasca do juazeiro 75

Identificação de saponinas 75

5. CONCLUSÕES 77

REFERÊNCIAS 79

APÊNDICES 87

1 INTRODUÇÃO

O juazeiro (*Ziziphus joazeiro Mart.*) é uma planta pertencente à família das Rhamnaceae encontrada principalmente na região semiárida do Nordeste e que é um representante notável da Caatinga (LORENZI e MATOS, 2008). Conhecido popularmente como juá, joazeiro, juazeiro. É uma árvore alta, podendo medir 16 metros de altura, endêmica, perenifólia, heliófita, autotrófica que possui raízes pivotantes, o que faz com que essa árvore permaneça verde durante as longas secas do sertão nordestino, tendo ampla distribuição e ocorrendo em todos os estados dessa região (REIS, 2013).

É uma árvore de grande importância econômica e ecológica para a população nordestina, e possui uma carga histórica considerável, sendo utilizada em shampoos devido à presença de saponinas em várias partes da planta, na produção local de lenha e carvão, arborização de ruas e jardins, além de possuir frutos comestíveis, nos quais são explorados de forma extrativista (LORENZI, 2009). É empregado na fabricação de sabão, cosméticos e creme dental, e na indústria madeireira (LORENZI e MATOS, 2008), além de servir na alimentação de animais nos períodos de seca. Também é bastante explorado pela medicina popular como expectorante, no tratamento de bronquites e ulceras gástricas, além de febres, infecções bacterianas, dores, gengivite, entre outras enfermidades (LORENZI, 2009).

O chá das raspas pode ser aplicado nas pancadas e nos ferimentos. O xarope feito das raspas e folhas é bastante utilizado porque, é poderoso contra bronquite, gripes acompanhadas de tosse e até tuberculose, afinal facilita a expectoração (REIS, 2013). Um pouco da raspa em um copo com água, deixando-se macerar para ser ingerido antes das refeições, combate gastrites e melhora a colite (CÉZAR, 1956).

Ainda, segundo Cézar (1956), em tintura ou mesmo seca, a raspa é reduzida a pó, sendo utilizada para higiene bucal, porém é preciso ter cuidado com o uso prolongado, pois é muito abrasivo e afeta o esmalte dos dentes. Estudos farmacológicos apontam que o juazeiro pode ser mais eficaz do que os cremes dentais industrializados no combate à placa dental. Diversos produtos de higiene e estética contém o juazeiro em sua composição, sendo indicado como raspa de juazeiro (BRASIL, 1989).

As partes mais utilizadas do juazeiro são as folhas, frutos, casca, raiz e a madeira (REIS, 2013). O suco de juazeiro serve para amaciar e clarear a pele do rosto. As cascas e as folhas são usadas na medicina popular do Nordeste, na forma de extrato feito com água, usado por via oral para alívio de problemas gástricos. Dentre todas as

partes do juazeiro, a entrecasca é a parte que possui mais saponinas, logo a entrecasca do juazeiro é a região que possui maiores propriedades que produzem espuma (BARROS, 2015).

A importância do estudo dessas plantas medicinais, como o Juazeiro, vem sendo apontadas pela Organização Mundial da Saúde desde 1970, como uma fonte alternativa para descoberta de novas drogas (PAN *et al*., 2013). Grande parte da população mundial tem acesso a plantas e ervas medicinais, até nas regiões mais pobres dos centros urbanos, são encontradas em feiras, mercados populares e nos quintais residenciais (BADKE, BUDÓ, ALVIM, ZANETTI e HEISLER, 2012). Os efeitos e informações acerca de tais plantas têm sido obtidos e documentados, e demonstram o uso de várias espécies medicinais para o tratamento de várias doenças (BRITO *et al*., 2015).

A secagem é uma técnica que permite o estudo de plantas medicinais, assim como também é capaz de aumentar a durabilidade de plantas e alimentos tendo em vista a perecibilidade dos mesmos. É uma técnica que consiste na remoção da água livre presente nos alimentos e plantas, aumentando assim sua vida útil, além de apresentar vantagens como facilidade no transporte, comercialização e redução de perdas (CELESTINO, 2010).

É importante que o método de secagem seja estudado para que este não altere as características do produto final, assim como, seja capaz de agregar valor ao mesmo.

A secagem apresenta diversas vantagens quando utilizada para secagem de diversos outros materiais, entre elas: o aumento da vida útil do produto, facilidade no transporte e comercialização, redução nas perdas, entre outros. Trata-se de um processo econômico e, mesmo com alguma perda, o processo concentra os nutrientes presentes (CELESTINO, 2010).

A secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) é uma técnica que transforma alimentos ou materiais líquidos em espumas estáveis, por meio de uma forte agitação e incorporação de agentes espumantes, para em seguida serem desidratados. Alguns materiais naturalmente contêm proteínas e/ou saponinas que produzem espumas quando batidos. Quando o material não produz a espuma necessariamente estável para a secagem, agentes espumantes são adicionados (SANKAT e CASTAIGNE, 2004).

Por possuir uma quantidade considerável de saponinas, o juazeiro se torna um material interessante para a secagem em camada de espuma, uma vez que forma espumas estáveis sem que seja necessária a adição de agentes espumantes, o que torna também interessante, o estudo do seu uso como agente espumante.

Buscando realizar o estudo desta planta medicinal, esse trabalho teve como objetivos:

1.1 OBJETIVO GERAL

Obtenção do pó de raspas da entrecasca do juá (*Ziziphus joazeiro* Mart.) pelo método de secagem em camada de espuma.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir e caracterizar a espuma obtida da entrecasca do juá (*Ziziphus joazeiro* Mart.) em termos de densidade, expansão, capacidade de incorporação de ar e estabilidade;
- Estudar a cinética de secagem da entrecasca do juá, em camada de espuma, baseado em um planejamento experimental fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais, totalizando 11 experimentos, avaliando a influência das variáveis de entrada (concentração de juá; temperatura de secagem e tempo de agitação) sobre as respostas (tempo de secagem e umidade final em base seca);
- Realizar o ajuste das curvas de secagem obtidas a partir de modelos matemáticos;
- Realizar as caracterizações físicas e físico-químicas dos pós obtidos;
- Realizar a determinação e quantificação das saponinas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 JUAZEIRO

O *Ziziphus joazeiro* Mart. é uma planta popularmente conhecida como juá, juazeiro, joazeiro, entre outros nomes, sendo o representante mais notável do bioma da Caatinga (LORENZI e MATOS, 2008). Pertence à família Rhamnaceae, que possui 900 espécies em todo o planeta, onde apenas 23 espécies ocorrem na América do Sul. O gênero *Ziziphus* compreende cerca de 30 espécies (HEALD, 2004), sendo nove encontrados no Brasil (FORZZA e JANEIRO, 2010).

É uma espécie de médio porte, endêmica, perenifólia, heliófita, autotrófica, e apresenta raízes pivotantes, que permite a obtenção de água do subsolo, o que faz com que essa árvore permaneça verde até em períodos de longas secas (DANTAS *et al*., 2014). É uma árvore alta, podendo atingir 16 metros de altura, possui a copa bastante densa, com muitos galhos, que apresentam a formação de espinhos. Seu caule apresenta cor cinza-escuro, tendo um tronco de diâmetro variando entre 30 a 50 cm. Suas folhas exibem formato ovalado e alongado, com tom verde-claro, medindo entre 3 a 10 cm de comprimento por 2 a 6 cm de largura. Seus frutos apresentam uma polpa branca e sabor adocicado, possui forma redonda, e quando maduros a cor amarela (ROCHA, 2012). Sua madeira é resistente, de boa durabilidade e qualidade, bastante utilizada na atividade de extrativismo, sendo utilizada para diversos fins, além disso suas cinzas serem utilizadas como complemento na fabricação de sabão caseiro e industrial (DANTAS *et al*., 2014).

É uma arvore de grande importância econômica e ecológica para a população nordestina, e possui uma carga histórica considerável, e também é bastante explorado pela medicina popular, sendo usado como expectorante, no tratamento de bronquites e ulceras gástricas, fabricação de cosméticos, creme dental (LORENZI, 2009), uma vez que as saponinas encontradas na casca do juazeiro são responsáveis pela espuma e pela sua alta capacidade de limpeza (AGRA, 1996).

A população dos lugares onde é encontrado o juazeiro utilizam o extrato das folhas, casca, entrecasca e raízes para o tratamento de febres, infecções bacterianas, dores, gengivite, problemas respiratórios, hepáticos, cardíacos, entre outras enfermidades.

Tradicionalmente na medicina popular nordestina, o extrato da folha feito com água é usado, por via oral, para alívio de problemas gástricos e expectorantes; a entrecasca, rica em saponina, é usada para limpeza dos cabelos e dos dentes, sendo também utilizado como tônico capilar para o controle de caspas. Para o combate a infecções, a entrecasca é indicada como analgésico, bactericida, febrífugo, cicatrizante tópico, para gengivites, higiene bucal, tônico hepático e cardíaco, adstringente, diurético, tônico capilar para seborreia e alopécia, e infecções respiratórias como tosse e bronquite (ITF, 2008). Além disso, pesquisas vêm comprovando cada vez mais a eficácia dessa planta para o tratamento de inúmeras doenças.

Estudos da atividade antibiótica da entrecasca do juazeiro foram realizados, avaliando sua ação contra monilíase e dermatoses, sendo observada atividade importante frente várias bactérias, com resultados semelhantes a antibióticos, além de propriedades nas quais apoiam o uso popular, confirmando o valor da etnofarmacologia e sua biodiversidade (CRUZ *et al*., 2007), o que evidencia o aumento da procura por substâncias alternativas e mais baratas.

Nos estudos realizados por Luna *et al*., (2005) com extratos etanólicos das cascas do *Z. joazeiro,* os autores observaram pequena ação larvicida contra o mosquito *Aedes aegypti* e alta toxicidade frente a *Artemia salina*, indicando o uso para tratar problemas gástricos e febres intermitentes.

De acordo com Dantas *et al*. (2014) os principais constituintes químicos do juazeiro são: ácido betulínico, ácido oleamólico, amido, anidrido fosfórico, cafeína, celulose, hidratos de carbono, óxido de cálcio, proteína, sais minerais, saponina e vitamina C, sendo essa última em maior concentração em seus frutos

Ainda de acordo com Dantas *et al*. (2014) o juazeiro é uma ótima fonte de ácido betulínico, assim como dos três ésteres derivados somente encontrados nele até agora. Esse ácido é reconhecido por sua atividade antibiótica moderada e atividade anticancerosa, e a presença dos seus três ésteres no juazeiro revelou propriedades bactericidas potentes. Inúmeras pesquisas vêm sendo desenvolvidas acerca dessa substância, envolvendo o tratamento e prevenção do melanoma humano. Outro ácido encontrado no juazeiro é o ácido oleanólico, um triterpeno pentacíclico que ocorre amplamente em muitas plantas como ácido livre, ou na forma de aglicona de muitas saponinas.

2.2 SAPONINAS

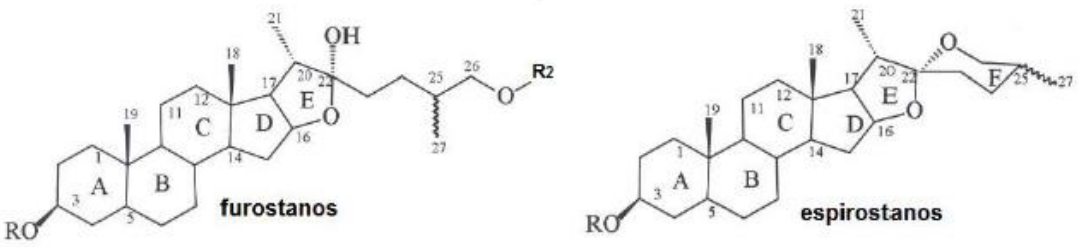
Saponinas são um grupo grande e estruturalmente diversificado de produtos naturais bioativos (FARIA, 2015) encontrados em cerca de 500 espécies de plantas e algumas espécies de animais marinhos (WOJCIECHOWSKI *et al*., 2014; OSBOURN, GOSS e FIELD, 2011). O nome deriva do latim *sapo*, que significa sabão, devido a suas propriedades surfactantes e de formarem espuma quando submetidas a agitação em solução aquosa.

As saponinas são glicosídeos de alta massa molar, sua estrutura normalmente é composta por uma aglicona com esqueleto de triterpeno ou esteroide, que são conectados através de ligações glicosídicas a uma ou mais cadeias de açúcar que podem ser lineares ou ramificadas. São consideradas moléculas anfifílicas, pois possuem regiões hidrofílicas (açucares) e lipofílicas (aglicona) (WOJCIECHOWSKI *et al*., 2014; GOLEMANOV *et al*., 2012; STANIMIROVA *et al*., 2011; WOJCIECHOWSKI *et al*., 2011), o que lhes confere a capacidade de formar espuma (PODOLAK, GALANTY e SOBOLEWSKA, 2010).

As saponinas são classificadas de acordo com o tipo de esqueleto da aglicona, podendo ser esteroidal ou triterpênico, que possuem como precursor o óxido de escaleno, que é composto por trinta carbonos. Nas saponinas esteroidais, a aglicona é formada por 27 carbonos, enquanto que nas saponinas triterpênicas mantém os 30 carbonos do seu precursor (AUGUSTIN *et al*., 2011).

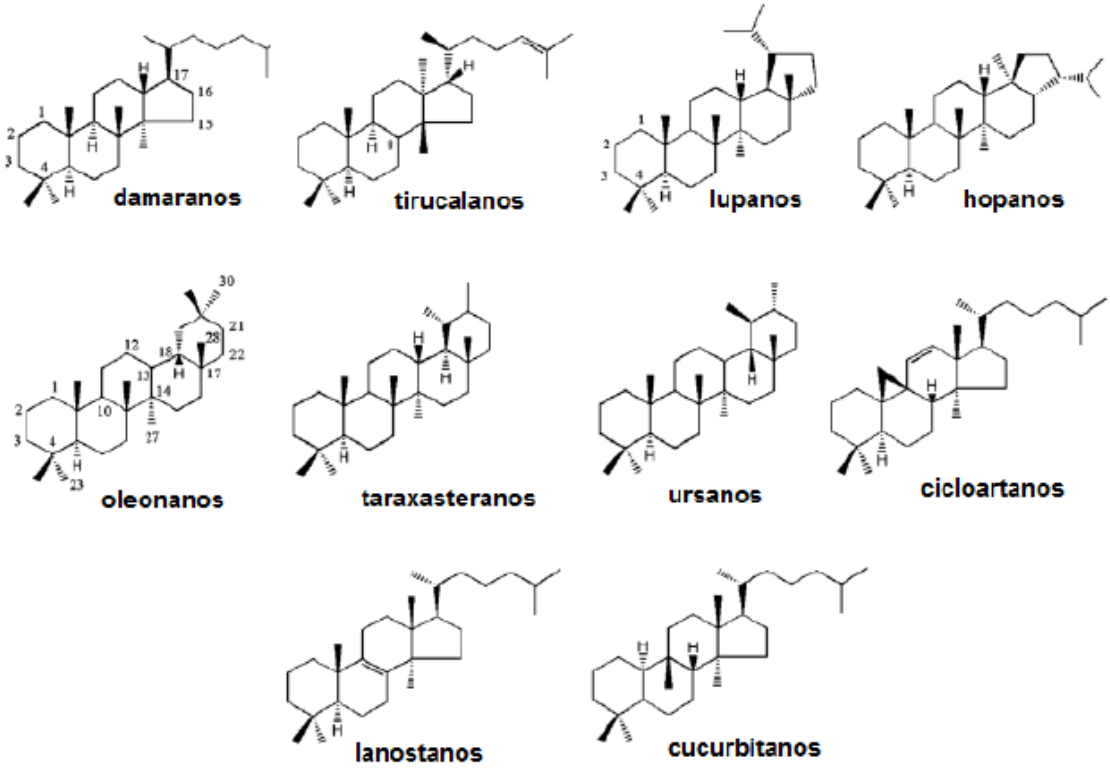
As saponinas esteroidais (Figura 2.1) podem ser do tipo espirostano ou furostano (SPARG, LIGHT e VAN STADEN, 2004). Já as saponinas triterpênicas (Figura 2.2) apresentam uma maior diversidade de esqueletos: damaranos, tirucalanos, lupanos, hopanos, oleananos, taraxasteranos, ursanos, cicloartanos, lanostanos e cucurbitanos (VINCKEN *et al*, 2007).

Figura 2.1 – Saponinas do tipo esteroidais (furostanos e espirostanos).



Fonte: SARKER e NAHAR (2009).

Figura 2.2 – Estrutura dos 10 tipos de esqueletos das saponinas triterpênicas.



Fonte: VINCKEN *et al*. (2007).

Outra forma de classificar as saponinas é de acordo com o número de glicosações presentes na estrutura. Assim, podem ser classificadas como sendo mono, di ou tridesmosídicas.

Apresentam uma diversidade estrutural muito grande, e por isso pode-se atribuir algumas propriedades as saponinas. Uma das características mais marcantes é sua capacidade de formar espumas, devido à estrutura anfifílica das saponinas que lhes confere poder surfactantes (LYRIO, 2016).

Outra característica é a capacidade de interação com esteroides, e como consequência dessa interação têm-se as atividades hemolíticas, antifúngicas, antiprotozoário, hipocolesterolêmica e até mesmo farmacológicas (ZHANG *et al*., 2008; GINER *et al*., 2000).

Todas essas propriedades estão relacionadas à estrutura de cada saponina, do tipo da aglicona, quantidade de glicosilações e o número de açucares ligados a aglicona (AUGUSTIN *et al*., 2011).

As saponinas podem ser encontradas nas raízes, caules, folhas, flores ou nos frutos de vegetais e plantas; o juazeiro (*Ziziphus joazeiro*) é um exemplo de planta que contém saponinas. No Quadro 2.1 são apresentados alguns exemplos de espécies vegetais de interesse comercial nas quais são encontradas saponinas.

O teor de saponinas nas plantas varia com a parte vegetal estudada, com fatores ambientais e agronômicos, como a disponibilidade de nutrientes e água, e a necessidade de proteção contra herbívoros e patógenos (AUGUSTIN *et al*., 2011).

Quadro 2.1 – Distribuição de saponinas em algumas espécies vegetais de interesse comercial.

Espécie	**Família**	**Tipo**
Sisal (*Agave sisalana*)	Agavaceae	Esteroidal
Alho (*Allium sativum*)	Alliaceae	Esteroidal
Amaranto (*Amaranthus cruentus*)	Amaranthaceae	Triterpênica
Pfafia (*Pfaffia paniculata*)	Amaranthaceae	Triterpênica
Mate (*Ilex paraguariensis*)	Aquifoliaceae	Triterpênica
Centella (*Centella asiática*)	Apiaceae	Triterpênica
Ginseng (*Panax ginseng*)	Araliaceae	Triterpênica
Aspargo (*Asparagus officinalis*)	Asparagaceae	Esteroidal
Erva-botão *(Eclipta alba*)	Asteraceae	Triterpênica
Confrei (*Symphytum officinale*)	Boraginaceae	Triterpênica
Saponária (*Saponaria officinalis*)	Caryophyllaceae	Triterpênica
Beterraba (*Beta vulgaris*)	Chenopodiaceae	Triterpênica
Espinafre (*Spinacia oleracea*)	Chenopodiaceae	Triterpênica
Quinoa (Chenopodium quinoa)	Chenopodiaceae	Triterpênica
Cana-do-brejo (*Costus spicatus*)	Costaceae	Esteroidal

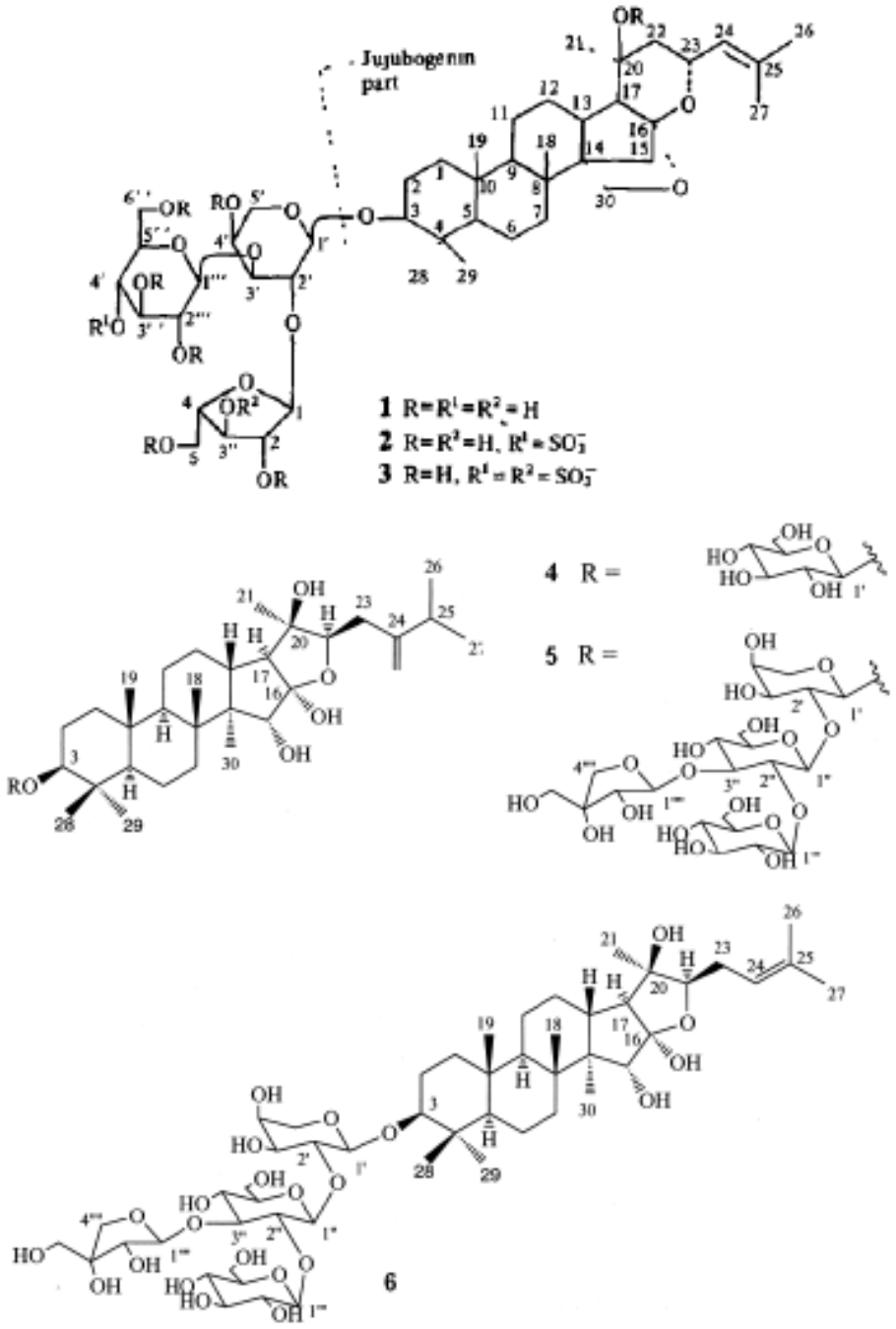
Bucha (*Luffa cylindrica*)	Cucurbitaceae	Triterpênica
Cará (*Dioscorea alata)*	Dioscoraceae	Esteroidal
Alcaçuz (*Glycyrrhiza glabra*)	Fabaceae	Triterpênica
Alcaçus do Brasil (*Periandra dulcis*)	Fabaceae	Triterpênica
Grão-de-bico (*Cicer arietinum*)	Fabaceae	Triterpênica
Soja (*Glycine max*)	Fabaceae	Triterpênica
Lírio branco (*Lilium candidum*)	Liliaceae	Esteroidal
Maracujá (*Passiflora edulis*)	Passifloraceae	Triterpênica
Aveia (*Avena sativa*)	Poaceae	Triterpênica
Quilalia (*Quillaja saponária*)	Quillajaceae	Triterpênica
Juá (*Ziziphus joazeiro*)	Rhamnaceae	Triterpênica
Espada-de-são-jorge (*Sansevieria trifasciata*)	Ruscaceae	Esteroidal
Castanha-da-india (*Aesculus hippocastanum*)	Sapindaceae	Triterpênica
Cipó-timbó (*Serjania lethalis*)	Sapindaceae	Triterpênica
Salsaparrilha (*Smilax officinalis*)	Smilacaceae	Triterpênica
Berinjela (*Solanum melongena*)	Solanaceae	Esteroidal
Pimenta (*Capsicum frutescens*)	Solanaceae	Esteroidal
Chá (*Camellia sinensis*)	Theaceae	Triterpênica
Batata doce (*Ipomoea batatas*)	Convolculaceae	Triterpênica

Fonte: Adaptado de Ribeiro (2012)

2.2.1 Saponinas presentes no Juá

Segundo Schuhly *et al*. (2000) e Higuchi *et al*. (1984) as saponinas presentes no juazeiro (*Ziziphus joazeiro*) possuem agliconas triterpênicas, que por sua vez são do tipo damarano, com um quinto anel formado contendo um oxigênio como heteroátomo. Na Figura 2.3 são mostradas as saponinas encontradas em maior quantidade no juazeiro, que são chamadas de jujubosídeos, cuja aglicona são chamadas jujubogeninas, representadas pelas estruturas 1, 2 e 3. São monodesmosídicas, com uma glicosilação no carbono 3. Os compostos 4 e 5 são chamados juazeirosídeos A e B, e o composto 6 é denominado lotosídeo. (SCHUHLY *et al*., 2000; HIGUCHI *et al*., 1984).

Figura 2.3 – Estrutura das saponinas encontradas no juazeiro.



Fonte: Higuchi *et al*. (1984); Schuhly *et al.* (2000).

Considerando-se as fontes de saponinas encontrados na natureza, o juazeiro apresenta-se como uma boa alternativa, considerando o teor, chegando a ser 2 a 10% m/m nas cascas do caule, e o poder de emulsificação de suas saponinas (LYRIO, 2016).

Segundo estudos de Ribeiro (2012) as saponinas do juazeiro foram capazes de reduzir a tensão superficial em aproximadamente 35 mN/m, além de apresentarem um índice de emulsificação em torno de 50%, o que mostra um dos melhores desempenhos quando comparados com saponinas de diversas outras fontes vegetais.

Além do poder surfactante, as saponinas do juazeiro apresentam atividade contra a levedura *Candida albicans* a uma concentração de 156 µg/mL e contra o fungo *Aspergillus niger* a 312,5 µg/mL, mas não apresentam atividade antibacteriana (LYRIO, 2016).

De acordo com Cruz *et al*. (2007), foi observado atividade antifúngica do extrato aquoso do juazeiro em concentrações entre 6,25 a 400 µg/mL. Alviano *et al*. (2008) observaram atividade antibacteriana para concentrações entre 1,0 e 16,0 mg/mL, porém foi observado que nesses casos, por se tratar de extratos aquosos, outros componentes presentes no juazeiro poderiam estar contribuindo para tais atividades como os compostos fenólicos, alcaloides e triterpenos (CUSHNIE e LAMB, 2005).

2.3 SECAGEM

A secagem pode ser definida como o processo de remoção de substâncias voláteis (umidade) através do uso de energia térmica, para se obter um produto sólido (KEEY, 1975). A principal finalidade da secagem é a diminuição do teor de água presente no material, com o intuito de inibir o crescimento microbiano responsável pela deterioração dos alimentos (TRAVAGLINI *et al*., 1993).

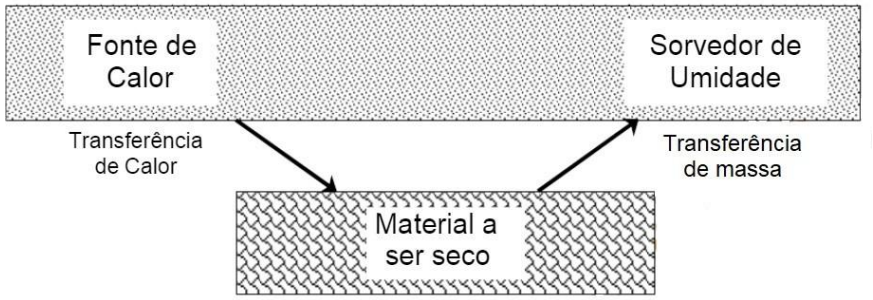
Segundo Keey (1992) e Strumillo e Kudra (1986), a secagem é nada mais que a transferência da umidade na forma de vapor para uma fase gasosa não saturada. Isso ocorre quando a pressão de vapor do líquido presente no alimento for maior que a pressão do vapor do mesmo líquido na fase gasosa.

Podem ser observados dois processos simultâneos nessa operação unitária: transferência de calor, através da vaporização do líquido, sendo essa dependente das condições externas de temperatura, umidade do ar, velocidade e direção do ar, área de exposição do sólido e pressão; e a transferência de massa do líquido ou vapor presente no interior do material e posterior evaporação devido ao primeiro processo, sendo que o movimento interno da umidade no material sólido depende da natureza física do sólido, temperatura e conteúdo de umidade, para a atmosfera na forma de vapor (KEEY, 1992; STRUMILLO e KUDRA, 1986; FOUST *et al*., 1982).

O trajeto da água do interior do material até a superfície é regido pelos mecanismos de transferência de massa, que indica se a transferência de massa ocorrerá facilmente ou se ocorrerá com alguma resistência. Os mecanismos (Figura 2.4) mais importantes que ocorrem no processo de secagem são: difusão líquida, devido ao

gradiente de concentração; difusão do vapor, que ocorre devido ao gradiente de pressão de vapor causado pelo gradiente de temperatura; escoamento de líquido e de vapor, que ocorre em decorrência da diferença de pressão externa, de concentração, capilaridade e alta temperatura (PARK *et al*., 2007).

Figura 2.4 – Diagrama do processo de secagem.



Fonte: Park *et al* (2007)

A secagem pode ser classificada em secagem natural e secagem artificial. A secagem natural ocorre com o material exposto ao sol, sem nenhuma fonte artificial que gere calor, o que faz com que esse processo seja mais econômico, uma vez que não necessita de energia para o funcionamento de equipamentos, porém o processo se torna lento e exige grandes áreas para exposição do material a ser seco, dependendo também das condições climáticas do local. Na secagem artificial há a necessidade da utilização de equipamentos conversores de energia elétrica em térmica, o que permite o controle da temperatura, umidade e da corrente de ar, tornando o processo mais rápido e confiável, porém há consumo de energia, o que consequentemente gera custo, manutenção de equipamentos e suas instalações (SILVA, 2008; RODRIGUES, 2006).

É uma técnica muito utilizada na conservação de alimentos, uma vez que a remoção da umidade reduz significativamente a proliferação de microrganismos, aumentando a vida útil e a qualidade do produto. Além disso, a diminuição no peso e no volume do material seco, facilita processos de embalagem, transporte e armazenamento. Outras vantagens do processo de secagem são conservação, proteção contra degradação enzimática e oxidativa, economia de energia por não necessitar de refrigeração (PARK, YADO e BROD, 2001; MORAES, 2006).

A água presente nos alimentos garante a presença de nutrientes, porém também pode ser a causa de contaminação e consequentemente decomposição. A análise da atividade de água (*aw*) em materiais secos é uma das análises mais importantes para a

indústria de alimentos uma vez que, seus valores informam se o alimento é susceptível ao crescimento e desenvolvimento de algum microrganismo devido a disponibilidade de água livre no produto (SANDULACHI, 2012). Valores de *aw* maiores que 0,9 indicam grande chance de proliferação de microrganismos, pois ocorre a dissolução dos nutrientes, que serve de substrato para o desenvolvimento dos mesmos, o que faz com que o material seja facilmente contaminado. Alimentos com valores de atividade de água próxima a 0,6 indicam pequeno ou nenhum crescimento de microrganismos. Com valores menores que 0,3 as moléculas estão fortemente ligadas, não servindo como substrato para o desenvolvimento de microrganismos, além de que a velocidade das reações químicas e enzimáticas sejam próximas a zero (CELESTINO, 2010).

2.3.1 Secagem em camada de espuma

A secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) é uma técnica de secagem desenvolvida por Morgan *et al*. (1959) que ocorre pela transformação de um alimento liquido, em uma espuma estável através da incorporação de ar e adição de agentes espumantes e/ou estabilizantes. A espuma obtida sofre um processo de desidratação, obtendo como produto final um pó fino (SILVA *et al*., 2008).

Essa técnica apresenta como vantagens as baixas temperaturas na qual os produtos podem ser secos, e o curto tempo de secagem, pois a disposição em camada de espuma permite uma maior área de exposição ao ar quente, aumentando assim a velocidade com que a água é removida (FELLOW, 2006).

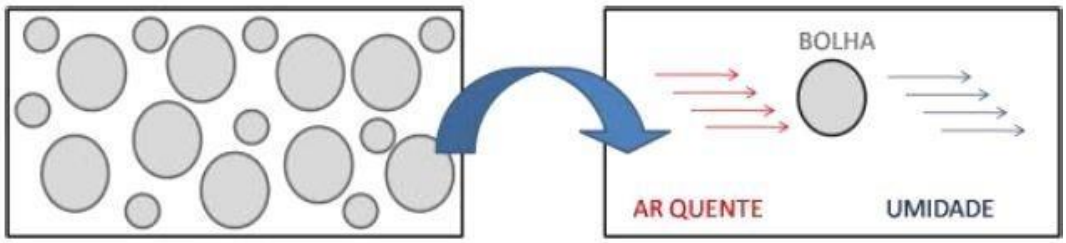
Como desvantagem tem-se o custo do investimento, pois para se obter altas taxas de produção, é necessária uma grande área de superfície de secagem (FRANCIS, 2000). A adição de agentes espumantes pode se tornar uma desvantagem uma vez que alguns podem promover mudanças no sabor, aroma e cor do produto, pelo fato de que alguns alimentos com baixo teor de proteína não produzem espuma por si só. Por isso estudos devem ser feitos, a fim de identificar o melhor agente e a melhor concentração, tendo sua eficácia medida através da capacidade de formação de espuma.

Para que o processo de secagem seja eficiente, as espumas devem se manter mecânica e termodinamicamente estáveis, pois se ocorrer o colapso da mesma, uma desestruturação celular e uma ineficiente retirada da água da superfície podem ocorrer, e consequentemente podem resultar em um comprometimento do produto final (KRASAEKOOPT e BHATIA, 2012; BAG, SRIVASTAV e MISHRA, 2011).

Espumas que suportam pelo menos 60 minutos sem sofrer colapso à temperatura ambiente são consideradas mecanicamente ou termodinamicamente estáveis (BAG, SRIVASTAV e MISHRA, 2011).

Na Figura 2.5 é mostrado um esquema de como a secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) ocorre. Primeiramente, tem-se a modificação da consistência liquida do suco ou polpa em uma espuma estável pela adição do agente espumante (quando necessário). Essa espuma é exposta a uma corrente de ar quente, que promove a secagem pela retirada de umidade, resultante do movimento da água pelas forças capilares, através da película liquida que separam as bolhas das espumas.

Figura 2.5 - Esquema da secagem em camada de espuma.



Fonte: Adaptado de DANTAS (2010).

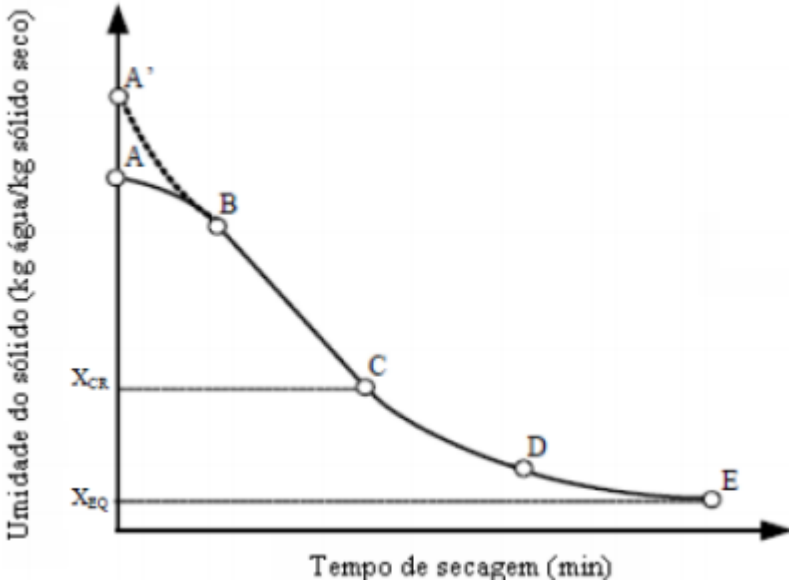
2.3.2 Cinética e modelos matemáticos do processo de secagem

A cinética de secagem de um produto é a rapidez com que o material perde umidade, e é controlada pelas características do próprio material, assim como pela influência da temperatura, velocidade e umidade relativa do ar (CELESTINO, 2010; KEEY, 1992; STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Segundo Keey (1992) dois métodos podem ser utilizados para a obtenção das curvas de secagem. Monitoramento da perda de umidade do material através de pesagem direta da amostra, e monitoramento da umidade do gás de secagem na entrada e na saída do secador.

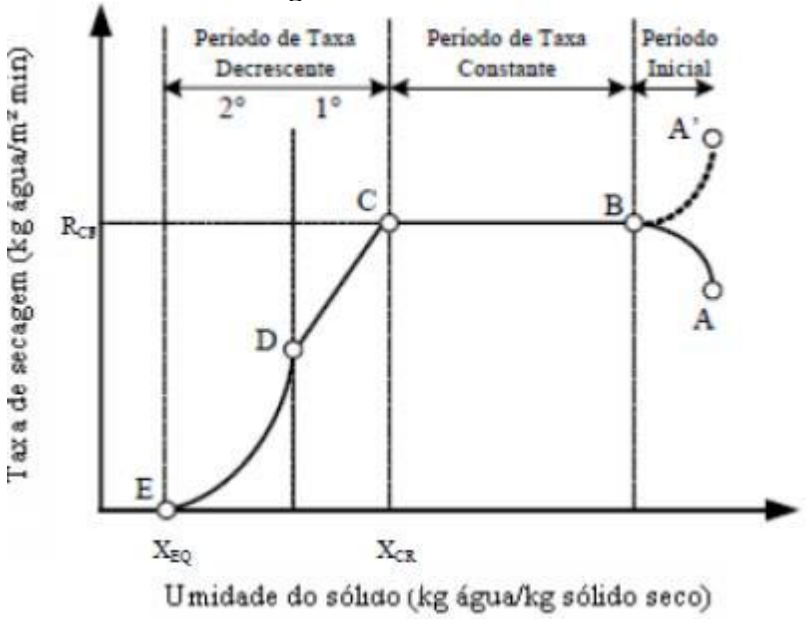
O comportamento característico das curvas cinética de secagem e a taxa de secagem são mostrados nas Figuras 2.6 e 2.7, respectivamente, onde é possível observar os períodos de secagem.

Figura 2.6 – Curva característica da cinética de secagem.



Fonte: STRUMILLO e KUDRA (1986)

Figura 2.7 – Curva da taxa de secagem.



Fonte: STRUMILLO e KUDRA (1986)

No primeiro período a temperatura do material em contato com o ar de aquecimento tende a ajustar-se, atingindo o estado estacionário, porém, antes que esse estado seja atingido, há um período de transição, representada pela curva *AB*, que pode ocorrer em uma taxa crescente ou decrescente. O sólido é aquecido e passa da temperatura inicial (*To*) para a temperatura de bulbo úmido (*Tbu*). Se o sólido for aquecido antes do processo, possivelmente, não haverá o período *AB* e a taxa de secagem inicia diretamente no ponto B (PARK *et al*., 2007; STRUMILLO e KUDRA, 1986).

No ponto *B* a temperatura do sólido se estabiliza e inicia o período de taxa constante (*BC*), onde a superfície do sólido está saturada de água e a secagem ocorre como se fosse a evaporação de uma massa de líquido, a água do interior do sólido substitui a água retirada da superfície, mantendo a taxa constante. Esse período acaba quando o sólido atinge a umidade crítica, onde o teor de umidade é insuficiente para manter a superfície úmida. O mecanismo de migração da massa de água varia de acordo com o tipo de material (PARK *et al*., 2007; STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Ao atingir a umidade crítica se inicia a etapa onde a velocidade de migração de água do interior do produto até sua superfície é menor do que a velocidade de água retirada da superfície do produto através do ar de secagem. A velocidade de remoção de umidade nessa etapa é inferior aos demais períodos (PARK *et al*., 2007; STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Tendo em vista a otimização e determinação da viabilidade da aplicação comercial do processo, a simulação e a obtenção de informações teóricas a respeito do comportamento do produto durante a remoção de água, são de fundamental importância no estudo de sistemas de secagem. Por isso utiliza-se modelos matemáticos que representam a perda de água, durante a secagem (MENEGHETT *et al*., 2012).

Diversos modelos matemáticos têm sido utilizados para descrever o processo de secagem, porém os tradicionalmente utilizados para representar a cinética de secagem são dois: os modelos puramente convectivos e os modelos difusivos. A formulação desses modelos, desenvolvida a partir da análise do comportamento da secagem de uma única partícula, considera todos os parâmetros de transporte constantes, o que possibilita uma descrição similar da taxa de secagem (MAYTA, MASSARANI e PINTO, 1996).

Os modelos teóricos que descrevem a taxa decrescente de secagem de um sólido consideram, geralmente, como mecanismo principal, a difusão baseada na segunda Lei de Fick, que expressa que o fluxo de massa por unidade de área é proporcional ao gradiente de concentração de água e a um coeficiente de difusão de água no sólido (GASPARIN, 2012).

Os modelos matemáticos mais utilizados para descrever a secagem de alimentos são modelos de secagem em camada delgada, devido a sua capacidade de descrever de forma unificada, independentemente dos mecanismos de controle (FRANCO, 2015), tais modelos são mostrados na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Modelos matemáticos utilizados para descrever o processo de secagem.

Nome do Modelo	Modelo
Newton	$RU = \exp(-kt)$
Page	$RU = \exp(-kt^n)$
Page Modificado*	$RU = aexp(-kt^n)$
Henderson e Pabis	$RU = aexp(-kt)$
Midilli, Kucuk e Yapar	$RU = aexp(-kt^n) + bt$
Logarítmico	$RU = aexp(-kt) + c$

T – tempo de secagem (min); k – coeficiente de secagem; a, n e b – parâmetros dos modelos; RU – Razão de Umidade = X/X_0

*modificado por MANGUEIRA (2018)

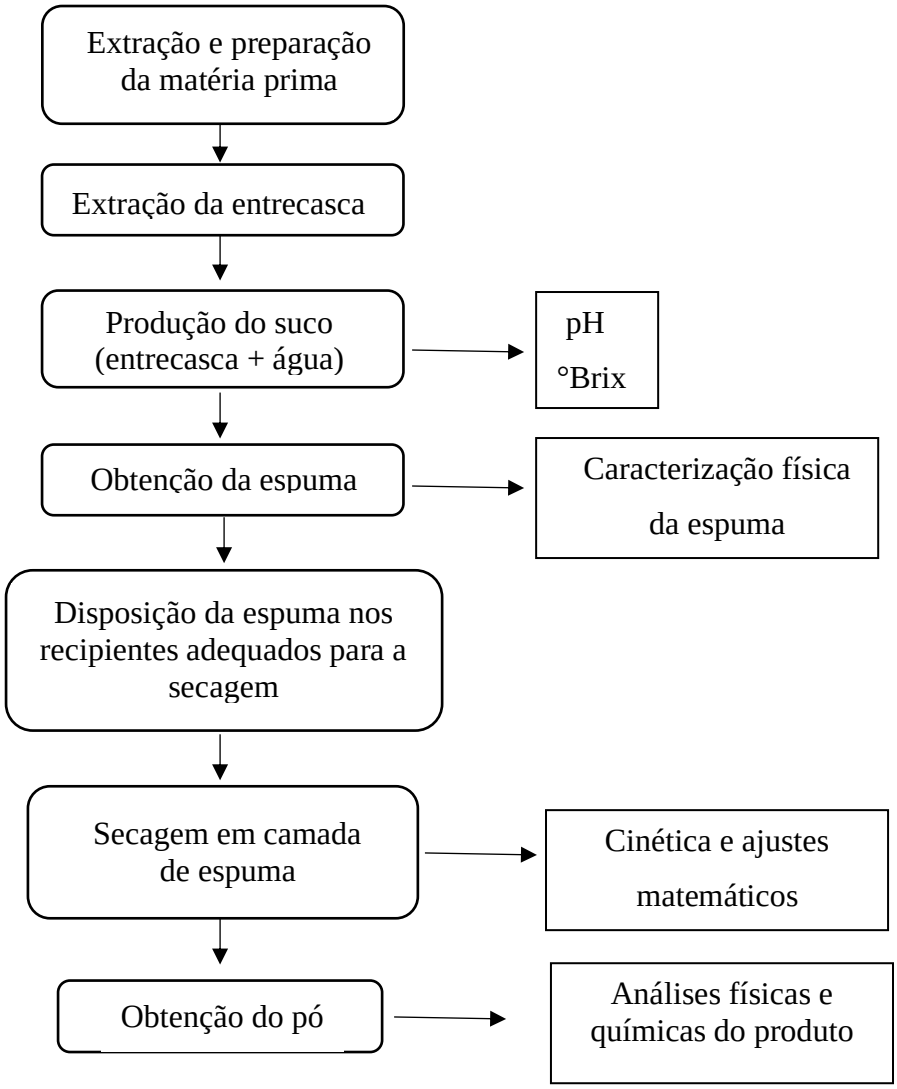
Fonte: Adaptado de Franco (2015)

3 METODOLOGIA

A matéria-prima utilizada foram galhos de juazeiros coletados de um cultivo de árvores, da planta anteriormente citada, localizados no município de Lucena (Latitude: 06º 54' 08" S; Longitude: 34º 52' 08" W), situado no estado da Paraíba. Todos os experimentos e análises foram realizados na Universidade Federal da Paraíba (UFPB), na cidade de João Pessoa, em laboratórios do Departamento de Engenharia Química, do Departamento de Química, no Laboratório Multiusuário de Caracterização e Análise (LMCA-IPEFARM) e no Laboratório de Ambientes Recifais e Biotecnologia com Microalgas (LARBIM)

Na Figura 3.1 pode ser observado o fluxograma para melhor compreensão sobre o desenvolvimento do estudo e análises.

Figura 3.1 – Fluxograma de todo processo desenvolvido e as análises realizadas.



Fonte: Autor

3.1 EXTRAÇÃO E PREPARAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA

Os galhos dos juazeiros foram extraídos das árvores, ainda verdes. Em seguida, encaminhados para o Laboratório de Termodinâmica do Departamento de Engenharia Química do Centro de Tecnologia (DEQ/CT/UFPB), onde o preparo da matéria prima foi realizado.

A primeira etapa da preparação da matéria-prima (Figura 3.2) consistiu na limpeza dos ganhos, com o intuito de remover interferentes. Em seguida, a segunda etapa, foi a raspagem dos ganhos, a fim de remover a casca dos mesmos (parte marrom), com o auxílio de facas, expondo assim a entrecasca. Na terceira etapa da preparação, foi feita a extração da entrecasca dos galhos, obtendo assim raspas da entrecasca.

Após a retirada de toda a entrecasca dos galhos, as mesmas foram armazenadas em um freezer (congeladas) até que fossem utilizadas a fim de aumentar a vida útil das raspas, pois de acordo com dados estudos anteriores (VASCONCELOS, 2017; MOREIRA, 2018) quando submetidas e armazenadas sob refrigeração moderada, há uma rápida degradação do material.

Figura 3.2 - Preparação da matéria prima: (a) limpeza, (b) remoção da casca e (c) raspagem.

(a) (b) (c)

Fonte: Autor

3.2 PRODUÇÃO E ANÁLISES DO SUCO

Após a extração das raspas da entrecasca dos galhos do juazeiro, três quantidades diferentes de entrecascas (15, 30 e 45 gramas) foram batidas em 150 mL de água, de acordo com estudos preliminares realizados por Vasconcelos (2017) e Moreira (2018).

As raspas foram batidas com água em um liquidificador de alta rotação industrial da marca Metvisa, com capacidade de 2 L e velocidade constante de 1800 rpm, por 1 minutos. Após esse tempo o suco obtido já apresentava uma formação de espuma, dependendo da quantidade de raspa utilizada.

Para a realização de algumas análises, foi necessário fazer a separação do suco e da espuma formada. Foram utilizados funis de plástico e filtros de nylon, a fim de obter apenas o suco (Figura 3.3) e posterior realização das análises do suco: sólidos solúveis totais, pH e densidade.

Figura 3.3 – Suco das raspas batidas após 1 minuto.

Fonte: Autor

3.2.1 Determinação de sólidos solúveis totais (°Brix)

A refratometria em escala Brix é um método físico para medir a quantidade de sólidos solúveis presentes na amostra analisada. Indicam em porcentagem de Brix, as concentrações percentuais de todos os sólidos dissolvidos na solução, sendo eles, açucares, sais, proteínas e ácidos. A leitura do valor é a soma de todos esses elementos (CAVALCANTI *et al*., 2006).

A análise pode ser realizada por refratometria na escala Brix, e foi feita para determinação da porcentagem de *ºBrix* dos sucos produzidos com três proporções diferentes da raspa. As leituras foram realizadas em refratômetro de bancada da marca Nova Instruments, com leitura digital, a temperatura ambiente.

Aproximadamente 5 mL do suco foi utilizado para a realização da medida, onde uma gota foi depositada sob o refratômetro para a leitura. Como foi necessário filtrar o suco, a fim de separar a espuma formada no liquidificador, não foi necessário aplicar nenhum outro método de separação antes de realizar o procedimento. As leituras foram realizadas em triplicata.

3.2.2 Potencial hidrogeniônico (pH)

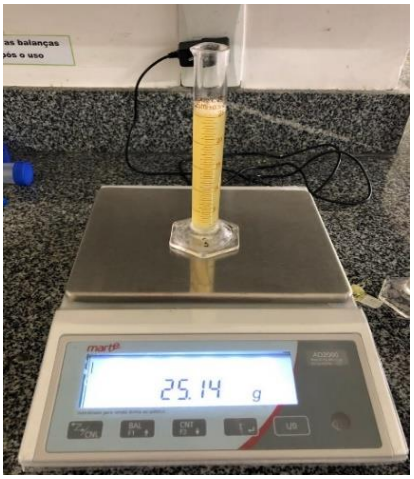
O pH foi determinado através da medição direta do suco utilizando um pHmetro da marca DEL LAB, com eletrodo de vidro para soluções aquosas, devidamente calibrado com soluções tampão de *pH* 7,00 e 4,00. As leituras foram realizadas em triplicata.

Aproximadamente 5 mL de suco foram utilizados para a medição do pH em temperatura ambiente.

3.2.3 Densidade do suco

Para a determinação da densidade do suco, os mesmos foram colocados em provetas de 25 mL até o preenchimento total de seu volume. Em seguida, o sistema foi pesado em balança semi analítica, da marca Shimadzu modelo BL3200H, conforme a Figura 3.4.

Figura 3.4 – Método para determinação da densidade do suco.



Fonte: Autor

A densidade foi calculada pela massa e o volume ocupado pelo suco pela Equação 1.

$$\rho_{suco} = \frac{m_{suco}}{V_{proveta}} \quad (1)$$

Onde:
m = massa (g);
V = volume (mL)

3.3 OBTENÇÃO DA ESPUMA

Após a obtenção do suco, o mesmo foi submetido à agitação mecânica vigorosa, em uma batedeira planetária da marca Arno, na agitação máxima. Como definido no

planejamento experimental fatorial, as espumas produzidas foram obtidas com as seguintes variações: 15 g/150 mL (10% de juazeiro - 0,1 g/mL), 30 g/150 mL (20% de juazeiro - 0,2 g/mL) e 45 g/150 mL (30% de juazeiro - 0,3 g/mL), e variando-se o tempo de agitação em 3, 4 e 5 minutos.

Todos os valores preliminares foram definidos por VASCONCELOS (2017), porém as quantidades de raspas para a produção da espuma foram reduzidas, a fim de ter uma economia da matéria prima, mantendo-se as mesmas concentrações estabelecidas pelo autor citado.

3.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DA ESPUMA

3.4.1 Estabilidade da espuma

A estabilidade da espuma foi avaliada através do método em que aproximadamente 10 gramas da espuma foram depositados em um filtro de nylon apoiado em um funil e em uma proveta de 25 mL, mantidas nas temperaturas de secagem dos experimentos, 50° C, 60 °C e 70° C conforme demonstrado na Figura 3.5. As análises foram realizadas em triplicata, mantendo o sistema em uma estufa de circulação de ar por 90 minutos, sendo o volume drenado medido de 10 em 10 minutos, uma vez que a estabilidade da espuma é inversamente proporcional ao volume de líquido drenado na proveta (PEREIRA, 2015).

Figura 3.5 – Sistema utilizado para a avaliação da estabilidade da espuma.

Fonte: Autor

3.4.2 Densidade da espuma

Para a determinação da densidade da espuma, foi utilizado o mesmo método para a densidade do suco. As espumas foram colocadas em uma proveta de 100 mL até o preenchimento total do volume, e colocadas em uma balança semi-analítica da marca Shimadzu modelo BL3200H, conforme a Figura 3.6 sendo o cálculo da densidade feito através da Equação 1.

Figura 3.6 – Método utilizado para determinar a densidade da espuma.

Fonte: Autor

3.4.3 Porcentagem de expansão da espuma

Pelo cálculo das densidades do suco e da espuma foi possível determinar o percentual de expansão da espuma, através da Equação 2:

$$\%expansão = \frac{\frac{1}{\rho espuma} - \frac{1}{\rho suco}}{\frac{1}{\rho suco}} \times 100\% \quad (2)$$

Onde,

ρ_{suco} = densidade do suco (g/mL);

ρ_{espuma} = densidade da espuma (g/mL);

3.4.4 Incorporação de ar (*over run*)

A determinação do *over run* foi feita avaliando o volume do suco do juazeiro em um béquer antes e depois da batedura, como mostrado na Figura 3.7. Uma vez que o volume de ar introduzido na solução é diretamente relacionado com a capacidade de incorporação de ar, e essa capacidade determinada pelo volume de espuma formado.

Para a análise, 100 mL do suco preparado para cada concentração, foi submetido a forte agitação nos tempos pré-determinados no planejamento fatorial, e a expansão observada. O cálculo da incorporação de ar foi feito pela Equação 3.

Figura 3.7 – Volume do suco do juazeiro (a) antes da agitação e (b) após agitação.

(a) (b)

Fonte: Autor

$$(\%)over\ run = \frac{V_f - V_i}{V_i} \times 100\% \quad (3)$$

Onde:

V_i = Volume inicial do líquido;

V_f = Volume da espuma formada após agitação;

3.4.5 Umidade

Foi utilizado o método gravimétrico para determinar o teor de umidade, onde 1 grama da espuma foi levado à estufa a 105°C por 24 horas. Após o tempo determinado,

o teor de umidade foi calculado pela diferença de massa no início e fim da análise (IAL, 2008).

3.5 SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA (*FOAM-MAT DRYING*)

3.5.1 Planejamento experimental fatorial completo

A cinética de secagem em camada de espuma da entrecasca do juazeiro foi realizada de acordo com um planejamento fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais, totalizando 11 experimentos. Foram observadas as influências das variáveis de entrada (variáveis independentes): tempo de agitação (*tag*); concentração de juazeiro ($C_{juá}$) e temperatura de secagem (*T*) nas variáveis de saída (variáveis dependentes: tempo de secagem e umidade final do produto).

Nas Tabelas 3.1 e 3.2 são apresentadas as variáveis de entrada e seus respectivos níveis e a matriz do planejamento experimental, respectivamente. As variáveis de entrada, assim como seus níveis foram determinados por testes preliminares realizados por Vasconcelos (2017) e Moreira (2018). A fim de considerar a aleatoriedade do planejamento, os experimentos não foram feitos na mesma ordem apresentada na Tabela 3.2.

Tabela 3.1 – Valores das variáveis independentes.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	+1
Tempo de agitação (min)	3	4	5
Concentração de Juazeiro (g/mL)	0,1	0,2	0,3
Temperatura de secagem (°C)	50	60	70

Fonte: Autor

Tabela 3.2 – Matriz do planejamento fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais.

Experimentos	Variáveis independentes		
	t_{ag} (min)	$C_{juá}$ (g/mL)	T (°C)
1	3 (-1)	0,1 (-1)	50 (-1)
2	5 (1)	0,1 (-1)	50 (-1)
3	3 (-1)	0,3 (1)	50 (-1)
4	5 (1)	0,3 (1)	50 (-1)
5	3 (-1)	0,1 (-1)	70 (1)
6	5 (1)	0,1 (-1)	70 (1)
7	3 (-1)	0,3 (1)	70 (1)
8	5 (1)	0,3 (1)	70 (1)
9	4 (0)	0,4 (0)	60 (0)
10	4 (0)	0,4 (0)	60 (0)
11	4 (0)	0,4 (0)	60(0)

tag – tempo de agitação; c – concentração de juazeiro; T – temperatura de secagem

Fonte: Autor

3.5.2 Ensaios de secagem em camada de espuma

A espuma obtida de acordo com o planejamento experimental fatorial completo (Tabela 3.2), foi depositada em bandejas de zinco galvanizado, com 1 mm de espessura, sem bordas laterais e com o fundo removível, previamente pesada com o auxílio de uma balança semi analítica, sendo mantida constante a espessura da espuma de 5 mm em todos os experimentos realizados, e colocadas em uma estufa de circulação de ar (marca Solab modelo SL102).

A bandeja contendo a espuma (Figura 3.8) foi pesada em intervalos de tempos: nos primeiros 30 minutos, a bandeja foi pesada de 5 em 5 minutos, em seguida de 10 em 10 minutos, e à medida que a variação do valor obtido após a pesagem diminuía, o intervalo entre uma pesagem e outra aumentava, até não haver mais variação na massa do sistema, que é o indicativo que se atingiu o equilíbrio.

Figura 3.8 – Bandeja utilizada na secagem do juazeiro: a) espuma disposta na bandeja e b) espessura da camada de espuma.

(a) (b)

Fonte: Autor

Ao final do processo, o pó obtido foi armazenado em sacos plásticos com fechamento hermético, e colocados em potes de acrílico, com fechamento hermético e sílica no seu interior para análises posteriores.

Figura 3.9 – a) pó obtido ao final da secagem armazenados em sacos plásticos e b) pote de armazenamento.

(a) (b)

Fonte: Autor

3.5.3 Cinética de secagem

Utilizando os dados obtidos durante o processo de secagem, foi possível obter a razão de umidade adimensional (*RU*) utilizada nos modelos cinéticos, obtido através da Equação 4.

$$RX = \frac{X_{bs}}{X_{bs0}} \quad (4)$$

Onde:

X_{bS} = umidade em base seca;

X_{bS0} = umidade em base seca inicial;

Por sua vez a umidade em base seca foi calculada pela razão entre a água eliminada e a massa seca presente na amostra, conforme é mostrada na Equação 5:

$$X_{bS} = \frac{(m_i - m_f)}{m_{ss}} \quad (5)$$

Onde:

m_i = massa inicial da amostra (g);

m_f = massa final (g);

m_{ss} = massa de sólidos secos da amostra (g);

Com os valores calculados, e os valores obtidos dos experimentos de secagem, foi possível plotar as curvas de cinética de secagem (Gráfico RX x tempo de secagem) o que permitiu a observação do comportamento do processo.

3.5.4 Ajustes dos modelos matemáticos aos dados experimentais

Para o ajuste das curvas de secagem foram utilizados os dados experimentais obtidos durante os experimentos, as equações dos modelos matemáticos mostrados na Tabela 2.2 do item 2.3.2 e o software Statistica® 10.0 da Statsoft.

3.6 SECAGEM POR LIOFILIZAÇÃO

Foi realizado a liofilização do composto vegetal das raspas do juazeiro no Laboratório de Ambientes Recifais e Biotecnologia com Microalgas – LARBIM, com o intuito de obter o pó para realização das análises físico-químicas e químicas para servirem de comparação com os pós obtidos pela secagem em camada de espuma.

3.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA

O programa Statistica® 10.0 foi utilizado para o cálculo dos principais efeitos e as interações das variáveis independentes (concentração de juazeiro, tempo de agitação e temperatura de secagem) sobre as variáveis dependentes (umidade final do produto e tempo de secagem), assim como a influência das variáveis independentes sobre as características físicas da espuma e do pó obtido.

3.8 ANÁLISES FÍSICAS E QUÍMICA DOS PÓ OBTIDO

3.8.1 Rendimento teórico

O rendimento teórico do pó foi determinado através da Equação 6, que mostra a relação entre a massa de espuma utilizada no início do processo e massa de pó obtida ao final da secagem.

$$rendimento(\%) = \frac{m_{pó}}{m_{esp}} x\ 100\% \quad (6)$$

Onde:

$m_{pó}$ = massa de pó obtido ao final da secagem (g);

m_{esp} = massa da espuma utilizada no início da secagem (g);

3.8.2 Atividade de água

A atividade de água foi medida através da leitura no medidor de atividade de água Novasina LabMaster-aw. As medidas foram feitas em triplicata, pela pesagem de

0,5 g da amostra em cápsulas adequadas ao equipamento, mantendo-se a temperatura da leitura do equipamento a 30°C.

3.8.3 Solubilidade em água

O método utilizado para determinar a solubilidade do pó em água foi baseado nas alterações que Cano-Chauca *et al*. (2005) realizaram no método de Eastman e Moore (1984). Amostras de 0,5 g de pó foram adicionados a 50 mL de água destilada, e submetidas a vigorosa agitação para promover a homogeneização da solução em um agitador de soluções da marca Phoenix Luferco, modelo AP 56 com motor de 3800 rpm.

Em seguida, a solução foi centrifugada em uma centrifuga refrigerada da marca Novatecnica, 4500 rpm por 5 minutos. Após esse tempo, uma alíquota de 12,5 mL do sobrenadante foi colocada em uma placa de Petri, previamente tarada, e levada para estufa a 105 °C até a evaporação total da água. Os experimentos foram feitos em triplicata. A solubilidade foi calculada através da Equação 7:

$$\%Solubilidade = \frac{(m_{residual} - m_{tara}) * V_{solução}}{V_{aliquota} * m_{amostra}} x100\% \quad (7)$$

Onde:

$m_{residual}$ = massa residual após a evaporação da água (g);
m_{tara} = massa da placa de Petri vazia (g);
$V_{solução}$ = volume total da solução (mL);
$V_{aliquota}$ = volume da alíquota submetida à secagem (mL);
$m_{amostra}$ = massa inicial da amostra (g);

3.8.4 Sólidos solúveis totais (°Brix)

As análises foram realizadas em triplicata, tendo seu resultado expresso em °*Brix*, através da diluição de 1 g do pó em 10 mL de água destilada. O conteúdo foi agitado em um agitador de soluções da marca Phoenix Luferco, modelo AP 56 com motor de 3800 rpm para a uniformização das partículas suspensas, porém foi observado a formação de espuma durante a agitação, e por isso, foi necessário filtrar o conteúdo em filtro de Nylon afim de separar a espuma do líquido.

A medida do °*Brix* foi realizada a temperatura ambiente (25 °C) com leitura direta em refratômetro Nova Instruments, colocando três gotas da solução no equipamento e efetuando a leitura (IAL, 2008).

3.8.5 Potencial hidrogeniônico (pH)

O pH do pó foi medido através da leitura de uma solução feita com 1 g do pó diluído em 10 mL de água em um medidor de pH metro digital da marca Del Lab, com eletrodo de vidro, devidamente calibrado com soluções tampão de pH 7,00 e 4,00.

A solução foi submetida a agitação em um agitador de soluções da marca Phoenix Luferco, modelo AP 56 com motor de 3800 rpm por 1 minuto. Foi observada a formação de espuma devido a agitação, por isso, a solução foi filtrada com o auxílio de filtros de Nylon afim de separar a espuma do líquido. Em seguida a leitura foi feita em triplicata.

3.8.6 Obtenção do extrato para identificação de saponinas

Foi produzido um extrato dos pós a fim de realizar a identificação e quantificação das saponinas presente nos pós de juazeiro obtidos. Foram pesados 1 g de pó e diluído em 50 mL de água destilada, a solução foi agitada por 2 minutos em um agitador de solução da marca Phoenix Luferco, modelo AP 56 a 3800 rpm para a homogeneização da solução.

Em seguida a solução foi deixada em repouso por 30 minutos e filtrada. O líquido filtrado foi colocado em béqueres de 50 ml e colocado em uma estufa de circulação de ar (Solab modelo SL102) a 40°C até que ocorresse completa evaporação da água.

O extrato resultante foi encaminhado para o Laboratório Multiusuário de Caracterização e Análise (LMCA-IPEFARM), mantido ao abrigo da luz, a temperatura de 20ºC até o momento de sua utilização.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE DO SUCO

O suco produzido a partir das raspas da entrecasca do juazeiro batido em água foi analisado quanto ao potencial hidrogeniônico e ao teor de sólidos solúveis totais (*SST*) antes do processo de produção da espuma e posterior secagem. Os resultados são mostrados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Resultado das análises de pH e SST e densidade realizadas no suco das raspas do juazeiro.

$C_{juzeiro}$ *(%)*	*pH*	*SST (°Brix)*	ρ *(g/mL)*
10	5,52±0,01	1,66±0,25	1,00±0,0015
20	5,3±0,19	2,73±0,25	1,00±0,004
30	5,88±0,05	2,9±0,69	1,00±0,0006

Fonte: Autor

Com os resultados foi observado que o suco do juaziero apresenta um pH ácido, ficando entre 5,3 e 5,9 e seu teor de sólidos solúveis varia de 1,66 a 2,9.

Na literatura é possível encontrar valores de pH dentro da faixa encontrada nesse estudo, como Almeida *et al*. (2017) que realizaram um estudo físico-químico na casca de juazeiro (*Ziziphus joazeiro*) obtidos no município de Ibirajuba - PE, e encontraram um valor médio para o pH de 5,00.

Oliveira *et al*. (2012) determinaram o pH de diferentes partes do juazeiro (caule e folhas) coletados em Mossoró - RN, encontrando valores para o pH do caule de 6,69 e para o pH das folhas de 7,07, sendo ambas as análises realizadas a 25 °C. Os autores relataram também que o pH de cascas de árvores em condições normais de temperatura e pressão (20 °C e 1 atm) devem ser entre 4 e 7, sendo assim os valores obtidos nas análises deste presente trabalho estão dentro do esperado.

O pH ótimo para o crescimento da maioria dos microrganismos tem sido estabelecido na faixa de 7,0 (JAY, LOESSNER e GOLDEN, 2005) ou seja, alimentos básicos estão mais suscetíveis a contaminação por microrganismos, logo os valores reportados nesse trabalho estão dentro da faixa desejável.

Já para os *SST*, Almeida *et al*. (2017) encontrou um valor médio para a casca do juazeiro de 1,00 °*Brix*, menor do que os valores encontrados nesse trabalho.

Por outro lado, Cavalcanti *et al*. (2011) determinaram os *SST* do fruto do juazeiro, obtendo um valor de 53,1 °*Brix*, diferindo muito dos valores encontrados para a entrecasca do juazeiro. De acordo com Chitarra e Chitarra (2005) o teor de açúcar normalmente constitui cerca de 85% do teor de sólidos solúveis totais. logo, os frutos normalmente apresentam valores de *SST* elevados.

A densidade encontrada foi um valor médio de 1,00 g/mL, igual a densidade da água, uma vez que o suco é produzido batendo-se as raspas em água.

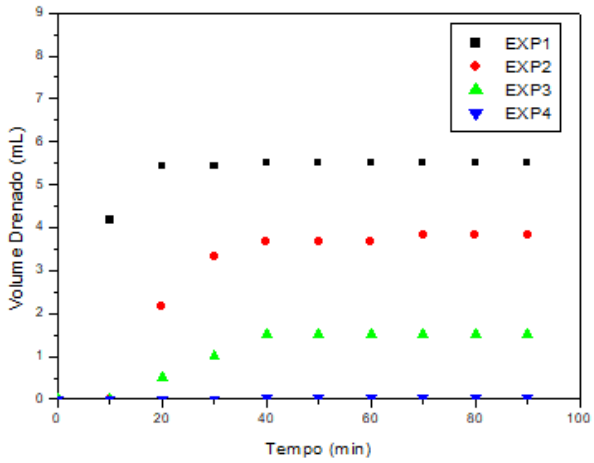
4.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DA ESPUMA

A interferência das variáveis independentes: tempo de agitação e concentração de raspas de entrecasca de juazeiro foram estudadas, nas características físicas da espuma obtida, uma vez que essas características são de grande importância para assegurar uma boa eficiência no processo de secagem. Por sua vez, a temperatura de secagem não foi considerada no estudo da densidade, porcentagem de expansão, incorporação de ar (*over run*) e umidade da espuma, uma vez que a mesma não tem influência na obtenção da espuma, e consequentemente nas suas características. A temperatura foi considerada apenas no estudo da estabilidade da espuma.

4.2.1 Estabilidade da espuma

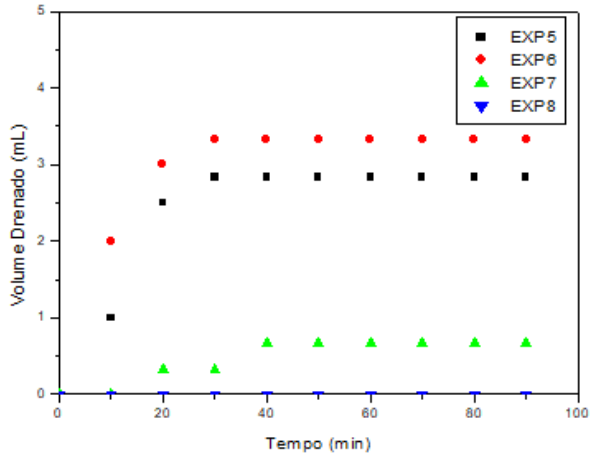
Para o estudo da estabilidade no presente trabalho, inicialmente foram analisadas as condições na temperatura de 50 °C (Figura 4.1), 70 °C (Figura 4.2) e 60ºC (Figura 4.3).

Figura 4.1 – Estabilidade da espuma para a temperatura de 50 °C nas condições: Exp 1 (t_{ag} = 3 min e C = 0,1 g/mL); Exp 2 (t_{ag} = 5 min e C = 0,1 g/mL); Exp 3 (t_{ag} = 3 min e C = 0,3 g/mL) e Exp 4 (t_{ag} = 5 min e C = 0,3 g/mL).



Fonte: Autor

Figura 4.2 – Estabilidade da espuma para a temperatura de 70 °C nas condições: Exp 5 (t_{ag} = 3 min e C = 0,1 g/mL); Exp 6 (t_{ag} = 5 min e C 0,1 g/mL); Exp 7 (t_{ag} = 3 min e C = 0,3 g/mL) e Exp 8 (t_{ag} = 5 min e C = 0,3 g/mL).



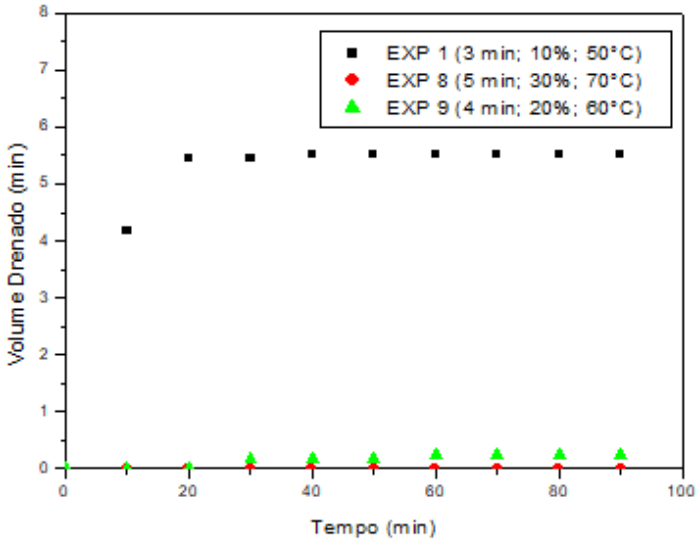
Fonte: Autor

Analisando as Figuras 4.1 e 4.2 foi observado que as condições com maior concentração de juazeiro tiveram os menores valores de volume drenado, para 50 °C os experimentos 3 e 4, e para 70 °C os experimentos 7 e 8. Observando a temperatura, notou-se que para os experimentos a 70 °C os volumes drenados foram menores, sendo que para os experimentos 7 e 8, cuja concentração de juazeiro é maior, os valores de volume drenado foram 0,67 mL para o experimento 7 e zero para o experimento 8, o que indica

que para maiores temperaturas e maior concentração de juazeiro a espuma torna-se mais estável, pois em temperaturas maiores a água presente evapora mais rapidamente o que faz com que as moléculas não se rearranjem.

Essa análise também pode ser observada na Figura 4.3 quando são comparados os experimentos realizados nas condições dos fatoriais máximos, (5 min; 30%; 70 °C), mínimos (3 min; 10%; 50 °C) e centrais (4 min; 20%; 60 °C).

Figura 4.3 - Estabilidade da espuma para o Ponto Máximo (30% de Juá; 5 minutos de agitação; 70°C); Ponto Mínimo (10% de Juá; 3 minutos de agitação; 50°C); Ponto Central (20% de Juá; 4 minutos de agitação; 60°C).



Fonte: Autor

Pela Figura 4.3 foi observado que a espuma nas condições máximas do planejamento fatorial experimental é a que possui maior estabilidade, pois não teve volume drenado durante os 90 minutos. A espuma com menor estabilidade foi a espuma nas condições do fatorial mínimo, onde foi observado o desprendimento de 4 mL nos primeiros 10 minutos da análise e 5,5 mL de líquido em 90 minutos. Nas condições centrais do planejamento, ocorreu um desprendimento de 0,23 mL aos 90 minutos de análise.

Segundo Cruz (2013) a estabilidade da espuma durante o processo de secagem é fundamental para um bom andamento do processo e boa qualidade do produto final, uma vez que espumas são sistemas termodinamicamente instáveis, o que explica a

importância de estudar a sua habilidade de resistir à perda de bolhas de ar durante o processo (LAU e DICKINSON, 2004).

As espumas que não desestabilizam ou colapsam por pelo menos uma hora, são as mais indicadas para o processo de secagem (KUDRA e RATTI, 2006). Dantas (2010) cita que a estabilidade é determinada pelo inverso do volume drenado, ou seja, quanto menor o volume desprendido da espuma, mais estável ela é considerada, e consequentemente, melhores serão os resultados no processo de secagem.

Diversos fatores podem interferir na estabilidade da espuma formada, tais como: tempo de agitação, tipo e quantidade do agente espumante.

Comparando com os dados de Moreira (2018), que analisou a estabilidade da espuma da entrecasca do juazeiro cujas raspas foram armazenadas sob refrigeração, nas mesmas condições máximas (t_{ag} = 5 min; C = 0,3 g/mL e T = 70 °C), foi observado que nenhum volume foi drenado ao final da análise. Também foi observado que ao diminuir a temperatura e o tempo de agitação, houve um aumento do volume drenado que chegou a ser de 0,7 mL, o que pode ser explicado pela influência direta na introdução de ar no sistema pela agitação, e quanto maior for a quantidade de ar no material, maior será a estabilidade.

No presente estudo, as raspas do juá foram mantidas sob refrigeração em um freezer, durante os estudos, e anteriormente às análises, deixadas em temperatura ambiente antes de serem utilizadas. A maneira como as raspas da entrecasca do juazeiro fora armazenada pode ter influenciado na estabilidade, uma vez que quando comparado com os valores de Moreira (2018) o volume drenado obtido são maiores para todas as condições, exceto para as condições do ponto máximo onde, no qual também não teve desprendimento de líquido durante a análise. Assim, o congelamento das raspas da entrecasca produziu uma espuma menos estável.

Comparando com partes de outras plantas, Oliveira *et al*., (2020) no estudo da espuma da folha da graviola, observaram o desprendimento de 2,5 mL, 2,6 mL e 4,4 mL para condições mínimas, centrais e máximas do planejamento em 60 minutos, respectivamente.

Negreiros (2019) utilizou o juazeiro como agente espumante para a produção da espuma da Romã, e obteve um volume desprendido de 2,65 mL, 2,0 mL e 1 mL nas condições mínimas, centrais e máximas do planejamento, respectivamente.

Logo, os resultados obtidos para a estabilidade da espuma das raspas da entrecasca do juazeiro foram satisfatórios, uma vez que, mesmo com a possível

interferência da refrigeração das raspas, o maior valor drenado foi de 5,5 mL, nas condições mínimas, um valor compatível com os reportados na literatura (OLIVEIRA *et al*; 2020; NEGREIROS, 2019), indicando uma boa estabilidade da espuma obtida.

A análise estatística das variáveis independentes (concentração de juá e tempo de agitação) e suas interações sobre a estabilidade da espuma não apresentou significância estatística para o intervalo de 95% de confiança como ilustrado no digrama de Pareto do APÊNDICE A.

4.2.2 Densidade

Os resultados para a densidade da espuma são mostrados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Valores das densidades das espumas.

Experimentos	Condições	Densidade (g/mL)
1	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 10%	0,06±0,003
3	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 30%	0,07±0,01
2	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 10%	0,08±0,001
8	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%	0,09±0,02
9	t_{ag} = 4 min; $C_{juá}$ = 20%	0,06±0,004

Fonte: Autor

Através dos resultados da Tabela 4.2 foi observado que as densidades diminuem com a diminuição tanto da concentração de juazeiro e do tempo de agitação. Sendo o maior valor de densidade obtido para as condições do fatorial máximo (t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%), e o menor valor obtido nas condições do fatorial mínimo (t_{ag}= 3 min; $C_{juá}$ =10%).

Vasconcelos (2017) em seu estudo de definição de parâmetros para a secagem em camada de espuma do juazeiro, utilizou o armazenamento das raspas da entrecasca do juá na geladeira, e obteve valores de densidade compreendidos entre 0,1 e 0,08 g/mL.

Moreira (2018) em sua análise da secagem em camada de espuma da entrecasca do juazeiro, realizou um estudo físico-químico da espuma produzida por raspas também armazenadas em geladeiras, e obteve valores de densidade entre 0,09 e 0,08 g/mL.

Pelos valores obtidos nesse trabalho, foi observada uma diminuição no valor da densidade, o que pode ser explicado novamente, pelo fato de que no presente trabalho, as

raspas foram armazenadas em freezer promovendo seu congelamento, o que pode ter afetado também na densidade da espuma.

Comparando com estudos que utilizaram o juá como agente espumante, em seu estudo sobre a secagem em camada de espuma da romã, Negreiros (2019) utilizando o pó obtido de raspas de juazeiro como agente espumante, obteve valores para as densidades variando entre 0,13 e 0,60 g/cm^3.

De acordo com Kudra e Ratti (2006) espumas com baixos valores de densidade apresentam maior estabilidade e mais facilidade para a remoção da água durante a secagem. Quanto menor o valor da densidade, maior é a difusão da água pela espuma, diminuindo assim a umidade de equilíbrio (THUWAPANICHAYANAN, PRACHAYAWARAKORN e SOPONRONNARIT, 2012).

Logo, os valores encontrados nesse trabalho encontram-se dentro da faixa considerada ótima para o processo de secagem em camada de espuma.

A análise estatística das variáveis independentes (concentração de juá e tempo de agitação) e suas interações sobre a densidade da espuma não apresentou significância estatística para o intervalo de 95% de confiança como ilustrado no digrama de Pareto do APÊNDICE B.

4.2.3 Porcentagem de expansão da espuma

Os valores da porcentagem de expansão da espuma são mostrados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Valores da porcentagem de expansão das espumas.

Experimentos	Condições	% Expansão
1	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 10%	1440±0,9
3	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 30%	1215±0,13
2	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 10%	1109±0,26
4	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%	1058±0,26
9	t_{ag} = 4 min; $C_{juá}$ = 20%	1480±0,89

Fonte: Autor

O maior valor de expansão foi obtido no experimento 1, nas condições do fatorial mínimo do planejamento (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 10%). Nesse experimento a expansão

foi de 1440%. E o menor valor obtido foi para o experimento 4, nas condições do fatorial máximo (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 30%), sendo o valor da expansão de 1058%.

Menores valores de densidade indicam maior incorporação e retenção do ar, o que aumenta a expansão (CRUZ, 2013). Segundo Silva (2012) a expansão da espuma é diretamente relacionada à massa específica da mesma, ou seja, quanto maior a expansão, menor a densidade. Quanto mais aerada e porosa for à espuma, melhor será o estudo da densidade.

Logo foi observado que os maiores valores de expansão obtidos nos experimentos 1 (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 10%) e experimento 9 (t_{ag} = 4 minutos e $C_{juá}$ = 20%), apresentaram os menores valores para a densidade, de 0,0628 e 0,0637 g/cm^3, respectivamente.

O menor valor de expansão obtido foi para o experimento 4 nas condições do fatorial máximo do planejamento (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 30%). Segundo Bag, Srivastav e Mishra (2011) o aumento da viscosidade do líquido pode aprisionar o ar durante a agitação mecânica, por isso o aumento da concentração das raspas da entrecasca do juazeiro na espuma, provavelmente, causou um aumento na viscosidade do suco, dificultando assim o aprisionamento do ar, o que justifica a diminuição da expansão da espuma com o aumento da concentração no suco.

De acordo com Dantas (2010), a expansão da espuma acima de 100% é ideal para o processo de secagem.

A análise estatística das variáveis independentes (concentração de juá e tempo de agitação) e suas interações sobre a porcentagem de expansão da espuma não apresentou significância estatística para o intervalo de 95% de confiança como ilustrado no digrama de Pareto do APÊNDICE C.

4.2.4 Incorporação de ar na espuma (*over run*)

Os valores obtidos nos ensaios de incorporação de ar (%) da espuma das raspas da entrecasca do juazeiro são mostrados na Tabela 4.4.

Para os os experimentos 2 (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 10%) e 4 (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 30%) foram observados os maiores valores, tendo, ambos, 400% de incorporação de ar.

Tabela 4.4 – Valores da porcentagem de incorporação de ar das espumas.

Experimentos	Condições	*Over run (%)*
1	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 10%	100
3	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 30%	100
2	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 10%	400
4	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%	400
9	t_{ag} = 4 min; $C_{juá}$ = 20%	100

Fonte: Autor

Os menores valores para a incorporação de ar foram obtidos nos experimentos 1 (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 10%) e 3 (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 30%) tendo sido, para ambos, 100% de incorporação de ar.

Diante desses dados, foi observado que os maiores valores de porcentagem de incorporação de ar foram obtidos nos experimentos com maior tempo de agitação (experimentos 2 e 4), e os menores valores para os experimentos com menor tempo de agitação (experimentos 1 e 3). Segundo Figueredo, Ribeiro e Sabadini (1999) a agitação provoca a dispersão do ar na mistura, logo, agitando o suco por mais tempo é possível obter uma maior dispersão de ar no sistema, o que explica a maior incorporação de ar com o aumento do tempo de agitação.

Vasconcelos (2017) em seu estudo físico da espuma da entrecasca do juazeiro, obteve valores de incorporação de ar de 325% para a máxima concentração de juá.

Negreiros (2019) em sua análise da espuma da romã utilizando o pó da entrecasca do juá como agente espumante, obteve valores de incorporação de ar variando entre 100 e 691%, sendo o maior valor para condições com maior concentração do agente espumante.

A análise estatística das variáveis independentes (concentração de juá e tempo de agitação) e suas interações sobre a incorporação de ar da espuma não apresentou significância estatística para o intervalo de 95% de confiança como ilustrado no digrama de Pareto do APÊNDICE D.

4.2.5 Umidade da espuma

Os valores obtidos para o teor de umidade em base úmida estão listados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Valores da umidade da espuma da entrecasca do Juá em base úmida.

Experimentos	Condições	Umidade ($X_{b.u}$)
1	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 10%	93,69±0,00%
3	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 30%	82,39±0,01%
2	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 10%	93,61±0,00%
4	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%	83,64±0,01%
9	t_{ag} = 4 min; $C_{juá}$ = 20%	90,33±0,00%

Fonte: Autor

De uma maneira geral foi observado que a umidade não sofreu bruscas alteração com a modificação das condições de produção da espuma.

O valor máximo de teor de umidade obtido foi de 93,69 ± 0,01% no experimento 1 (t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 10%) e 93,61 ± 0,00% no experimento 2 (t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 10%), ambos para experimentos com concentração de juazeiro de 10%. E o valor mínimo de umidade obtido foram nos experimentos 4 (t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%) e 3 (t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 30%), ambos para condições de concentração de juazeiro de 30%.

Os valores mostrados na Tabela 4.5 são elevados com comportamento dentro do esperado, fato que pode ser explicado devida a adição de água na produção do suco.

A análise estatística das variáveis independentes (concentração de juá e tempo de agitação) e suas interações sobre a umidade da espuma não apresentou significância estatística para o intervalo de 95% de confiança como ilustrado no digrama de Pareto do APÊNDICE E.

4.3 SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA

4.3.1 Planejamento experimental fatorial completo para análise estatística da secagem em camada de espuma

As variáveis dependentes do planejamento experimental fatorial foram: tempo final de secagem e a umidade final do material mostradas na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Resultados obtidos da secagem da espuma do juazeiro.

Experimentos	Variáveis independentes			Variáveis dependentes	
	t_{ag} (min)	$C_{juá}$ (%)	T(°C)	$t_{secagem}$ (min)	$X_{(b.s)final}$
1	3 (-1)	10 (-1)	50 (-1)	180	0,059
2	5 (1)	10 (-1)	50 (-1)	180	0,048
3	3 (-1)	30 (1)	50 (-1)	190	0,147
4	5 (1)	30 (1)	50 (-1)	150	0,006
5	3 (-1)	10 (-1)	70 (1)	110	0,002
6	5 (1)	10 (-1)	70 (1)	120	0,004
7	3 (-1)	30 (1)	70 (1)	120	0,034
8	5 (1)	30 (1)	70 (1)	110	0,006
9	4 (0)	20 (0)	60 (0)	130	0,052
10	4 (0)	20 (0)	60 (0)	130	0,139
11	4 (0)	20 (0)	60 (0)	130	0,117

Fonte: Autor

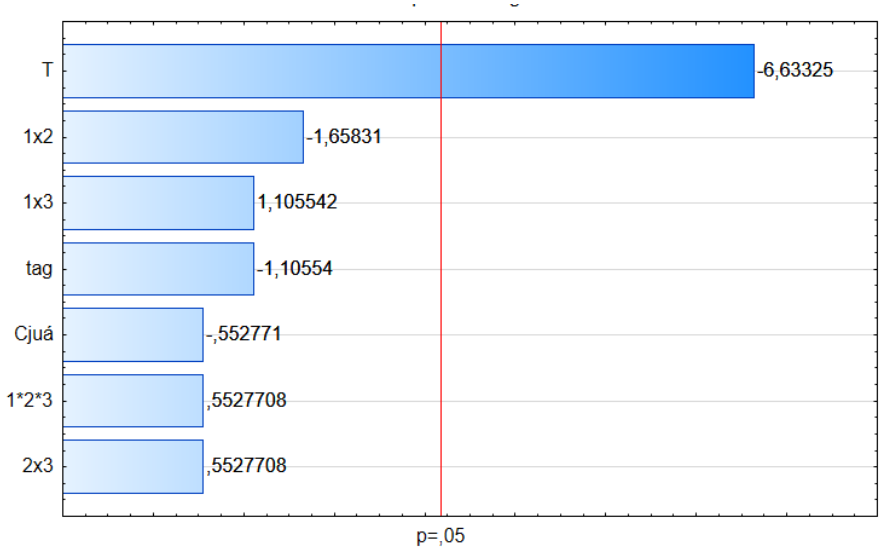
Tempo final de secagem

Pelos resultados mostrados na Tabela 4.6 foi observado que os menores tempos de secagem foram obtidos nos experimentos 5, 6, 7 e 8, cuja temperatura de secagem foi de 70 °C, o que reflete a influência da temperatura de secagem na secagem em camada de espuma das espumas da entrecasca do juazeiro. Notou-se ainda que, para os experimentos realizados a 50 °C teve-se os maiores tempos de secagem em relação às outras temperaturas.

Os experimentos com menor tempo de secagem foram os que apresentaram as espumas mais leves, mais estáveis e com maior incorporação de ar, que são fatores importantes considerando a secagem em camada de espuma, uma vez que quanto mais estável e leve for a espuma, a retirada da umidade do sistema ocorre de maneira mais rápida e fácil, com menor tempo de secagem e conversando as propriedades físico-químicas do material (LIMA, 2020).

A Figura 4.4 mostra o diagrama de Pareto utilizado como análise estatística, afim de avaliar a influência das variáveis independentes no tempo de secagem.

Figura 4.4 – Diagrama de Pareto do tempo final de secagem



Fonte: Autor

Analisando a Figura 4.4, observa-se que a única variável que afetou significativamente o tempo final de secagem foi a temperatura de secagem (T) no intervalo de confiança de 95%.

É possível observar também que a temperatura de secagem exerce uma influência de sinal negativo (-6,63325) na variável dependente, o que significa que quanto maior a temperatura utilizada, menor será o tempo final de secagem. Segundo Strumillo e Kudra (1986), isso ocorre devido a transferência de calor aumentar conforme a temperatura aumenta, retirando assim uma maior umidade do material em menos tempo.

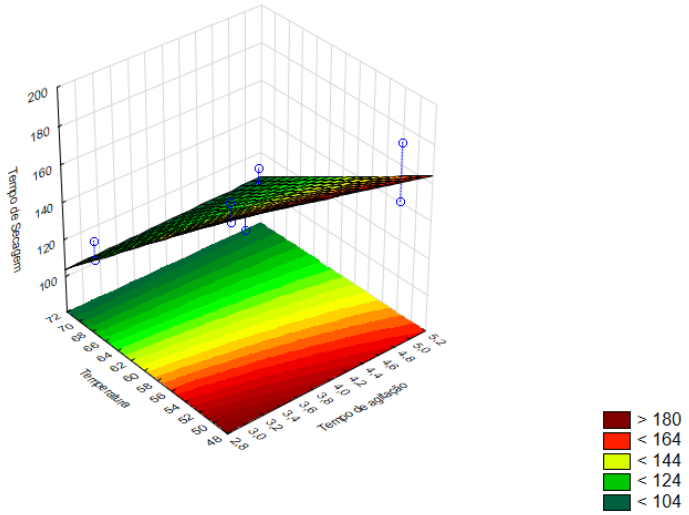
A partir da regressão linear dos dados experimentais do processo, gerou-se o modelo estatístico que representa a dependência entre as variáveis significativas, apresentado na Equação 8.

$$t_{secagem} = 320{,}91 - 3{,}000T \tag{8}$$

O modelo possui um coeficiente de determinação de (R^2) de 91,02% e um erro padrão de 163,6364 no intervalo de confiança de 95%.

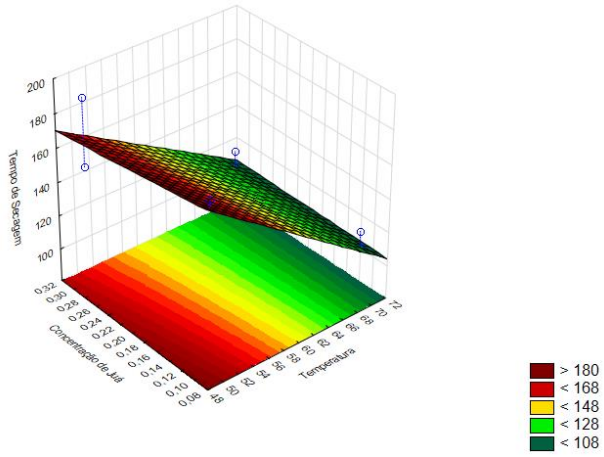
Nas Figuras 4.5 e 4.6 são apresentas as superfícies de resposta obtidas na análise estatística do tempo de secagem, mantendo constante a concentração de juá, tempo de agitação e temperatura de secagem no ponto médio.

Figura 4.5 - Superfície de resposta com a concentração de juá constante.



Fonte: Autor

Figura 4.6 Superfície de resposta com tempo de agitação constante.

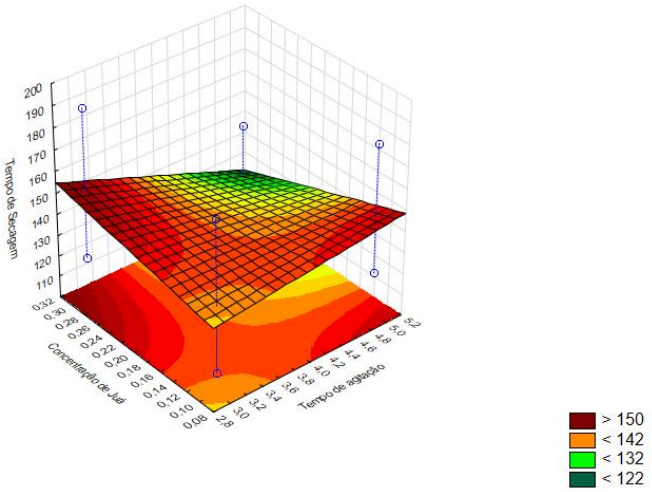


Fonte: Autor

Analisando as Figuras 4.5 e 4.6 é possível observar que para o tempo de agitação e para a concentração de juá constantes, a temperatura de secagem exerce influência significativa no tempo de secagem, comprovando o resultado obtido pelo diagrama de Pareto (Figura 4.4), com sinal negativo, ou seja, para valores de temperatura de secagem mais altos, menor foram os tempos de secagem. As variáveis concentração de juá e tempo

de agitação não apresentaram influência significativa na resposta, não obtendo grande variação entre os valores mínimos e máximos.

Figura 4.7 – Superfície de resposta com temperatura constante.



Fonte: Autor

Pela Figura 4.7, percebe-se que mantendo a temperatura constante, o tempo de agitação e a concentração de juá exercem pouca influência sobre o tempo final de secagem, não sendo estatisticamente significativas como mostrado pelo diagrama de Pareto. As interações entre as variáveis independentes também não apresentam significância estatística. Com isso, os melhores resultados para o processo de secagem em camada de espuma de raspas da entrecasca do juazeiro são encontrados para o maior valor de temperatura.

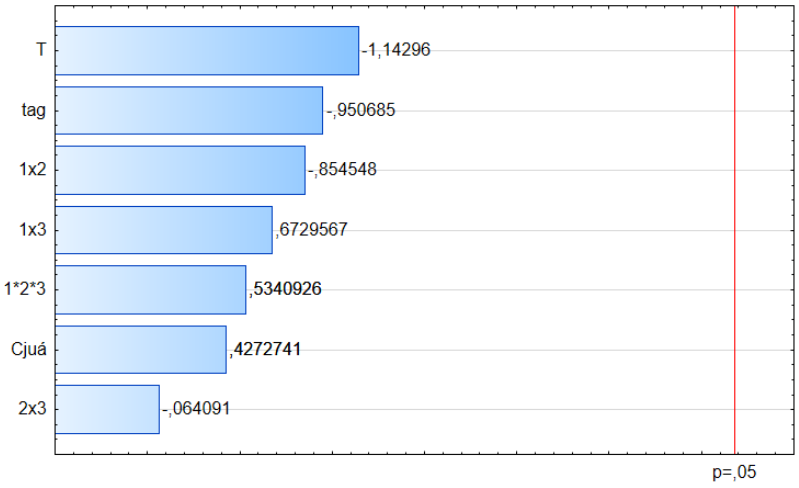
Umidade final em base seca

Para a umidade final em base seca foi observado que a menor umidade de equilíbrio alcançada foi de 0,002 (b.s) no experimento 5 e 0,004 (b.s) no experimento 6, e a maior umidade foi de 0,147 (b.s) no experimento 3.

Pelo diagrama de Pareto mostrado na Figura 4.8, nenhuma variável independente, nem suas interações, foram estatisticamente significativas para a variável resposta umidade final em base seca. As variações do ponto mínimo, central e máximo do planejamento não diferem entre si para a umidade, podendo escolher as condições

mínimas das variáveis independentes, tendo como vantagem a redução de gastos energéticos.

Figura 4.8 – Diagrama de Pareto para umidade em base seca



Fonte: Autor

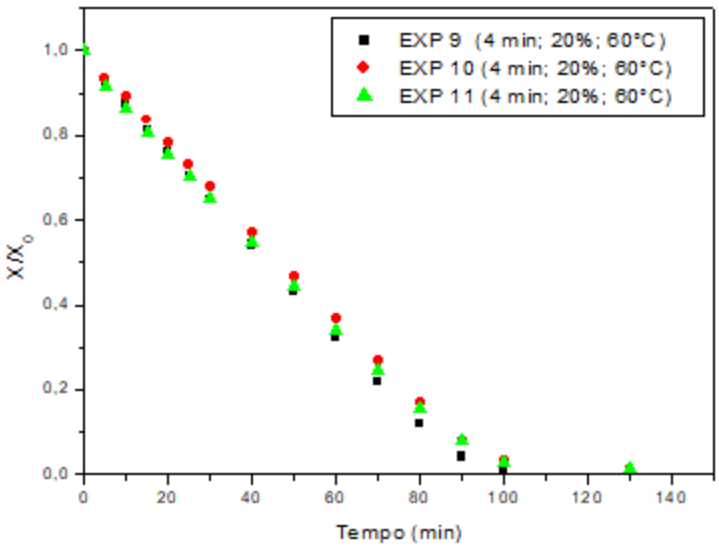
4.3.2 Cinética de secagem

As curvas de cinética de secagem da entrecasca do juazeiro em camada de espuma são mostradas nas Figuras 4.9, 4.10 e 4.11. As curvas foram plotadas pela razão de umidade adimensional ($R_X = X_{bs}/X_{bs0}$) em função do tempo de secagem (min) para as temperaturas 50 °C, 60 °C e 70 °C conforme o planejamento fatorial experimental mostrado na Tabela 4.6

Na Figura 4.9 são apresentadas as curvas das cinéticas de secagem nas condições do ponto central (experimentos 9, 10 e 11) do planejamento, com o intuito de acompanhar a reprodutibilidade da cinética de secagem da entrecasca do juazeiro.

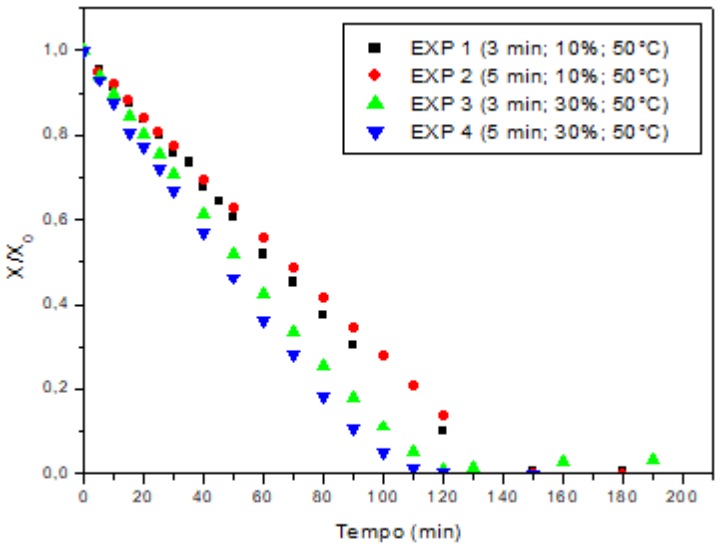
E sendo observado que existe uma boa reprodutibilidade das curvas de cinética de secagem no ponto central, que corresponde ao nível zero do planejamento fatorial mostrado na Tabela 4.6.

Figura 4.9 – Curvas da cinética da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro nos pontos centrais do planejamento fatorial completo nas condições: Experimentos 9, 10 e 11 (T = 60°C, t_{ag} = 4 min e $C_{juá}$ = 20%).



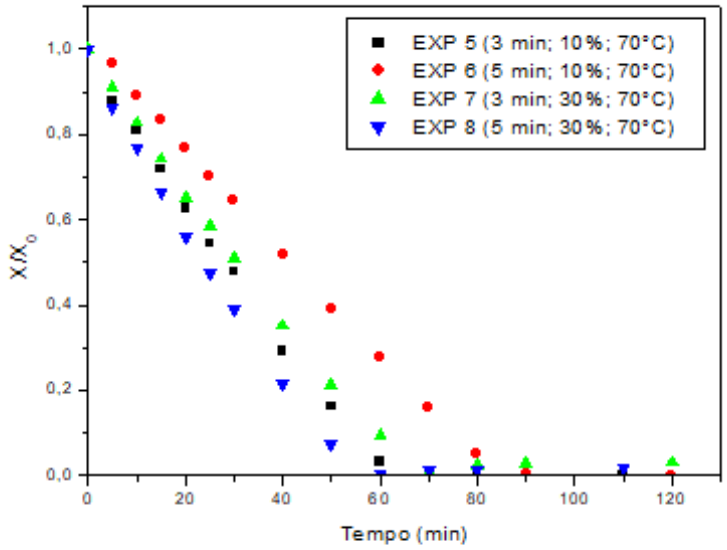
Fonte: Autor

Figura 4.10 – Curvas da cinética da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro para a temperatura de 50 °C.



Fonte: Autor

Figura 4.11 – Curvas da cinética da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro para a temperatura de 70 °C.



Fonte: Autor

Pelas Figuras 4.9 a 4.11 foi observado que para todos os experimentos houve um longo período de taxa de secagem constante seguido de um curto período de secagem a taxa decrescente.

Os menores tempos de secagem ocorreram nos experimentos para a maior temperatura (70 °C) e a temperatura do ponto central (60 °C). O menor tempo de secagem foi de 110 minutos para os experimentos 5 e 7, e o maior tempo foi de 190 minutos para o experimento 3.

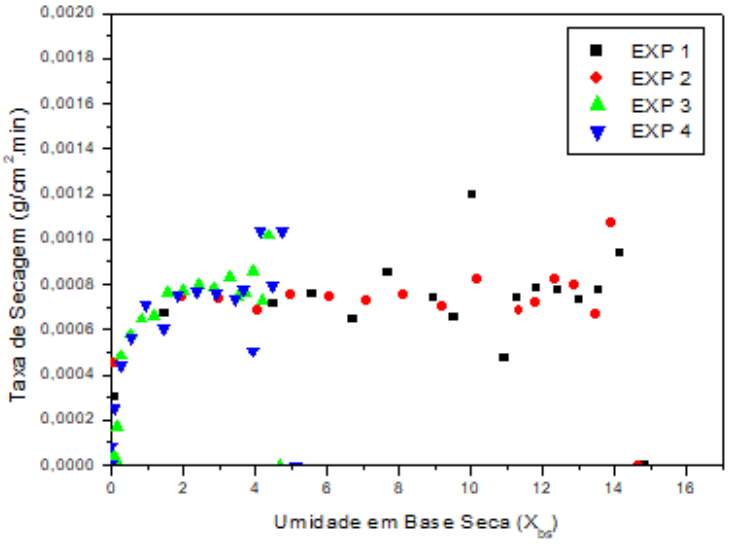
Ribeiro Neto (2020) obteve maiores tempos de secagem em camada de espuma do fruto do juazeiro de 230 e 510 minutos à temperatura de 50 °C correspondentes as espessuras de 0,3 e 0,7 cm, respectivamente.

De acordo com Ordóñez (2005) é comum, especialmente quando a secagem inicial é mais lenta, que substâncias como sais e açúcares sejam arrastadas do centro para a superfície onde se concentram e formam uma camada cristalizada, de aspecto pegajoso e impermeável, que dificulta a passagem de vapor d'água durante a secagem acarretando assim um maior tempo de processo.

Nas Figuras 4.12, 4.13 e 4.14 são mostradas as curvas da taxa de secagem (g/cm^2.min) em função da umidade em base seca (X_{bs}), nas temperaturas de 50°C, 60°C

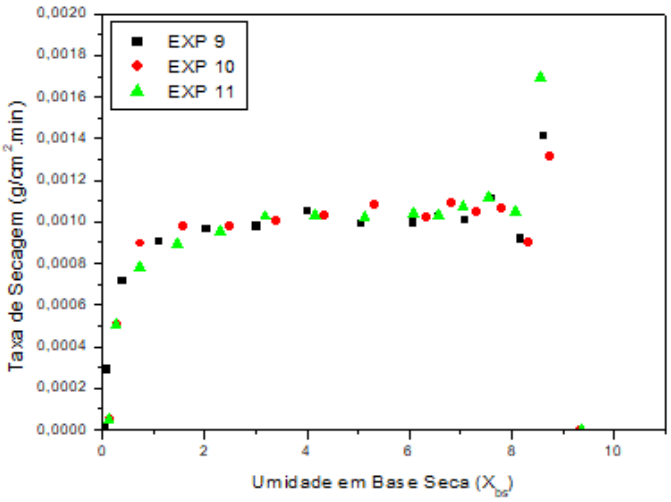
e 70°C, respectivamente, onde é possível observar os longos períodos de taxa constante e curtos períodos de taxa decrescente da secagem.

Figura 4.12 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos de 50°C.



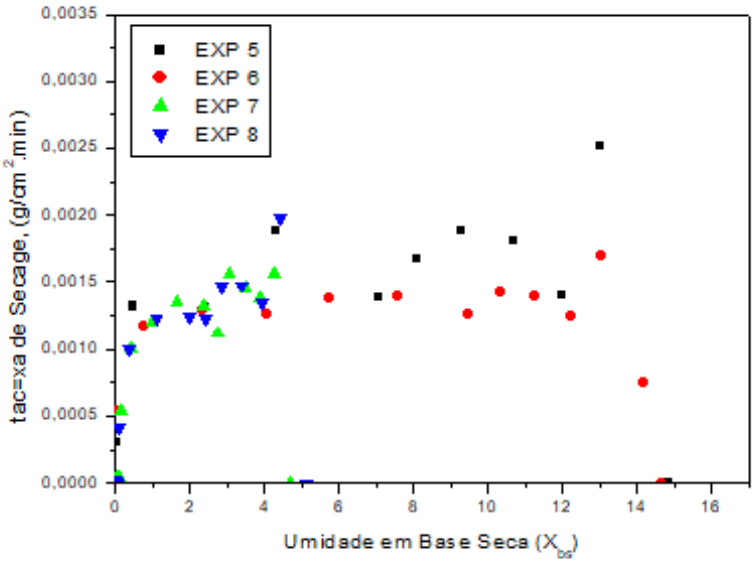
Fonte: Autor

Figura 4.13 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos de 60°C.



Fonte: Autor

Figura 4.14 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca para os experimentos de 70°C.



Fonte: Autor

4.3.3 Ajustes dos dados experimentais da secagem de rapas da entrecasca do juazeiro com modelos matemáticos

Para a escolha dos modelos que melhor se ajustaram aos dados experimentais da secagem de raspas da entrecasca do juazeiro foram considerados os seguintes critérios:

1. Inferência sobre o modelo usando o teste F:

- Cálculo da distribuição $F_{significância} = p\text{-}value$: Fornecido no Statistica 10.

- Teste de hipótese: $F_{significância} < p = 0,05$, o modelo proposto é estatisticamente significativo. Caso contrário, descartar o modelo proposto, pois não existe relação entre a variável dependente e as variáveis independentes.

2. Inferência sobre os coeficientes do modelo:

Existem três maneiras de verificar se os coeficientes são estatisticamente significativos ao nível de confiança de 95% ou nível de significância de 5%:

- Limite inferior e superior do coeficiente contém zero. Em caso afirmativo, há justificativas para descartar esse coeficiente;

- *p-level* do Statistica 10 é maior que 0,05. Em caso afirmativo, há justificativas para descartar esse coeficiente; e

- Valor crítico da distribuição *t* de *Student* é maior que *t-value* fornecido pelo o Statistica 10. Caso afirmativo, há justificativas para descartar esse coeficiente.

Na Tabela 4.7 são mostrados os coeficientes encontrados para as equações de cada um dos modelos de cinética de secagem testado, com seus respectivos coeficientes de determinação (R^2) e soma quadrática residual (*SQ*) para a temperatura de 50 °C. Com exceção do modelo Logaritimo, que forneceu valores de *RU* (razão da umidade) negativos para alguns tempos.

Tabela 4.7 - Resultados dos ajustes aos modelos estudados na temperatura de 50 °C.

Modelos	Parâmetros dos modelos matemáticos						
	k	*n*	*a*	*b*	*c*	R^2	*SQ*
Newton	0,01432	-	-	-	-	0,9625	0,5915
Page	0,00213	1,4571	-	-	-	0,9811	0,3014
Page Modificado	0,000858	1,6539	0,9467	-	-	0,9827	0,2758
Henderson e Pabis	0,01570	-	1,0758	-	-	0,9676	0,5129
Logaritmo	0,008606*	-	1,4374	-	-0,4080	0,9802	0,3150
Midilli, Kucuk e Yapar	0,0014*	1,5199	0,9589	-0,0003*	-	0,9835	0,2630

*Coeficientes não foram estatisticamente significativos a um nível de confiança de 95%.
k- coeficiente de secagem; *a, n* e *b e c*- parâmetros dos modelos;
Fonte: Autor

De acordo com a Tabela 4.7, os modelos Logaritmo e Midilli, Kucuk e Yapar apresentaram coeficientes que não são estatisticamente significativos a um nível de confiança de 95%, portanto, não existe evidência estatística para utilizar esses modelos. Sendo assim, os modelos que podem ser utilizados para representar o processo de secagem em camada de espuma das folhas de alecrim com espumante juá são Newton, Page, Page Modificado e Henderson e Pabis.

As equações ajustadas dos modelos que apresentaram coeficientes estatisticamente significativos estão representadas na Tabela 4.8.

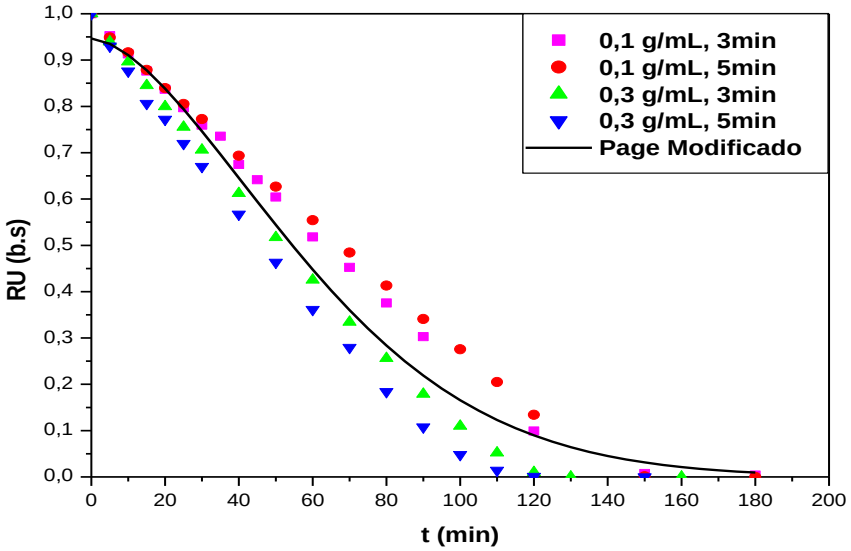
Tabela 4.8 - Equações dos modelos matemáticos estatisticamente significativos à cinética de secagem na temperatura de 50 °C.

Modelos matemáticos	Equações teóricas
Newton	$RU = \exp(-0{,}014329t)$
Page	$RU = \exp(-0{,}002132t^{-1{,}457109})$
Page Modificado	$RU = 0{,}946760\exp(-0{,}000858t^{1{,}653931})$
Henderson e Pabis	$RU = 1{,}075857\exp(-0{,}015704t)$

t - tempo de secagem (min); *k*- coeficiente de secagem; *a*, *n* e *b e c*- parâmetros dos modelos; RU - Razão de Umidade = X/X0
Fonte: Autor

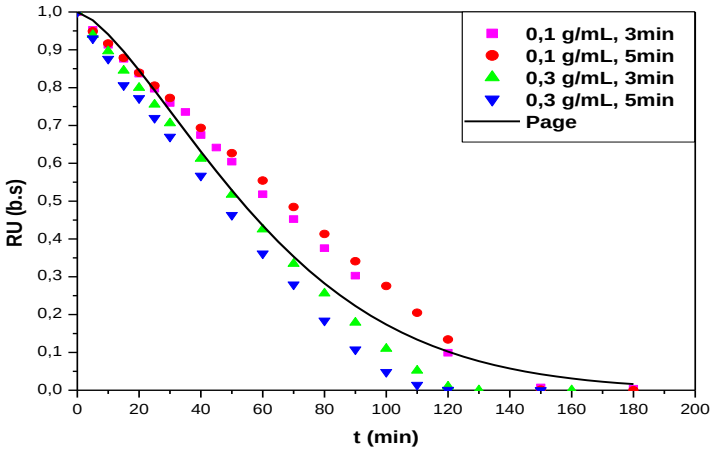
Nas Figuras 4.15, 4.16 estão representadas, respectivamente, as curvas de secagem com os ajustes dos modelos matemáticos de Page Modificado e Page, seguindo a ordem de maior valor de coeficiente de determinação (R^2). Os modelos de Newton e Henderson e Pabis constam no APÊNDICE F.

Figura 4.15 - Ajuste para o modelo de Page Modificado na temperatura de 50 °C.



Fonte: Autor

Figura 4.16 - Ajuste para o modelo de Page na temperatura de 50 °C.



Fonte: Autor

Os valores dos coeficientes para a temperatura de 60ºC, encontrados para as equações de cada um dos modelos testados, com seus respectivos coeficientes de determinação (R^2) e soma quadrática residual (SQ) são apresentados na Tabela 4.9. Os modelos Logaritmo e Midilli-Kukuc foram descartados, pois fornece valores maiores que a unidade, e valores negativos a partir do tempo de 118 minutos, respectivamente.

Tabela 4.9 - Resultados dos ajustes aos modelos estudados na temperatura de 60 °C.

Modelos	Parâmetros dos modelos matemáticos						
	k	*n*	*a*	*b*	*c*	R^2	*SQ*
Newton	0,01838	-	-	-	-	0,9752	0,2480
Page	0,00302	1,4574	-	-	-	0,9941	0,05895
Page Modificado	0,00130	1,6488	0,9466	-	-	0,9957	0,04303
Henderson e Pabis	0,02009	-	1,0754	-	-	0,9801	0,1991
Logaritmo*	0,01054	-	1,4675	-	-0,4414	0,9935	0,6506
Midilli, Kucuk e Yapar*	0,00211	1,5062	0,9596	-0,00050	-	0,9965	0,03442

Fonte: Autor

Para a temperatura de 60ºC os modelos que tiveram melhores ajustes aos dados experimentais foram os modelos Page Modificado, Page, Henderson e Pabis e Newton, seguindo a ordem de maior valor de coeficiente de determinação (R^2). Na Tabela 4.10 são apresentadas as equações ajustadas dos modelos que apresentam coeficientes estatisticamente significativos.

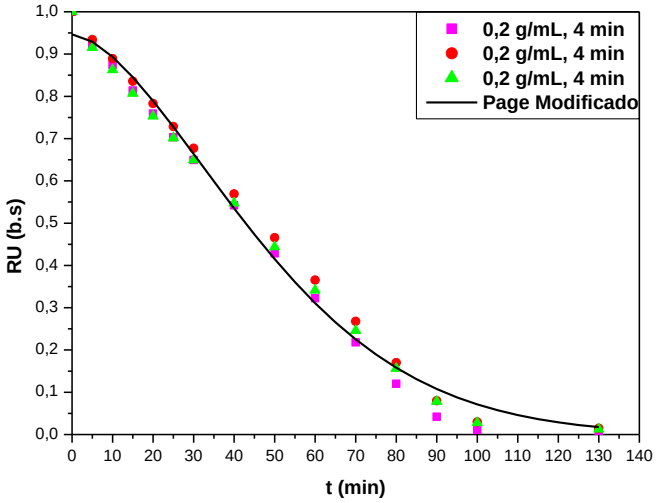
Tabela 4.10 - Equações dos modelos matemáticos estatisticamente significativos à cinética de secagem na temperatura de 60 °C.

Modelos matemáticos	Equações teóricas
Newton	$RU = \exp(-0{,}01838t)$
Page	$RU = \exp(-0{,}00302t^{-1{,}4574})$
Page Modificado	$RU = 0{,}9466\exp(-0{,}00130t^{1{,}6488})$
Henderson e Pabis	$RU = 1{,}0754\exp(-0{,}02009t)$

Fonte: Autor

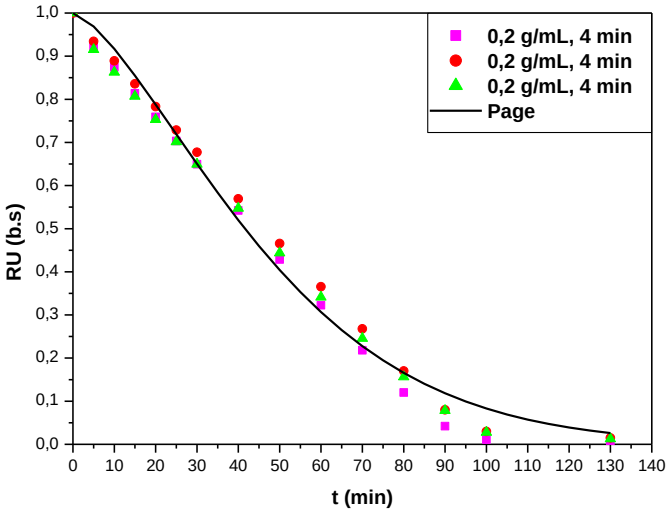
As curvas de secagem com os melhores ajustes dos modelos matemáticos para a temperatura de 60ºC estão representados nas Figuras 4.17, Page Modificado e 4.18, Page por ordem de prioridade de maior valor para os coeficientes de determinação (R^2). Os modelos de Newton e Hendersin e Pabis constam no APÊNDICE G.

Figura 4.17 - Ajuste para o modelo de Page Modificado na temperatura de 60 °C.



Fonte: Autor

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



Fonte: Autor

Os parâmetros encontrados para as equações dos modelos, na temperatura de secagem de 70ºC, estão apresentados na Tabela 4.11, com seus respectivos coeficientes de determinação (R^2) e erro padrão da estimativa (SQ).

Tabela 4.11 – Resultados dos ajustes aos modelos estudados na temperatura de 70 °C.

Modelos	Parâmetros dos modelos matemáticos						
	k	*n*	*a*	*b*	*c*	*R²*	*SQ*
Newton	0,0273	-	-	-	-	0,9580	0,5287
Page	0,00543	1,4518	-	-	-	0,9750	0,3175
Page Modificado	0,00336*	1,5696	0,9605	-	-	0,9757	0,3082
Henderson e Pabis	0,0297	-	1,0771	-	-	0,9623	0,4759
Logaritmo*	0,0196	-	1,2754	-	-0,02366	0,9722	0,3522
Midilli, Kucuk e Yapar*	0,00441*	1,4815	0,9685	-0,00037*	-	0,9762	0,3020

Fonte: Autor

De acordo com a Tabela 4.11, os modelos matemáticos que apresentam melhores resultados são os de Page (R^2 = 0,9750; *SQ* = 0,3175), seguido do modelo de Henderson e Pabis (R^2 = 0,9623; *SQ* = 0,4759) e modelos de Newton (R^2 = 0,9580; *SQ* = 0,5287).

O modelo de Logaritmo foi descartado pois fornece valores negativos a partir do tempo maior que 85 minutos. O modelo de Midilli, Kucuk e Yapar também foi descartado, pois o coeficiente *k* (*p-level* = 0,088736 > 0,05) e *b* (*p-level* = 0,359899 > 0,05) não são estatisticamente significativos a um nível de confiança de 95%. E o modelo de Page modificado apresentou coeficiente *k* (*p-level* = 0,065324 > 0,050) não estatisticamente significativo.

As equações ajustadas dos modelos que apresentam coeficientes estatisticamente significativos estão apresentadas na Tabela 4.12.

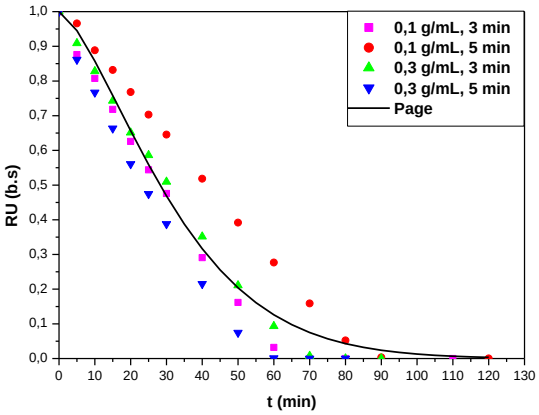
Tabela 4.12 - Equações dos modelos matemáticos estatisticamente significativos à cinética de secagem na temperatura de 70 °C.

Modelos matemáticos	Equações teóricas
Newton	$RU = \exp(-0{,}027336t)$
Page	$RU = \exp(-0{,}005430t^{-1{,}451864})$
Henderson e Pabis	$RU = 1{,}077119\exp(-0{,}029753t)$

Fonte: Autor

Na Figura 4.19 é mostrada a curva de secagem com o melhor ajuste dos modelos matemáticos para a temperatura de 70ºC, modelos de Page. Os modelos de Newton e Henderson e Pabis constam no APÊNDICE E.

Figura 4.19 - Ajuste para o modelo de Page na temperatura de 70 °C.



Fonte: Autor

Para todas as temperaturas o modelo de Page foi o que apresentou maiores coeficientes de determinação (R^2) e os menores erros padrões (SQ) diante de todos os modelos, foi o que melhor se ajustou ao agrupamento dos dados analisados.

4.4 SECAGEM POR LIOFILIZAÇÃO

Para fazer um comparativo com processo de secagem em camada de espuma, foi utilizada a técnica de secagem por liofilização. As três concentrações diferentes de raspas foram utilizadas para produzir os sucos que posteriormente foram submetidos a secagem por liofilização (Figura 4.20).

Figura 4.20 – Produto final obtido pela secagem por liofilização.

Fonte: Autor

Conforme mostrado na Figura 4.20, não foi possível obter o pó da entrecasca do juazeiro por liofização.

4.5 ANÁLISES FÍSICAS, FÍSICO-QUÍMICAS E QUIMICAS DO PÓ OBTIDO

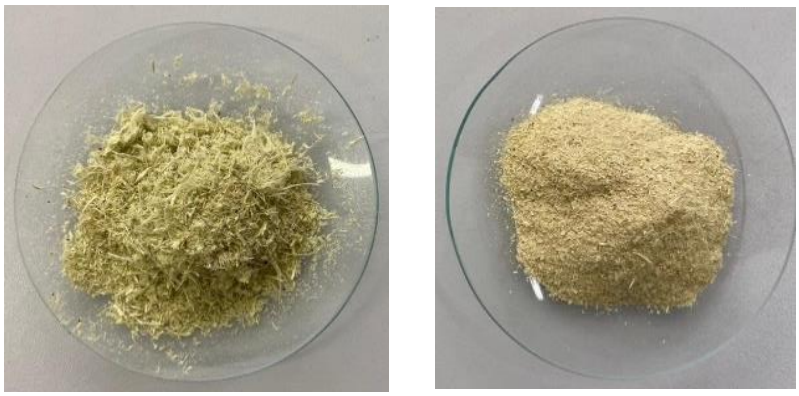
Como resultado principal foi obtido o pó da entrecasca do juazeiro. Como pode ser observado na Figura 4.21, de modo geral os pós produzidos nos onze experimentos do planejamento experimental fatorial completo apresentaram características semelhantes.

Figura 4.21 - Pó obtido da espuma da entrecasca do juazeiro.

Fonte: Autor

Os pós, de modo geral, apresentaram granulometria diferentes, o que pode ser explicado pela ineficiência da trituração das raspas. Para algumas análises os pós foram submetidos a moagem em um moinho de facas, modelo SL-31, marca SOLAB, e adquiriram características de pó com granulometria pequena (Figura 4.22).

Figura 4.22 – Pó da entrecasca do juazeiro: (a) após a secagem em camada de espuma e (b) após moinho de facas.



(a) (b)

Fonte: Autor

4.5.1 Caracterização física dos pós da entrecasca do juazeiro

Na Tabela 4.13 são mostrados os resultados obtidos para análise de rendimento teórico e solubilidade do pó da entrecasca do juazeiro obtido por secagem em camada de espuma.

Tabela 4.13 – Valores obtidos para o rendimento teórico e solubilidade do pó obtido em cada experimento.

Experimentos	t_{ag} (min)	$C_{juá}$ (%)	T (°C)	Rendimento (%)	Solubilidade (%)
1	3 (-1)	10 (-1)	50 (-1)	7,30	20,34±0,35
2	5 (1)	10 (-1)	50 (-1)	5,86	19,90±0,28
3	3 (-1)	30 (1)	50 (-1)	14,37	21,95±0,58
4	5 (1)	30 (1)	50 (-1)	15,85	20,31±0,77
5	3 (-1)	10 (-1)	70 (1)	6,78	15,92±0,55
6	5 (1)	10 (-1)	70 (1)	5,88	16,58±0,11
7	3 (-1)	30 (1)	70 (1)	15,50	17,89±0.01
8	5 (1)	30 (1)	70 (1)	15,37	18,45±0,33
9	4 (0)	40 (0)	60 (0)	11,70	18,85±0,36
10	4 (0)	40 (0)	60 (0)	10,07	18,85±0,36
11	4 (0)	40 (0)	60 (0)	10,27	18,85±0,36

Fonte: Autor

Pela Tabela 4.13 foi observado que o valor do rendimento sofreu alterações ao modificar os valores das variáveis independentes, tendo um rendimento médio de 10,81 ± 3,4%. Com a análise foi possível observar que os maiores valores de rendimento foram obtidos para os experimentos com maiores valores de concentração de juazeiro.

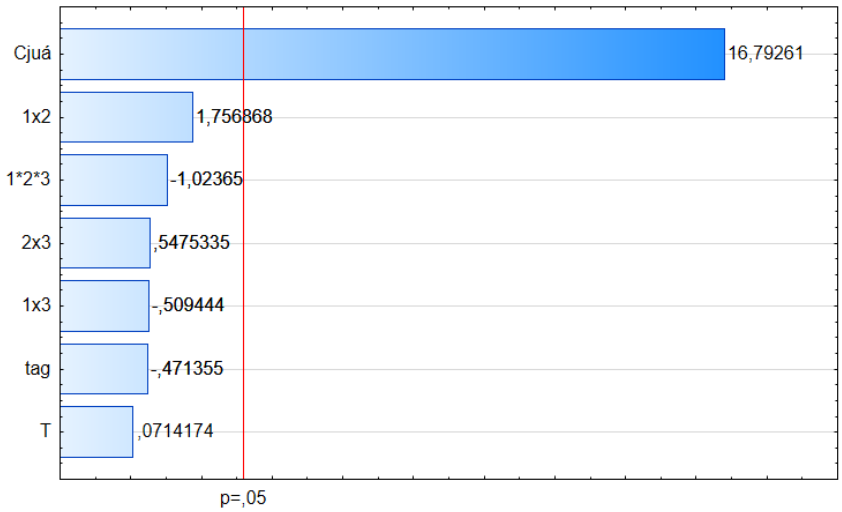
O maior rendimento obtido foi de 15,85 % para o experimento 4 e o menor valor 5,86% para o experimento 2. Os valores de rendimento obtidos nos experimentos 3, 4, 7 e 8 (experimentos com maior concentração de juazeiro) que foram de 14,37%, 15,85%, 15,5% e 15,37%, respectivamente, são considerados valores de rendimento bons quando comparados com alguns trabalhos na literatura.

Como o estudo de Leite (2018) da secagem em camada de espuma da hortelã-da-folha-miúda (*Mentha crispa*) que obteve um rendimento máximo de 2,6% em seus

experimentos. E o trabalho realizado por Lira (2020), no estudo do da folha do noni (*Morinda citrifolia* L.) em pó utilizando secagem em camada de espuma, que obteve um rendimento teórico médio de 5,63%.

A análise estatística da influência das variáveis independentes apresentou a variável concentração de juá estatisticamente significativa no intervalo de confiança de 95%. O resultado pode ser observado pelo diagrama de Pareto apresentado na Figura 4.23, onde é possível observar que a concentração de juá exerce uma influência positiva na variável rendimento, ou seja, quanto mais a concentração de juá maior será o rendimento da secagem.

Figura 4.23 - Diagrama de Pareto do rendimento do pó obtido por secagem em camada de espuma.



Fonte: Autor

A solubilidade é um parâmetro que verifica a capacidade do pó de se manter em uma mistura homogênea com água, ou seja, a estabilidade da mistura constituída pela dissolução das partículas pelo líquido (VISSOTO *et al.*, 2006).

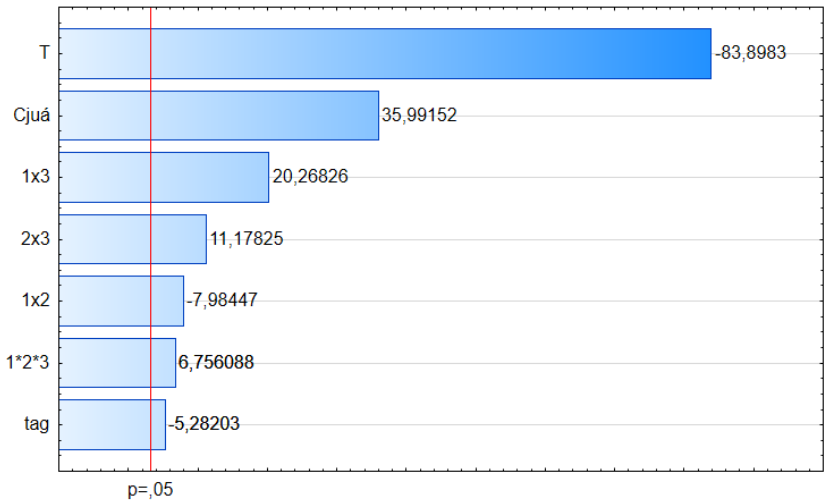
Pelos resultados obtidos para a solubilidade em água dos pós da entrecasca do juazeiro secos em camada de espuma foi observado que os mesmos apresentaram solubilidade entre, aproximadamente, 15 e 22%.

O maior valor de solubilidade obtido foi de 21,95±0,35% no experimento 3, que possui maior concentração de entrecasca de juazeiro, menor tempo de agitação e menor temperatura de secagem. A menor solubilidade foi de 15,92±1,55% no experimento 5, que possui menor concentração de entrecasca de juazeiro, menor tempo de agitação e maior temperatura de secagem.

Oliveira (2018) analisando a secagem em camada de espuma da folha da graviola obteve valores de solubilidade variando entre 41,77 ± 0,68% e 46,61 ± 0,70%. Sendo o menor valor de solubilidade obtido no experimento com maior concentração de emulsificante e maior temperatura de secagem.

A análise estatística para as variáveis independentes: concentração de juá, tempo de agitação e temperatura bem como suas interações sobre a variável solubilidade apresentaram significância estatística no intervalo de confiança de 95%. O resultado pode ser observado pelo diagrama de Pareto apresentado na Figura 4.24.

Figura 4.24 – Diagrama de Pareto para a solubilidade do pó obtido por secagem em camada de espuma.



Fonte: Autor

Analisando a Figura 4.24 é possível observar que as variáveis tempo de agitação (1) e temperatura (3) exercem uma influência negativa na solubilidade, já a concentração de juá (2) exerce influência positiva. As interações entre as variáveis tempo de agitação e concentração de juá, assim como a interação das três variáveis exercem influência negativa na variável dependente. E as interações entre tempo de agitação e temperatura, concentração de juá e temperatura influenciam positivamente a solubilidade.

4.5.2 Caracterização físico-química dos pós da entrecasca do juazeiro

Na Tabela 4.14 são mostrados os resultados obtidos para os sólidos solúveis totais (SST), pH, atividade de água e cinzas dos pós da entrecasca do juazeiro para os 11 experimentos do planejamento.

Tabela 4.14 – Resultados obtidos para os sólidos solúveis totais (*SST*), *pH*, atividade de água (*aw*) dos pós da entrecasca do juazeiro.

Exp	t_{ag} (min)	$C_{juá}$ (%)	T (°C)	*SST* (°Brix)	*pH*	*aw*
1	3 (-1)	10 (-1)	50 (-1)	18,33±0,88	6,69±0,13	0,27
2	5 (1)	10 (-1)	50 (-1)	17,33±0,44	6,60±0,06	0,29
3	3 (-1)	30 (1)	50 (-1)	20,33±1,11	7,00±0,20	0,27
4	5 (1)	30 (1)	50 (-1)	18,33±1,11	6,28±0,12	0,29
5	3 (-1)	10 (-1)	70 (1)	18,33±0,44	6,04±0,11	0,25
6	5 (1)	10 (-1)	70 (1)	18,83±0,22	6,89±0,04	0,30
7	3 (-1)	30 (1)	70 (1)	17,33±1,77	6,10±0,04	0,31
8	5 (1)	30 (1)	70 (1)	16,33±1,11	6,12±1,11	0,32
9	4 (0)	40 (0)	60 (0)	20,33±0,44	6,77±0,09	0,32
10	4 (0)	40 (0)	60 (0)	20,33±0,44	6,77±0,09	0,33
11	4 (0)	40 (0)	60 (0)	20,33±0,44	6,77±0,09	0,31

Fonte: Autor

Pela Tabela 4.14 foi observado pouca variação entre os valores médios de sólidos solúveis totais, sendo o maior valor encontrado no experimento 3 e no ponto central, com o valor de 20,33 ± 1,11 °Brix e 20,33 ± 0,44 °Brix, respectivamente, e o menor valor foi no experimento 8, com o valor de 16,33 ± 1,11 °Brix.

Oliveira (2018) obteve valores de sólidos solúveis totais para o pó da folha da graviola obtidos por secagem em camada de espuma, variando entre 42 e 47 °Brix. Leite (2018) obteve um valor médio de sólidos solúveis para pós da hortelã-da-folha-miúda de 13,33 °Brix.

Segundo Chitarra e Chitarra (2005) o teor de sólidos solúveis totais é um importante fator de qualidade quanto ao sabor dos produtos, e é utilizado como medida indireta do teor de açucares. Assim, os baixos valores de SST obtidos na caracterização

se devem à baixa quantidade de açúcares presentes na composição química da entrecasca do juazeiro, o que é explicado também pelo seu sabor amargo.

A análise do pH é usada para indicar o grau de deterioração de determinado alimento, onde pH baixo auxilia no processo de conservação do alimento juntamente com o decréscimo do teor de água (SILVA, 2016).

Pela Tabela 4.14 foi observado que o maior valor de pH foi de 7,00±0,20 obtido no experimento 3 (menor temperatura de secagem e maior concentração de juazeiro). O menor valor foi de 6,04±0,11 obtido no experimento 5 (maior temperatura de secagem e menor concentração de juazeiro).

Silva (2014) realizou uma caracterização físico-química do fruto do juazeiro e obteve um valor de pH de 4,85 ± 0,06 para o fruto do juazeiro semi-maduro e o valor de 5,30 ± 0,02 para o fruto maduro. Sousa *et al*. (2013) obtiveram um valor de pH para a polpa do fruto do juazeiro de 4,64. Oliveira (2012) obteve pH de 5,00 para a casca do juazeiro.

O que mostra que o processo de secagem em camada de espuma provocou um aumento do pH do pó obtido por esse processo, sendo os valores obtidos na faixa de pH básico, e dentro da faixa aceitável para evitar a proliferação de microrganismos que deve estar entre 4 e 7 (OLIVEIRA, 2012).

A análise de atividade de água (*aw*) é uma medida que determina a disponibilidade de água livre no material, que afeta as características dos alimentos e é utilizada para controlar fatores estabilizantes, como reações enzimáticas, oxidação e o crescimento de microrganismos (VAN DEN BERG e BRUIN, 1981).

Segundo Gava, Silva e Farias. (2008) a atividade de água é o fator que mais influencia a alteração dos alimentos, uma vez que possui relação com o crescimento e a atividade metabólica dos microrganismos e com as reações hidrolíticas.

Alimento com valores de atividade de água entre 0,65 e 0,99 pode estar susceptível à deterioração microbiana (DEVLIEGHERE *et al*., 2011).

O menor valor obtido foi de 0,27±0,02 no experimento 1 e 0,27±0,01 no experimento 3. Foi observado que os valores foram semelhantes, não apresentando nenhuma variação significativa entre os diferentes experimentos.

Sousa *et al*. (2013) realizaram um estudo físico-químico das características da polpa de juazeiro e encontraram valores para atividade de água de 0,98.

Uma vez que valores de atividade de água menores que 0,3 apresentam velocidade das reações químicas e enzimáticas tendendo a zero, e como consequência o

não desenvolvimento de microrganismos, os valores obtidos nesse estudo são considerados satisfatórios, pois se encontram na faixa desejada.

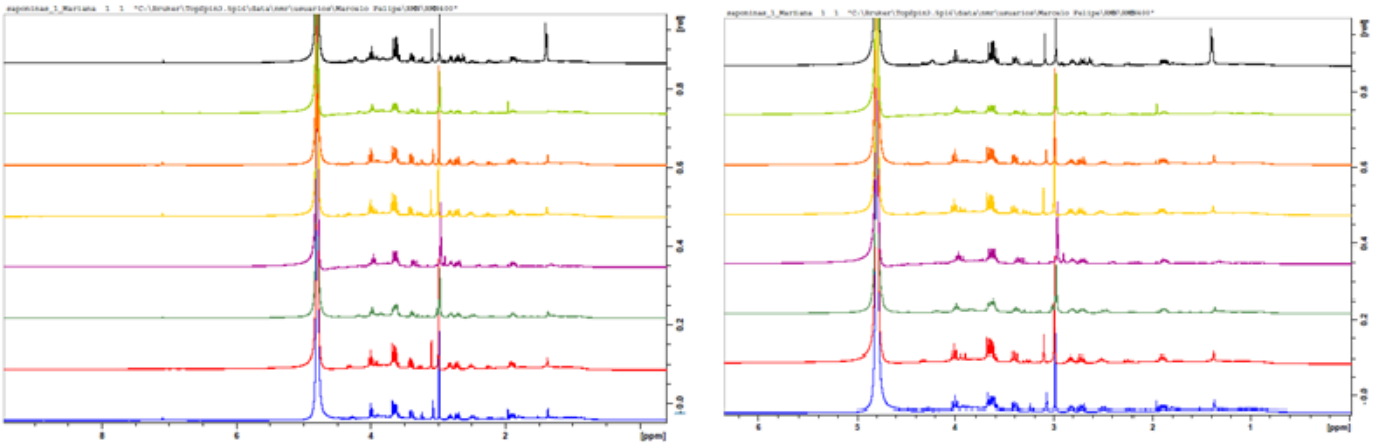
A análise estatística das variáveis independentes e suas interações sobre a atividade de água, pH e ºBrix do pó obtido não apresentou significância estatística para o intervalo de 95% de confiança como ilustrados nos digramas de Pareto do APÊNDICE I, J e K, respectivamente.

4.5.3 Caracterização química dos pós da entrecasca do juazeiro

Identificação de saponinas

Foi utilizada a técnica espectroscopia por RMN, para a identificação de saponinas em 8 amostras em pó da entrecasca de juazeiro obtidos por secagem em camada de espuma, baseadas no planejamento experimental fatorial completo. Os espectros obtidos são mostrados na Figuras 4.25.

Figura 4.25 – Espectro de RMN de hidrogênio obtido para as condições do planejamento experimental fatorial completo (8 amostras).

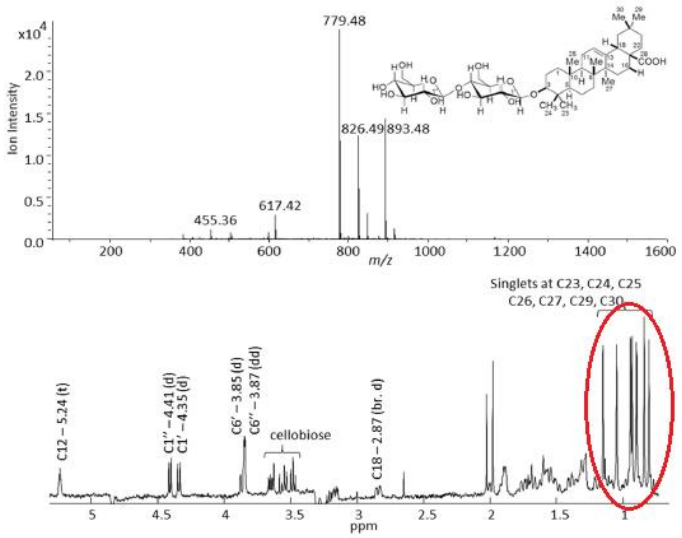


Fonte: Autor

Khakimov *et al*. (2016), em seu estudo sobre triagem de saponinas em plantas, aplicaram plataformas analíticas como a espectroscopia de RMN para identificar e quantificar saponinas triterpênicas em extratos de folhas de plantas *Berberis vulgaris*, uma planta medicinal nativa da Europa. O espectro mostrado na Figura 4.26 foi usado como comparativo para os espectros obtidos das amostras de juazeiro, uma vez que na

Figura 4.26, na região destacada, é possível identificar os sinais bem característicos para as saponinas, sendo uma resposta a esses grupos.

Figura 4.26 - Espectros de RMN obtidos para folhas da *Berberis vulgares*.



Fonte: KHAKIMOV *et al*. (2016)

Comparando os espectros das Figuras 4.26 com a Figura 4.27, não é possível identificar os sinais característicos das saponinas na mesma região dos espectros do juazeiro. O que pode ser explicado pelo fato de que, saponinas, são sensíveis a altas temperaturas. Acima de 40 °C o risco de degradação é alto. Como na secagem do juazeiro em camada de espuma, as temperaturas utilizadas foram todas acima de 40 °C, isso pode ter causado uma degradação das saponinas presentes nas amostras, o que explicaria a ausência dos sinais nos espectros. Novos testes com temperaturas mais amenas serão realizados, a fim de estudar os fatores responsáveis por esse fenômeno.

5 CONCLUSÕES

O suco apresentou pH ácido e SST em torno de 1,50 °Brix.

As espumas produzidas apresentaram boa estabilidade, sendo mais estáveis para maiores temperaturas de secagem e maiores concentrações de juazeiro. A densidade da espuma diminuiu com a concentração de juazeiro assim como com o tempo de agitação, sendo os valores obtidos dentro do esperado. Os menores valores de densidade resultaram em uma maior expansão da espuma, como esperado. E a maior incorporação de ar, foi obtida para o experimento com maior tempo de agitação. Maiores valores de umidade para o experimento com menor concentração de juazeiro, sendo todos os valores encontrados na faixa esperada.

Nenhuma variável independente (tempo de agitação, concentração de juá e temperatura de secagem) apresentou influencia estatisticamente significativa nas variáveis dependentes da espuma, estabilidade, densidade, expansão, incorporação de ar e umidade.

As curvas de secagem apresentaram uma boa reprodutibilidade e todas seguem a mesma tendência com um longo período de taxa constante e um curto período de taxa decrescente. Pela análise estatística observou-se que a temperatura do processo influenciou significativamente no tempo final de secagem, apresentando uma influência negativa no processo.

Em todas as temperaturas (50, 60 e 70ºC) o modelo matemático de Page foi o que apresentou maiores coeficientes de determinação (R^2) e menores erros padrões (SQ), indicando um bom ajuste dos dados da cinética de secagem m camada de espuma de raspas da entrecasca do juá.

Não foi possível obter a entrecasca de juazeiro em pó pela secagem por liofilização. O pó da entrecasca do juazeiro apresentou um rendimento teórico médio de 10,31%, tendo influência da concentração de juá e o maior valor de solubilidade em água foi de 20,34% para o experimento nas condições mínimas, tendo influência de todas as variáveis independentes e suas interações. Os valores de atividade de água do pó se mantiveram dentro da faixa considerada ideal para a conservação do produto. O teor de sólidos solúveis do pó obtidos foi considerado baixo. O pH das soluções produzidas com o pó obtido se encontram dentro da faixa aceitável para evitar a proliferação de microrganismos, não apresentando influencia estatística de nenhuma variável independente.

Não foi possível identificar os sinais característicos de saponinas nos espectros de RMN das nove amostras.

De maneira geral, a secagem em camada de espuma mostrou-se um método satisfatório e viável para a obtenção da entrecasca do juazeiro em pó.

REFERÊNCIAS

AGRA, M. F. **Plantas da medicina popular dos Cariris Velhos**. Edição, Cidade: Editora, 1996.

ALMEIDA, C. V. M.; GOMES, S. A. S.; SILVA, J. R.; VIEIRA, J. S; SILVA, S. P. **Caracterização Físico-Química da casca do Juazeiro Para Produção de Farinhas com Fins de Complemento Alimentar**. In: II Congresso Internacional das Ciências Agrárias**,** 2017.

ALVIANO, W. S.; ALVIANO, D. S.; DINIZ, C. G.; ANTONIOLLI, A. R.; ALVIANO, C. S.; FARIAS, L. M.; CARVALHO, M. A. R; SOUZA, M. M. G.; BOLOGNESE, A. M.; In vitro antioxidant potential of medicinal plant extracts and their activities against oral bacteria based on Brazilian folk medicine. **Archives of Oral Biology**, n. 53, p. 545-552, 2008.

AUGUSTIN, J. M.; KUZINA, V.; ANDERSEN, S. B.; BAK, S. Molecular activities, biosynthesis and evolution of triterpenoid saponins. **Phytochemistry**, n. 72, p. 435-457, 2011.

BADKE M. R, BUDÓ M. L. D, ALVIM N. A. T, ZANETTI G. D, HEISLER E. V. Saberes e práticas populares de cuidado em saúde com o uso de plantas medicinais. Texto contexto Enferm, 21(2), 363-70. 2012. Disponível em: http://www.scielo.br/pdf/tce/v21n2/a14v21n2.pdf.

BAG, S. K., SRIVASTAV, P. P., MISHRA, H. N. Optimization of process parameters for foaming of Bael (*Aegle marmelos* L.) fruit pulp. **Food and Bioprocess Technology**, v.4, n.8, p.1450-1458, 2011.

BARROS, J. F. P. **A floresta sagrada de Ossaim: O segredo das folhas** - Pallas Editora, 2015.

BRASIL - Ministério da Saúde. Central de Medicamentos. Mikania glomerata. In: BRASIL. Ministerio da Saude. **Programa de Pesquisa de Plantas Medicinais: primeiros resultados**. Brasília, 1989.

BRITO, S. M.; COUTINHO, H. D.; TALVANI, A.; CORONEL, C.; BARBOSA, A. G.; VEGA, C.; FIGUEREDO, F. G.; TINTINO, S. R.; LIMA, L. F.; BOLIGON, A. A. Analysis of bioactivities and chemical composition of *Ziziphus joazeiro* Mart. Using HPLC–DAD. **Food Chemistry**, 186(2015), 185–191. 2015. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.10.031.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carries 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.

CAVALCANTI, M. T.; SILVEIRA, D. C.; FLORÊNCIO, I. M.; FEITOSA, V. A.; ELLER, S. C. W. S. **Obtenção da Farinha do Fruto do Juazeiro *(Ziziphus***

***Joazeiro*Mart.) e Caracterização Físico-Química**. Mossoró. Revista Verde de Agroecologia, v. 6, n. 1, p. 220-224, jan./mar., 2011.

CAVALCANTI, A. L.; OLIVEIRA, F. K.; SILVA, P. P.; RABELO, M. V.; COSTA, S. K. P.; VIEIRA, F. F. Determinação dos Sólidos Solúveis Totais (°Brix) e pH em Bebidas Lácteas e Sucos de Frutas Industrializados. **Pesquisa Brasileira em Odontopediatria e Clínica Integrada**, v. 6, n. 1, p. 57-64, 2006.

CELESTINO, S. M. **Princípios de Secagem de Alimentos**. Documentos 217. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Planaltina-DF, 2010.

CÉZAR, G. **Curiosidades da nossa flora**. 1ª Ed. Ed. Imprensa Oficial, 1956.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: Fisiologia e manuseio**. Lavras: ESAL/FAEPE, 320p. 2005.

CRUZ, M. S. C.; SANTOS, P. O.; BARBOSA JR., A. M.; MELO, D. L. F. M.; ALVIANO, C. S.; ANTONIOLLI, A. R.; ALVIANO, D. S.; TRINDADE, R. C.; Antifungal activity of Brazilian medicinal plants involved in popular treatment of mycoses. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 111, p. 409–412, 2007.

CRUZ, W. F. **Obtenção de polpa de goiaba (Psidium guajava L.) em pó pelo método de secagem em camada de espuma**. Viçosa, 78 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.

CUSHNIE, T.P.T.; LAMB, A.L.; Antimicrobial activity of flavonoids. **International Journal of Antimicrobial Agents**, n. 26, p. 343–356, 2005.

DANTAS, F. C. P.; TAVARES, M. L. R.; TARGINO, M. S.; COSTA, A. P. *Ziziphus joazeiro* Mart. – Rhamnaceae: características biogeoquímicas e importância no bioma Caatinga. **Revista Principia**, n. v. p. 51-57, 2014.

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.

DEVLIEGHERE, F. DEBEVERE, J.; JACXENS, J.; UYTTENDAELE, M.; Vermeulen, A. **Levens-middelenmicrobiologie en-conservering,** Die Keure, Brugge, 2011.

EASTMAN, J. E.; MOORE, C. O. **Cold Water Soluble Granular Starch for Gelled Food Composition**. Patente, U. S., 1984.

FARIA, J. T. **Propriedades emulsificantes de saponinas de Quillaja e b-lactoglobulina: efeitos do pH, da força iônica e das condições de homogeneização**. 114 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2015.

FELLOWS, P. Food processing technology: **Principles and practice.** 2 ed. New York, USA: CRC Press. cap.15, p.309-340, 2006.

FIGUEREDO, R. C.; RIBEIRO, F. A.; SABADINI, E. **Ciência de espumas: aplicações na extinção de incêndios**. Química Nova, p.126-130, 1999.

FORZZA, R. C.; JANEIRO, J. B. D. R. **Catálogo de plantas e fungos do Brasil.** Rio de Janeiro: Jardim Botânico do Rio de Janeiro. (2010).

FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMO, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B. **Princípios das Operações Unitárias.** Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1982.

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

FRANCO, T. S. **Desidratacão de suco de yacon pelo método de camada de espuma**. 120 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2015.

GASPARIN, P. P. **Secagem da Mentha piperita em leito fixo utilizando diferentes temperaturas e velocidades de ar.** 65 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola), Universidade Estadual Oeste do Paraná, Cascavel, 2012.

GAVA, A. J; SILVA, C. A. B; FARIAS, J. R. G. **Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações**. Nobel, São Paulo. 2008. 301p.

GINER, R. M.; VILLALBA, M. L.; RECIO, M. C.; MÁÑEZ, S.; CERDÁ-NICOLÁS, M.; RÍOS, J. L. Anti-inflammatory glycoterpnoids from scrophularia auriculata. **European Journal of Pharmacology**, n. 389, v. 2-3, p. 243-252, 2000.

GOLEMANOV, K.; TCHOLAKOVA, S.; DENKOV, N.; PELAN, E.; STOYANOV, S. D. Surface Shear Rheology of Saponin Adsorption Layers. **Langmuir**, n. 28, v. 33, p. 12071-12084, 2012.

HEALD, S. V. Rhamnaceae. In SMITH, N.; MORI, S. A.; HENDERSON, A.; STEVENSON, D. W.; HEALD, S. V. (Eds.), **Flowering Plants of the Neotropics** (pp. 323–324). New Jersey: Princeton University Press. 2004.

HIGUCHI, R.; KUBOTA, S.; KOMORI, T.; KAWASAKI, T.; PANDEY, V. B.; SINGH, J. P.; SHAH, A. H.; Triterpenoid saponins from the bark of *Zizyphus joazeiro*. **Phytochemistry**, n. 23, v. 11, p. 2597-2600, 1984.

IAL. Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos: normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 4. ed. [1. ed. digital]. São Paulo (SP): Instituto Adolfo Lutz; 2008. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf

ITF. Índice Terapêutico Fitoterápico. **Ervas medicinais**. 1ª edição, Petrópolis: EPUB, 2008. 3280 p

JAY, M.J.; LOESSNER, M.J.; GOLDEN, D.A. **Modern Food Microbiology**, Food Science Text Series, Springer Science + Business Media Inc, 2005.

KEEY, R. B. **Drying: principles and practice.** Oxford: Pergamon Press, (International Series of Monographs in Chemical Engineering), 1975.

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

KHAKIMOV, B. TSENG, H. T. GODEJOHANN, M. SØREN, B. ENGELSEN, S. B. Screening for Triterpenoid saponins in plants usinghyphenated analytical platforms. **Molecules journal**, v. 21, p. 1614, 2016.

KRASAEKOOPT, W.; BHATIA, S. Production of yogurt powder using foam-mat drying. **AU Journal of Technology**, v.15, n.3, p.166-171, 2012.

KUDRA, T.; RATTI, C. **Foam-mat drying: Energy and cost analyses**. Canadian Biosystems Engieering, v. 48, p. 3.27-3.32, 2006.

LAU, K.; DICKINSON, E. **Structural and Rheological Properties of Aerated High Sugar Systems Containing Egg Albumen**. Journal of Food Science, v. 69, p. 232-239, 2004.

LEITE, A. C. N. **Estudo da cinética de secagem em camada de espuma (foam-mat drying) da hortelã-da-folha-miúda (*Mentha crispa*)**. 108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal da Paraíba, 2018.

LIMA, A. C. F. **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, 2020.

LORENZI, H.; MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas**. 2 ed. Nova Odessa: Instituto Plantarum, 2008.

LORENZI, H. E. **Árvores brasileira**s: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil. 5. ed., v.1. Nova Odessa;Instituto Plantarum, 2009.

LUNA, J. S., SANTOS, A. F., LIMA, M. R. F.; OMENA, M. C.; MENDONÇA, F. A. C.; BIEBER, L. W.; SANT'ANA, A. E. G. A. Study of the larvicidal and molluscicidas activities of some medicinal plants from northeast Brazil. **Journal of Ethnopharmacology**, v.97, p. 199 – 206, 2005.

LYRIO, N. N. **Avaliação da atividade antimicrobiana e do poder surfactante das saponinas do juá (*Ziziphus joazeiro*).** 65 f. Dissertação (Mestrado em Ciências de Alimentos), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

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

MAYTA, S. M. A.; MASSARANI, G.; PINTO, J. C. Modeling of grain drying in continuous cross-flow sliding bed dryers. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v.74, 1996.

MENEGHETTI, V. L.; AOSANI, E.; ROCHA, J. C.; OLIVEIRA, M.; ELIAS, M. C.; POHNDORF, R. S. Modelos matemáticos para a secagem intermitente de arroz em casca. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.16, n.10, p.1115–1120, 2012.

MORAES, S. O. **Secagem de alimentos**. Piracicaba: Universidade de São Paulo, 2006.

MOREIRA, M. F. **Cinética de secagem de raspas da entrecasca do juazeiro (*ziziphus joazeiro*) em camada de espuma (*foam-mat drying*).** Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Química). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2018.

MORGAN, P. W., & KWOLEK, S. L. **Interfacial polycondensation. II. Fundamentals of polymer Formation at Liquid Interfaces**. Journal of Polymers Science, XL, 299-327. 1959.

NEGREIROS, J. K. S. **Secagem em camada de espuma do suco da Romã composto por sua polpa e casca.** 106f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal da Paraíba, 2019.

OLIVEIRA, A. K.; COELHO, M. F.B.; MAIA, S. S. M.; DIÓGENES, F. E. P.; FILHO, S. M. **Atividade alelopática de extratos de diferentes partes de juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart. – Rhamnaceae**). Acta Botanica Brasilica. 26(3): 685 – 690. 2012.

OLIVEIRA, B. F. **Secagem da folha da graviola (*Annoma muricata Linn*) pelo método de camada de espuma (*FOAM-MAT DRYING*)**. 92f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal da Paraíba, 2018.

OLIVEIRA, B. F.; NEGREIROS, J. K. DA S., BONFIM, K. S. DO.; CAVALCANTE, J. DE A; PINTO, M. F; COSTA, N. A. Mathematical modeling of drying kinetics in foam-mat drying of soursop (Annona muricata Linn) leaf and characterization of the obtained powder. **Research, Society and Development,** 9(4), p. e10942811. 2020. https://doi.org/10.33448/rsd-v9i4.2811

ORDÓÑEZ, J. A. Tecnologia de Alimentos – Alimentos de origem animal. **Porto Alegre: Artmed**, v. 2, 279 p. 2005.

OSBOURN, A.; GOSS, R. J. M.;FIELD, R. A. The saponins – polar isoprenoids with importante and diverse biological activities. **Natural Product Reports**, v. 28, p. 1261–1268. 2011.

PAN, S., ZHOU, S., GAO, S., YU, Z., ZHANG, S., TANG, M., ET AL. New Perspectives on How to Discover Drugs from Herbal Medicines: CAM's Outstanding Contribution to Modern Therapeutics. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**. 2013. http://dx.doi.org/10.1155/2013/627375. Article ID 627375.

PARK, K. J.; ANTONIO, G. C.; OLIVEIRA, R. A.; PARK, K. J. B. **Conceitos de processo e equipamentos de secagem**. 121p. Campinas, 2007.

PARK, K. J.; YADO, M. K.; BROD, F. P. Estudo de secagem de pêra bartlett (*Pyrus* sp.) em fatias. **Ciência e Tecnologia dos Alimentos**, v. 21, p. 288-292, 2001.

PEREIRA, T. S. **Estudo da secagem da clara do ovo em camada de espuma (*foam-mat drying*).** Dissertação (Mestre em Sistemas Agroindustriais), Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba, Pombal, 2015.

PODOLAK, I.; GALANTY, A.; SOBOLEWSKA, D. Saponins as cytotoxic agents: a review. **Phytochem. Rev.**, n. 9, p. 425–474, 2010.

REIS, G. S. **A cura pelos chás**, Blog Informativo, 2013. Disponível em: https://cha.blog.br/saiba-tudo-sobre-programa-cura-pelos-chas/. Acesso em: 14 de Janeiro de 2020.

RIBEIRO, B. D. **Estratégias de processamento verde de saponinas da biodiversidade brasileira.** 187 f. Tese (Doutorado em Ciências), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

RIBEIRO NETO, E. N. **Secagem da polpa e casca do Juá em camada de espuma (foam-mat drying).** Dissertação (mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2020.

ROCHA, G. P. **Juazeiro (Ziziphus joazeiro Mart.)**. 2012. Disponível em: <http://blog. tocandira.com.br/sobrevivencia/juazeiro-ziziphusjoazeiro- mart/>. Acesso em: 16 jan. 2020.

RODRIGUES, V. C. **Secagem de alimentos**. Piracicaba:Universidade de São Paulo, 2006.

SANDULACHI, E. Water Activity Conceptand Its Role In Food Preservation. Meridian Engineering, v. 4, p. 40–48, 2012

SANKAT, C. K.; CASTAIGNE, F. Foaming and drying behaviour of ripe bananas. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**, London, v. 37, n. 1, p. 217-525, 2004.

SARKER, S. D; NAHAR, L. **Química para estudantes de Farmácia: Química Geral, Orgânica e de Produtos Naturais.** Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2009.

SCHÜHLY, W.; HEILMANN, J.; ÇALIS, I.; STICHER, O. Novel Triterpene Saponins from *Zizyphus joazeiro*. **Helvetica Chimica Acta**, n. 83, p. 1509-1516, 2000.

SILVA, A. C. M. **Compostos bioativos da polpa, casca e folhas da gravioleira sob diferentes métodos de secagem.** Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos), Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, 2016.

SILVA, A. S.; GURJÃO, K. C. DE O.; ALMEIDA, F. DE A. C.; BRUNO, R. L. A.; PEREIRA, W. E. Desidratação de polpa de tamarindo pelo método de camada de espuma. **Ciência e Agrotecnologia**, v.32, p.1899-1905, 2008.

SILVA, J. B. **Caracterização físico-química e química do fruto do juazeiro (Ziziphus joazeiro Mart) e avaliação da sua conservação por fermentação láctica.** Tese (Doutorado em Química). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

SILVA, J. E. F. V. **Estudo da estabilidade das espumas da polpa de goiaba (*Psidium Guajava* L.**) 55p. 2012.

SILVA, J. **Secagem e armazenagem de produtos agrícolas**. 2ª Ed. Viçosa: Aprenda fácil, 2008. 560 p.

SOUSA, F. C.; SILVA, L. M. M.; CASTRO, D. S.; NUNES, J. S.; SOUSA, E. P. **Propriedades Físicas e Físico-Químicas da Polpa de Juazeiro**. Revista Verde de Agroecologia, v. 8, n. 2, p. 68-71, abr./jun., 2013.

SPARG, S. G.; LIGHT, M. E.; VAN STADEN, J.; Biological activities and distribution of plant saponins. **Journal of Ethnopharmacology**, n. 94, p. 219-243, 2004.

STANIMIROVA, R.; MARINOVA, K.; TCHOLAKOVA, S.; DENKOV, N. D.; STOYANOV, S.; PELAN, E. Surface Rheology of Saponin Adsorption Layers. **Langmuir**, n. 27, v.20, p. 12486-12498, 2011.

STRUMILLO, C.; KUDRA, T. **Drying: principles, applications and design.** New York: Gordon and Breach Science Publishers. 1986. 448 p.

THUWAPANICHAYANAN, R.; PRACHAYAWARAKORN, S.; SOPONRONNARIT, S. **Effects of foaming agents and foam density on drying characteristics and textural property of banana foams**. LWT – Food Science and Technology, v. 47, p. 348-357, 2012.

TRAVAGLINI, D. A.; NETO, M. P.; BLEINROTH, E. W.; LEITÃO, M. F. F. **Banana passa: princípios de secagem, conservação e produção industrial**. Campinas: ITAL, 1993. 73 p,

VAN DEN BERG, C.; BRUIN, S. **Water activity and its estimation in food systems: theoretical aspects**. In: L. B. ROCKLAND; G. F. STEWART (Eds.), Water activity: influences on food quality, New York: Academic Press, p. 1-61, 1981.

VASCONCELOS, L. F. **Definição de parâmetros para a secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) do Juazeiro (*Ziziphus jazeiro*)**. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Química) Universidade Federal da Paraíba. João Pessoa, 2017.

VINCKEN, J. P.; HENG, L.; GROOT, A.; GRUPPEN, H. Saponins, classification and occurrence in plant kingdom. **Phytochemistry**, n. 68, p. 275-297, 2007.

VISSOTTO, F. Z.; MONTENEGRO, F. M.; SANTOS, J. M., OLIVEIRA, S. J. R. **Avaliação da influência dos processos de lecitinização e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatados em pó**. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v. 26, n.3, p. 666 – 671. 2006.

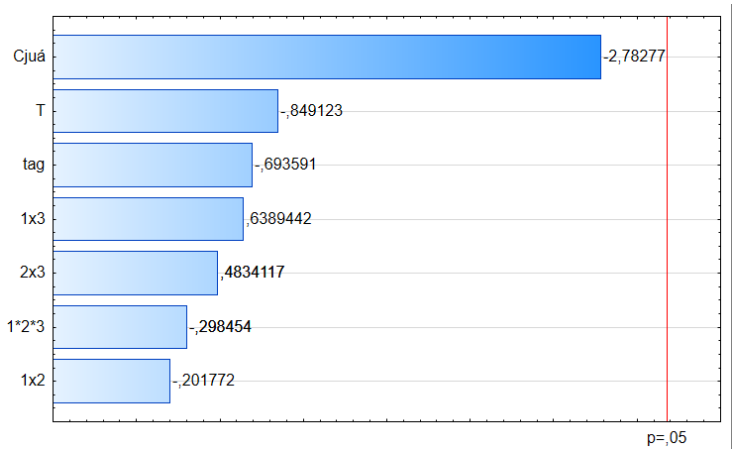
WOJCIECHOWSKI, K.; KEZWON, A.; LEWANDOWSKA, J.; MARCINKOWSKI, K. Effect of β-casein on surface activity of *Quillaja* bark saponin at fluid/fluid interfaces. **Food Hydrocolloids**, n. 34, v. 0, p. 208-216, 2014.

WOJCIECHOWSKI, K.; PIOTROWSKI, M.; POPIELARZ, W.; SOSNOWSKI, T. R. Short- and mid-term adsorption behaviour of *Quillaja* Bark Saponin and its mixtures with lysozyme. **Food Hydrocolloids**, n. 25, v. 4, p. 687-693, 2011.

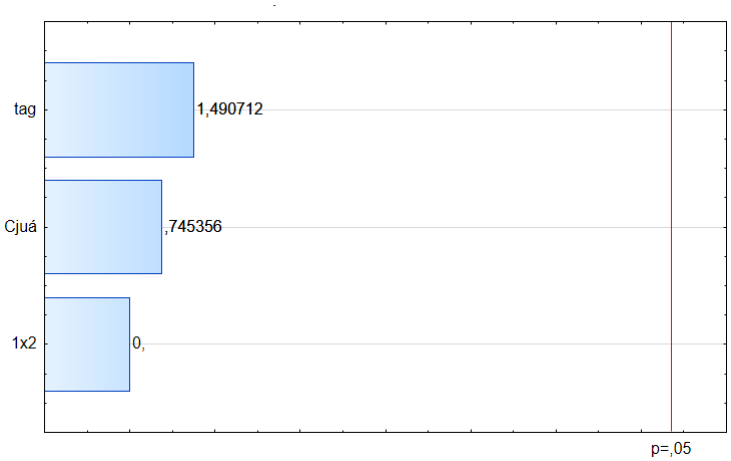
ZHANG, C.; LI, B.; GAIKWAD, A. S.; HARIDAS, V.; XU, Z.; GUTTERMAN, J. U.; DUVIC, M. Avicin D selectively induces apoptosis and downregulates p-STAT-3, bcl-2, and survivin in cutaneous T-cell lymphoma cells. **Journal Invest Dermatol**, n. 128, p. 2728–2735, 2008.

APÊNDICES

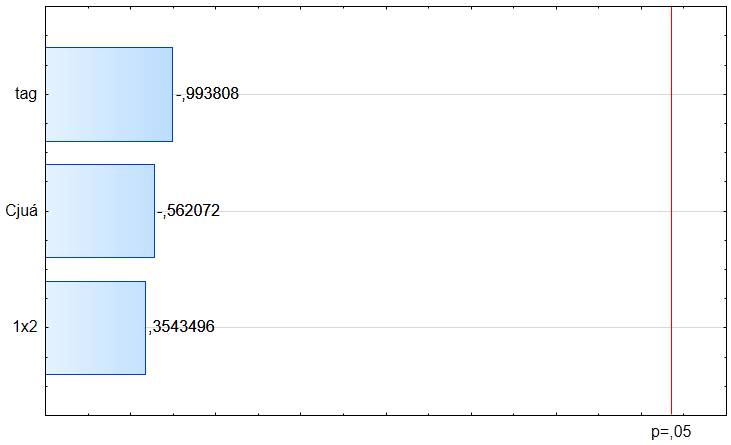
APÊNDICE A – Diagrama de Pareto para a estabilidade da espuma.



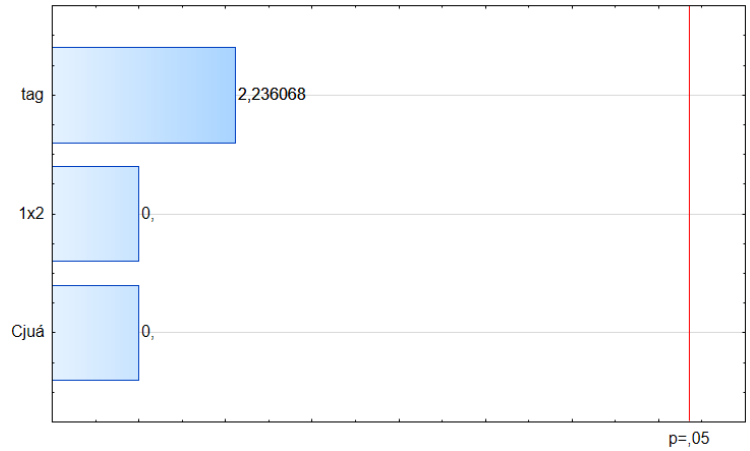
APÊNDICE B – Diagrama de Pareto para a densidade da espuma.



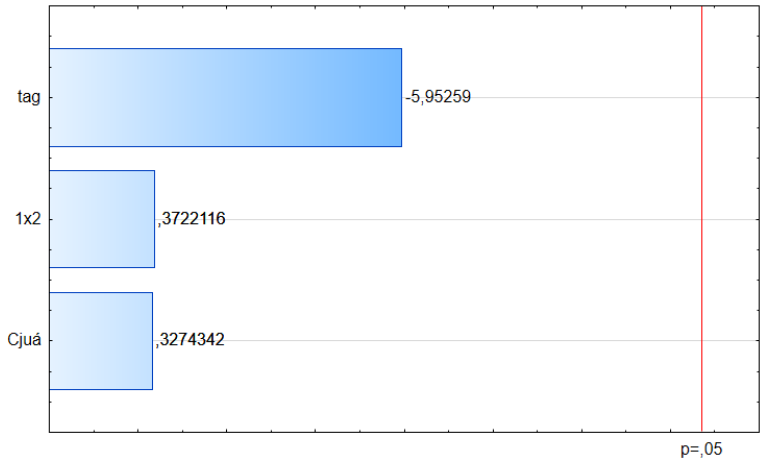
APÊNDICE C – Diagrama de Pareto para a porcentagem de expansão da espuma.



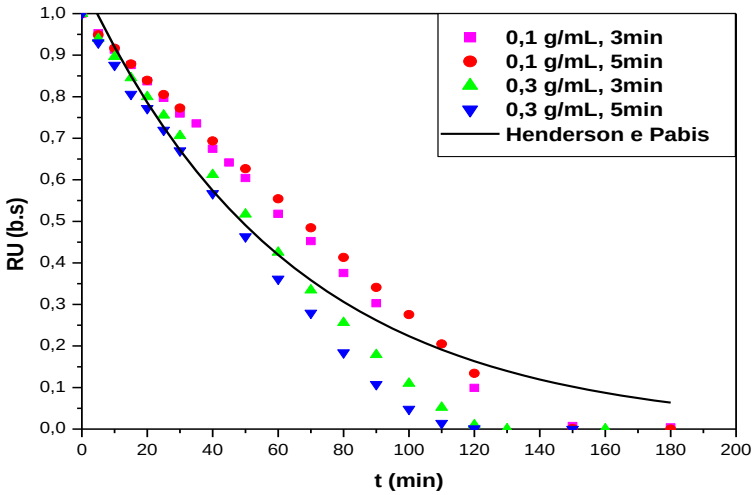
APÊNDICE D – Diagrama de Pareto para a incorporação de ar da espuma.



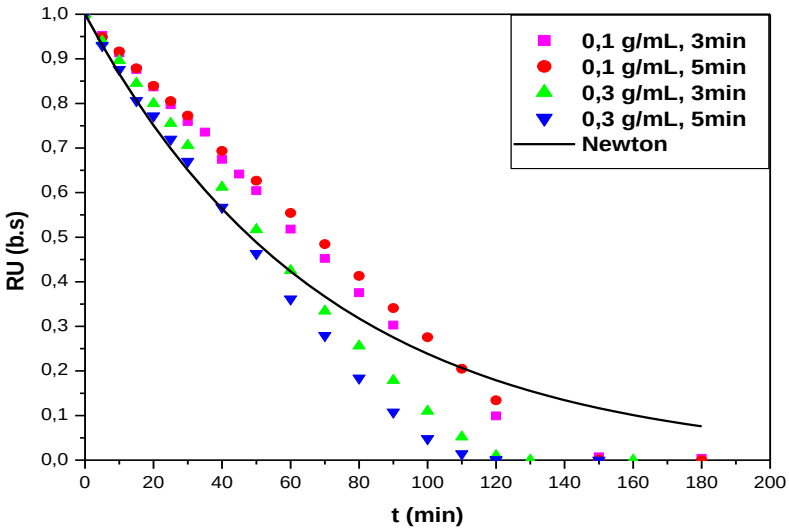
APÊNDICE E – Diagrama de Pareto para a umidade da espuma.



APÊNDICE F – Ajustes para os modelos de Henderson e Pabis (a) e Newton (b) na temperatura de 50ºC.

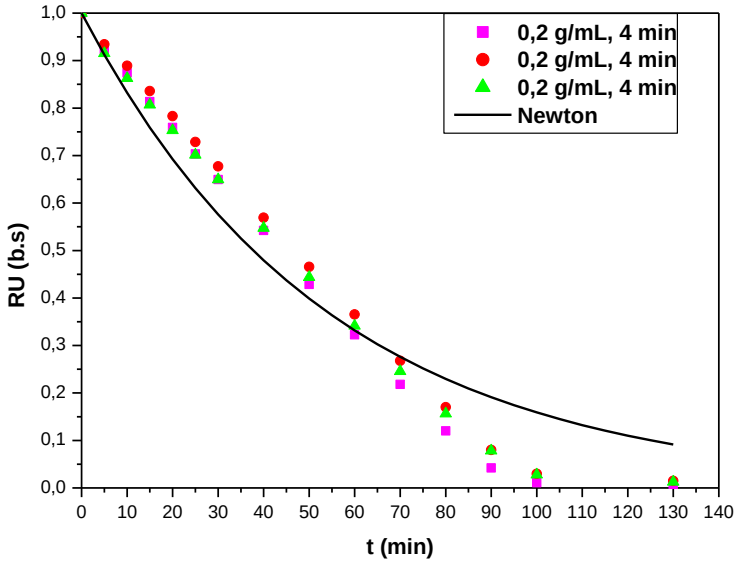


(a) Modelo de Henderson e Pabis

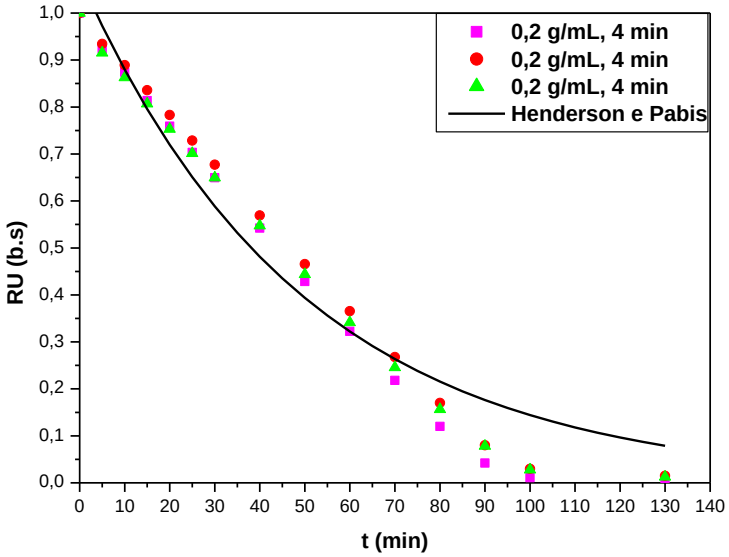


(b) Modelo de Newton

APÊNDICE G – Ajustes para os modelos de Newton (a) e Henderson e Pabis (b) na temperatura de 60ºC.

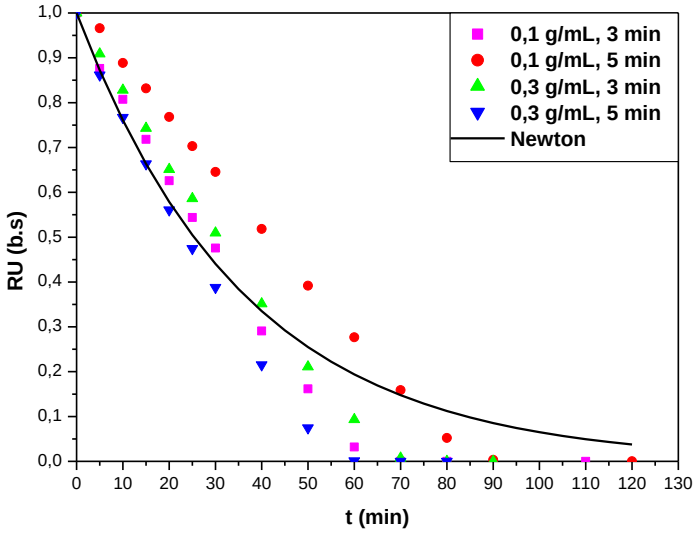


(a) Modelo de Newton

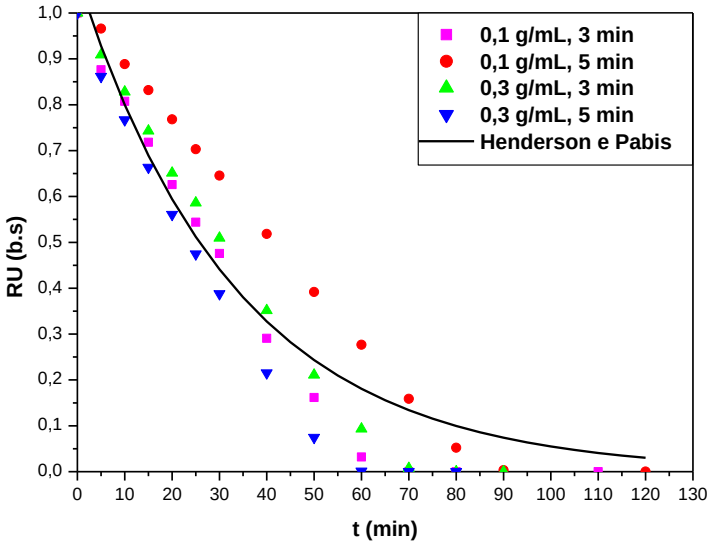


(b) Modelo de Henderson e Pabis

APÊNDICE H – Ajustes para os modelos de Newton (a) e Henderson e Pabis (b) na temperatura de 70ºC.

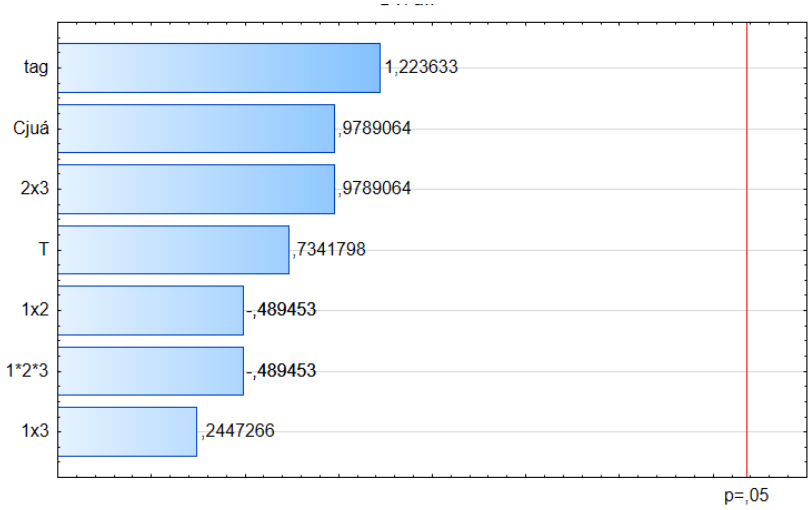


(a) Modelo de Newton

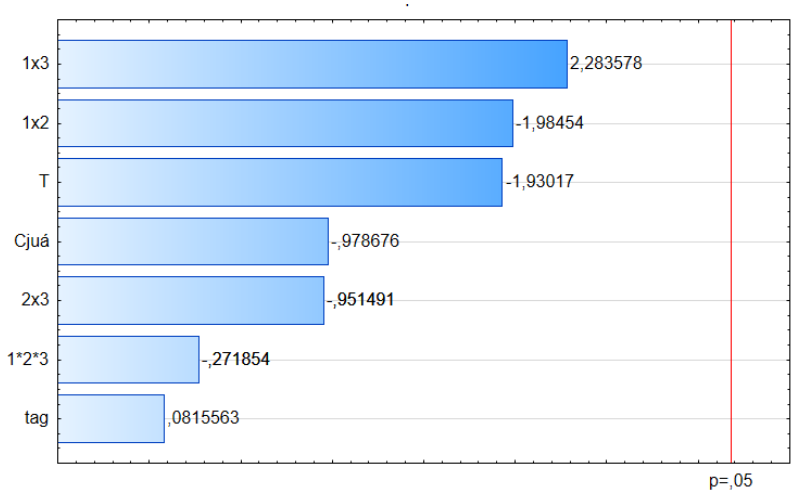


(b) Modelo de Henderson e Pabis

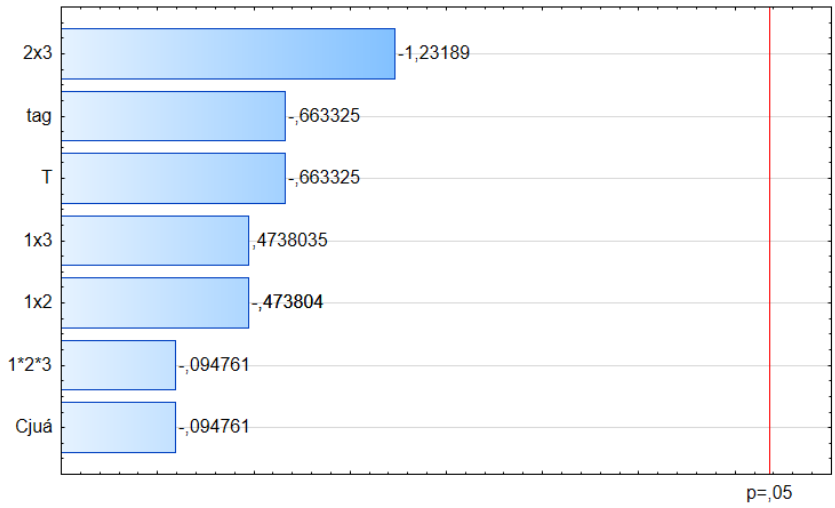
APÊNDICE I – Diagrama de Pareto para atividade de água do pó.



APÊNDICE J – Diagrama de Pareto para pH do pó.



APÊNDICE K – Diagrama de Pareto para SST (ºBrix) do pó.



APÊNDICE L – Artigo aceito publicação na revista Research Society And Development.

OBTENÇÃO DO PÓ DA ENTRECASCA DO JUAZEIRO (*Ziziphus joazeiro*) POR SECAGEM EM CAMADA DE ESPUMA

Resumo

O juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.), também conhecido popularmente por joazeiro, juazeiro ou juá, é uma árvore encontrada na região semiárida do Nordeste Brasileiro e é considerado um representante notável da Caatinga. Possui diversas aplicações desde o uso como xampu, devido ao teor de saponina nele encontrado, até como erva medicinal. Por isso, o objetivo desse trabalho foi estudar a secagem em camada de espuma (*foam-mat* drying) da entrecasca do *Ziziphus joazeiro* para posterior obtenção do pó. Foi estudada a influência das variáveis: temperatura de secagem, tempo de agitação e concentração de juazeiro, no tempo final de secagem da entrecasca do juazeiro. E foram avaliadas as características físicas da espuma formada: estabilidade, densidade, expansão e incorporação de ar. Também foi feita a caracterização físico-química do pó obtido através das análises: atividade de água; solubilidade; teor de sólidos solúveis; pH e espectros de RMN. As espumas produzidas apresentaram boa estabilidade, sendo mais estáveis para maiores temperaturas de secagem e maiores concentrações de juazeiro; a densidade diminuiu com a concentração de juazeiro e com o tempo de agitação; e a maior incorporação de ar foi obtida para o experimento com maior tempo de agitação. Na secagem, a única variável com influência estatisticamente significativa, com 95% de confiança, no tempo final de secagem foi a temperatura. Os valores de atividade de água do pó encontram-se dentro da faixa considerada ideal para a conservação do produto, o maior valor de solubilidade em água foi de 20,34% para o experimento nas condições mínimas, teor de sólidos solúveis do pó obtidos foi considerado baixo e o pH das soluções produzidas com o pó obtido se encontram dentro da faixa aceitável para evitar a proliferação de microrganismos. Não foi possível identificar os sinais característicos de saponinas nos espectros de RMN. Portanto, conclui-se que secagem em camada de espuma mostrou-se um método satisfatório e viável para a obtenção da entrecasca do juazeiro em pó, e o pó obtido apresentou características que o apontam como um bom agente espumante.

Palavras-chaves: Juazeiro; saponinas; RMN

Abstract

The juazeiro (Ziziphus joazeiro Mart.), also popularly known as joazeiro, juazeiro or juá, is a tree found in the semiarid region of Northeast Brazil and is considered a notable representative of the Caatinga. It has several applications, from its use as a shampoo, due to the saponin content found in it, to as a medicinal herb. Therefore, the objective of this work was to study the drying in a foam layer (foam-mat drying) of the Ziziphus joazeiro bark for later obtaining the powder. The influence of the following variables was studied: drying temperature, stirring time and jujube concentration, on the final drying time of the jujube bark. And the physical characteristics of the formed foam were evaluated: stability, density, expansion and incorporation of air. The physicochemical characterization of the powder obtained was also carried out through the following analyses: water activity; solubility; soluble solids content; pH and NMR spectra. The

foams produced showed good stability, being more stable for higher drying temperatures and higher concentrations of jujube; the density decreased with the concentration of juazeiro and with the time of agitation; and the greatest incorporation of air was obtained for the experiment with the longest stirring time. In drying, the only variable with a significant influence on the final drying time was temperature. The powder water activity values are within the range considered ideal for product conservation, the highest water solubility value was 20.34% for the experiment under minimum conditions, the soluble solids content of the powder obtained was considered low and the pH of the solutions produced with the obtained powder are within the acceptable range to avoid the proliferation of microorganisms. It was not possible to identify the characteristic signals of saponins in the NMR spectra. Therefore, it is concluded that drying in a foam layer proved to be a satisfactory and viable method to obtain powdered jujube bark, and the powder obtained showed characteristics that point to it as a good foaming agent.
Keywords: Juazeiro; saponins; NMR

Resumen

El juazeiro (Ziziphus joazeiro Mart.), También conocido popularmente como joazeiro, juazeiro o juá, es un árbol que se encuentra en la región semiárida del noreste de Brasil y es considerado un representante notable de la Caatinga. Tiene varias aplicaciones, desde su uso como champú, por el contenido de saponinas que contiene, hasta como hierba medicinal. Por tanto, el objetivo de este trabajo fue estudiar el secado en una capa de espuma (secado espuma-esterilla) de la corteza de Ziziphus joazeiro para su posterior obtención del polvo. Se estudió la influencia de las siguientes variables: temperatura de secado, tiempo de agitación y concentración de azufaifo, sobre el tiempo de secado final de la corteza de azufaifo. Y se evaluaron las características físicas de la espuma formada: estabilidad, densidad, expansión e incorporación de aire. La caracterización fisicoquímica del polvo obtenido también se realizó mediante los siguientes análisis: actividad del agua; solubilidad; contenido de sólidos solubles; Espectros de pH y RMN. Las espumas producidas mostraron buena estabilidad, siendo más estables para temperaturas de secado más altas y concentraciones más altas de azufaifo; la densidad disminuyó con la concentración de juazeiro y con el tiempo de agitación; y la mayor incorporación de aire se obtuvo para el experimento con mayor tiempo de agitación. En el secado, la única variable que influyó significativamente en el tiempo de secado final fue la temperatura. Los valores de actividad del agua del polvo se encuentran dentro del rango considerado ideal para la conservación del producto, el valor más alto de solubilidad en agua fue 20.34% para el experimento en condiciones mínimas, el contenido de sólidos solubles del polvo obtenido se consideró bajo y el pH de las soluciones producidas con el polvo obtenido están dentro del rango aceptable para evitar la proliferación de microorganismos. No fue posible identificar las señales características de las saponinas en los espectros de RMN. Por tanto, se concluye que el secado en capa de espuma resultó ser un método satisfactorio y viable para la obtención de corteza de azufaifa en polvo, y el polvo obtenido presentó características que lo apuntan como un buen agente espumante.
Palabras clave: Juazeiro; saponinas; RMN

1 Introdução

O juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) é uma planta pertencente à família das *Rhamnaceae* encontrada principalmente na região semiárida do Nordeste Brasileiro, e é considerado um representante notável da Caatinga (LORENZI e MATOS, 2008). Conhecido popularmente como joazeiro, juazeiro ou juá é uma árvore de médio porte, capaz de resistir a grandes secas, permanecendo sempre verde, devido as suas raízes pivotantes, que permitem a obtenção de água do subsolo (DANTAS *et al.*, 2014).

É uma árvore de grande importância econômica e ecológica para a população nordestina, e possui uma carga histórica considerável, sendo utilizada em shampoos devido à presença de saponinas em várias partes da planta, na produção local de lenha e carvão, arborização de ruas e jardins, além de possuir frutos comestíveis, nos quais são explorados de forma extrativista (LORENZI, 2009). É empregado na fabricação de sabão, cosméticos e creme dental, e na indústria madeireira (LORENZI e MATOS, 2008), além de servir na alimentação de animais nos períodos de seca. Também é bastante explorado pela medicina popular como expectorante, no tratamento de bronquites e úlceras gástricas, além de febres, infecções bacterianas, dores, gengivite, entre outras enfermidades (LORENZI, 2009).

A importância do estudo dessas plantas medicinais, como o Juazeiro, vem sendo apontadas pela Organização Mundial da Saúde desde 1970, como uma fonte alternativa para descoberta de novas drogas (PAN *et al.*, 2013). Grande parte da população mundial tem acesso a plantas e ervas medicinais, até nas regiões mais pobres dos centros urbanos, são encontradas em feiras, mercados populares e nos quintais residenciais (BADKE, BUDÓ, ALVIM, ZANETTI, e HEISLER, 2012). Os efeitos e informações acerca de tais plantas têm sido obtidos e documentados, e demonstram o uso de várias espécies medicinais para o tratamento de várias doenças (BRITO *et al*., 2015).

A secagem é uma técnica que permite o estudo de plantas medicinais, assim como também é capaz de aumentar a durabilidade de plantas e alimentos tendo em vista a perecibilidade dos mesmos. É uma técnica que consiste na remoção da água livre presente nos alimentos e plantas, aumentando assim sua vida útil, além de apresentar vantagens como facilidade no transporte, comercialização e redução de perdas (CELESTINO, 2010).

A secagem em camada de espuma (*foam-mat drying*) é uma técnica que transforma alimentos ou materiais líquidos em espumas estáveis, por meio de uma forte agitação e incorporação de agentes espumantes, para em seguida serem desidratados (Karim e Cheewai, 1999). Alguns materiais naturalmente contêm proteínas e/ou saponinas que produzem espumas quando batidos. Quando o material não produz a espuma necessariamente estável para a secagem, agentes espumantes são adicionados (SANKAT e CASTAIGNE, 2004).

Por possuir uma quantidade considerável de saponinas, o juazeiro se torna um material interessante para a secagem em camada de espuma, uma vez que forma espumas estáveis sem que seja necessária a adição de agentes espumantes, o que torna também interessante, o estudo do seu uso como agente espumante.

Diante do exposto, pretende-se obter o pó da entrecasca do Juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) pelo método de camada de espuma, assim como fazer a análise físico-química do pó resultante, para posterior aplicação como agente espumante.

2 Metodologia

2.1 Matéria-prima

Como matéria-prima utilizada foram utilizados galhos de juazeiros coletados de um cultivo de árvores, localizadas no município de Lucena (Latitude: 06º 54' 08" S; Longitude: 34º 52' 08" W) situado no estado da Paraíba.

2.2 Extração e preparação da matéria-prima

Os galhos dos juazeiros foram extraídos das árvores, ainda verdes. Em seguida, encaminhados para o preparo da matéria prima. A primeira etapa da preparação da matéria-prima (Figura 1) consistiu na limpeza dos ganhos, com o intuito de remover sujeiras, areia e outros interferentes. Em seguida, a segunda etapa, foi a raspagem dos ganhos, a fim de remover a casca dos mesmos (parte marrom), com o auxílio de facas, expondo assim a entrecasca. Na terceira etapa da preparação, foi feita a extração da entrecasca dos galhos, obtendo assim raspas da entrecasca. Após a retirada de toda a entrecasca dos ganhos, as mesmas foram congeladas até que fossem utilizadas, a fim de aumentar a vida útil das raspas.

Figura 1 - Preparação da matéria-prima: (a) limpeza, (b) remoção da casca e (c) raspagem.

Fonte: Autores

2.3 Produção da espuma

Após a extração das raspas da entrecasca dos galhos do juazeiro, três quantidades diferentes de entrecascas (15, 30 e 45 gramas) foram batidas em 150 mL de água, de acordo com estudos preliminares.

As entrecascas foram batidas com água em um liquidificador de alta rotação industrial da marca Metvisa, com capacidade de 2 L e velocidade constante de 1800 rpm, por 1 minuto. Após esse tempo o suco obtido já apresentava uma formação de espuma, dependendo da quantidade de raspa utilizada.

Após a obtenção do suco, o mesmo foi submetido à agitação mecânica vigorosa, em uma batedeira planetária da marca Arno, na velocidade 6 de agitação. De acordo com o planejamento experimental, as espumas produzidas foram obtidas com as seguintes variações: 15 g/150 mL (10% de

juazeiro - 0,1 g/mL), 30 g/150 mL (20% de juazeiro - 0,2 g/mL) e 45 g/150 mL (30% de juazeiro - 0,3 g/mL), e variando-se o tempo de agitação em 3, 4 e 5 minutos.

2.4 Planejamento Experimental Fatorial Completo

A secagem em camada de espuma da entrecasca do juazeiro foi realizada de acordo com um planejamento experimental fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais, totalizando 11 experimentos. Foram observadas a influência das variáveis independentes: tempo de agitação (tag); concentração de juazeiro (C) e temperatura de secagem (T) na variável dependente: tempo final de secagem. Nas Tabela 1 e 2 são mostrados os valores codificados e reais das variáveis independentes e a matriz do planejamento experimental fatorial completo, respectivamente

Tabela 1 – Valores codificados e reais das variáveis independentes.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	+1
Tempo de agitação (min)	3	4	5
Concentração de entrecasca de Juazeiro (g/mL)	0,1	0,2	0,3
Temperatura de secagem (°C)	50	60	70

Fonte: Autores

Tabela 2 – Matriz do planejamento fatorial completo 2^3 + 3 pontos centrais.

Experimentos	Variáveis independentes		
	t_{ag} *(min)*	$C_{juá}$ *(g/mL)*	*T (°C)*
1	3 (-1)	0,1 (-1)	50 (-1)
2	5 (1)	0,1 (-1)	50 (-1)
3	3 (-1)	0,3 (1)	50 (-1)
4	5 (1)	0,3 (1)	50 (-1)
5	3 (-1)	0,1 (-1)	70 (1)
6	5 (1)	0,1 (-1)	70 (1)
7	3 (-1)	0,3 (1)	70 (1)
8	5 (1)	0,3 (1)	70 (1)
9	4 (0)	0,4 (0)	60 (0)
10	4 (0)	0,4 (0)	60 (0)
11	4 (0)	0,4 (0)	60(0)

tag – tempo de agitação; $C_{juá}$ – concentração de entrecasca de juazeiro; T – temperatura de secagem

Fonte: Autores

As variáveis independentes, assim como seus níveis, foram determinadas através de testes preliminares realizados. A fim de considerar a aleatoriedade do planejamento, os experimentos não foram feitos na mesma ordem apresentada na Tabela 2.

O programa STATISTICA® 10 foi utilizado para o cálculo dos principais efeitos e as interações das variáveis independentes (concentração de entrecasca de juazeiro, tempo de agitação e temperatura de secagem) sobre a variável dependente (tempo final de secagem), assim como a influência das variáveis independentes sobre as características físicas da espuma e do pó obtido.

2.5 Caracterização física da espuma da entrecasca de juazeiro

2.5.1 Densidade

A densidade da espuma foi determinada através da medição da massa e do volume ocupado pela mesma em temperatura ambiente. As espumas foram colocadas em uma proveta de 100 mL até o preenchimento total do volume, e colocadas em uma balança semi analítica da marca Shimadzu modelo BL3200H, sendo o cálculo da densidade feito através da Equação 1.

$$\rho = \frac{m}{v} \tag{1}$$

Sendo: m = massa (g); v = volume (mL)

2.5.2 Porcentagem de expansão

Pelo cálculo das densidades do suco e da espuma foi possível determinar o percentual de expansão da espuma, através da Equação 2:

$$\%expansão = \frac{\frac{1}{\rho_{espuma}} - \frac{1}{\rho_{suco}}}{\frac{1}{\rho_{suco}}} \times 100\% \tag{2}$$

Onde,

ρ_{suco} = densidade do suco (g/mL);

ρ_{espuma} = densidade da espuma (g/mL);

2.5.3 Estabilidade

A estabilidade da espuma foi avaliada através da metodologia de Sauter e Montoure (1972) adaptado por Karim e Wai (1999), onde foi medido o volume drenado de 10 gramas de espuma, em intervalos de 10 minutos, mantida nas temperaturas de secagem dos experimentos, 50° C, 60 °C e 70° C.

2.5.4 Incorporação de ar (*over run*)

A determinação *da* incorporação de ar foi feita avaliando o volume do suco do juazeiro em um béquer antes e depois da batedura. O suco preparado para cada concentração, foi submetido a forte agitação

nos tempos pré-determinados no planejamento fatorial, e a expansão observada. O cálculo da incorporação de ar foi feito pela Equação 3.

$$(\%) over\ run = \frac{V_f - V_i}{V_i} \times 100\% \quad (3)$$

Onde:

V_i = Volume inicial do líquido;

V_f = Volume da espuma formada após agitação;

2.6 Secagem da espuma da entrecasca de juazeiro

A espuma obtida de acordo com o planejamento experimental fatorial completo (Tabela 2), foi depositada em bandejas de zinco galvanizado, com 1 mm de espessura, sem bordas laterais e com o fundo removível, previamente pesada com o auxílio de uma balança semi analítica, sendo mantida constante a espessura da espuma de 5 mm em todos os experimentos realizados, e colocadas em uma estufa de circulação de ar (marca Solab modelo SL102).

A bandeja contendo a espuma foi pesada em intervalos de tempos: nos primeiros 30 minutos, a bandeja foi pesada de 5 em 5 minutos, em seguida de 10 em 10 minutos, e à medida que a variação do valor obtido após a pesagem diminuía, o intervalo entre uma pesagem e outra aumentava, até não haver mais variação na massa do sistema, que é o indicativo que se atingiu o equilíbrio.

Ao final do processo, o pó obtido foi armazenado em sacos plásticos com fechamento hermético, e colocados e potes de acrílico, com fechamento hermético e sílica no seu interior para análises posteriores.

2.7 Análises físicas e químicas dos pós obtidos

2.7.1 Atividade de água

A atividade de água (*aw*) foi determinada pela leitura direta das amostras de pó resultante da secagem em camada de espuma no medido de água Novasina, a 30 °C.

2.7.2 Solubilidade em água

O método utilizado para determinar a solubilidade do pó em água foi baseado nas alterações que Cano-Chauca *et al*,. (2005) realizaram no método de Eastman e Moore (1984). Amostras de 0,5 g de pó foram adicionados a 50 mL de água destilada, e submetidas a vigorosa agitação, em seguida a solução foi centrifugada e uma alíquota de 12,5 mL do sobrenadante foi colocada em uma placa de Petri, previamente tarada, e levada para estufa a 105 °C até a evaporação total da água. A solubilidade foi calculada através da Equação 4:

$$\%Solubilidade = \frac{(m_{residual} - m_{tara}) * V_{solução}}{V_{aliquota} * m_{amostra}} * 100\% \quad (4)$$

Onde:

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

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

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

$V_{aliquota}$ = volume da alíquota submetida à secagem (mL);

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

2.7.3 Sólidos solúveis totais (°Brix)

A medida do °Brix foi realizada a temperatura ambiente (25 °C) com leitura direta em refratômetro Nova Instruments, colocando três gotas da solução resultante da diluição de 1 g do pó e 10 mL de água destilada submetidas a forte agitação e filtração, no equipamento e efetuando a leitura (BRASIL, 2008).

2.7.4 Potencial hdrogenionico (pH)

O pH do pó foi medido através da leitura de uma solução feita com 1 g do pó diluído em 10 mL de água destilada submetidas a forte agitação e filtração, em um medidor de pH metro digital da marca Del Lab, com eletrodo de vidro, devidamente calibrado com soluções tampão de pH 7,00 e 4,00.

2.7.5 Obtenção do extrato para identificação de saponinas

Foi produzido um extrato dos pós a fim de realizar a identificação da presença de saponinas nas amostras de pós de juazeiro obtidos. Foram diluídos 1 g de pó em 50 mL de água destilada, a solução foi agitada por 2 minutos em um agitador de solução. Em seguida a solução foi deixada em repouso por 30 minutos e filtrada. O líquido filtrado foi colocado em béqueres de 50 ml e colocado em uma estufa de circulação de ar (Solab modelo SL102) a 40°C até que ocorresse completa evaporação da água.

O extrato resultante foi encaminhado para o Laboratório Multiusuário de Caracterização e Análise (LMCA-IPEFARM), onde foi colocado no equipamento

3 Resultados e Discussões

3.1 Densidade, Expansão e Incorporação de ar (*Over run*)

Os resultados para a densidade, expansão e incorporação de ar da espuma são mostrados na Tabela 3.

Através dos resultados da Tabela 3 foi observado que as densidades diminuem com a diminuição tanto da concentração de juazeiro e do tempo de agitação. Sendo o maior valor de densidade obtido para as

condições do fatorial máximo (t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%), e o menor valor obtido nas condições do fatorial mínimo (t_{ag}= 3 min; $C_{juá}$ =10%).

Oliveira *et al.*, (2020) ao trabalharem com a folha da gravioleira (*Annona muricata* Linn) utilizou o emulsificante Portogel® para a obtenção da espuma e encontrou maiores valores de densidade para menores valores de concentração de emulsificante e tempo de agitação. Na literatura, ainda não é possível encontrar dados acerca do juazeiro.

Os maiores valores de expansão foram obtidos nos experimentos 5 e 1, nas condições do fatorial mínimo do planejamento (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 10%) e no ponto central. Nesse experimento a expansão foi de 1480% e 1440% respectivamente. E o menor valor obtido foi para o experimento 4, nas condições do fatorial máximo (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 30%), sendo o valor da expansão de 1058%. Oliveira et al (2020) encontrou resultados semelhantes para a expansão, maior expansão para menores valores de densidade.

Segundo Silva (2012) a expansão da espuma é diretamente relacionada à massa específica da mesma, ou seja, quanto maior a expansão, menor a densidade, semelhante com o que foi encontrado nesse estudo.

Para a incorporação de ar os maiores valores foram observados para os experimentos 3 (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 10%) e 4 (t_{ag} = 5 minutos e $C_{juá}$ = 30%), tendo, ambos, 400%. Os menores valores para a incorporação de ar foram obtidos nos experimentos 1 (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 10%) e 2 (t_{ag} = 3 minutos e $C_{juá}$ = 30%) tendo sido, para ambos, 100% de incorporação de ar. Os experimentos com maior tempo de agitação obtiveram os maiores valores de incorporação de ar, e os menores valores para os experimentos com menor tempo de agitação.

Tabela 3 – Valores das densidades, expansão e incorporação de ar

Experimentos	Condições	Densidade (g/mL)	%Expansão	*Over run* (%)
1	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 10%	0,06±0,003	1440±0,9	100
2	t_{ag} = 3 min; $C_{juá}$ = 30%	0,07±0,01	1215±0,13	100
3	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 10%	0,08±0,001	1109±0,26	400
4	t_{ag} = 5 min; $C_{juá}$ = 30%	0,09±0,02	1058±0,26	400
5	t_{ag} = 4 min; $C_{juá}$ = 20%	0,06±0,004	1480±0,89	100

Fonte: Autores

3.2 Estabilidade

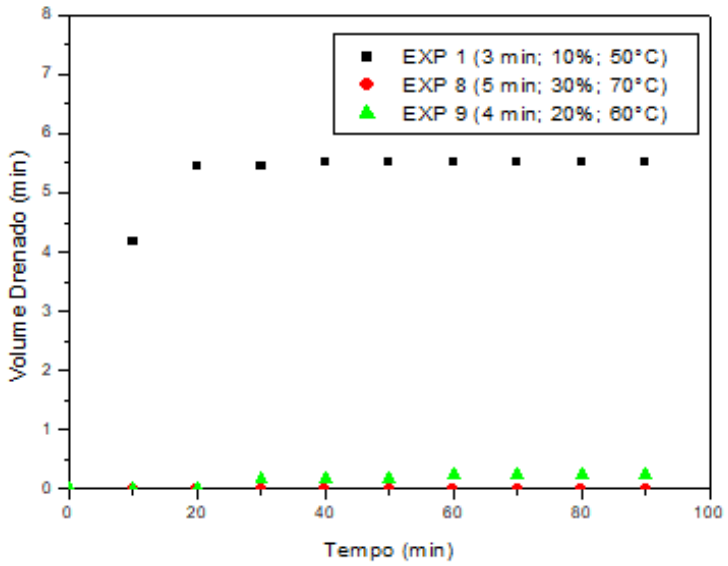
As espumas que não desestabilizam ou colapsam por pelo menos uma hora, são as mais indicadas para o processo de secagem (KUDRA e RATTI, 2006). A estabilidade é determinada pelo inverso do volume drenado, ou seja, quanto menor o volume desprendido da espuma, mais estável ela é considerada, e consequentemente, melhores serão os resultados no processo de secagem (KARIM e WAI ,1999).

O comportamento da estabilidade foi analisado nas condições extremas do planejamento experimental (pontos de máximo e mínimo) e no ponto central por 90 minutos, conforme mostrado na Figura 2.

Pela Figura 2 foi observado que a espuma nas condições máximas do planejamento fatorial experimental é a que possui maior estabilidade, pois não teve volume drenado durante os 90 minutos. A espuma com menor estabilidade foi a espuma nas condições do fatorial mínimo, onde foi observado o desprendimento de 4 mL nos primeiros 10 minutos da análise e 5,5 mL de líquido em 90 minutos. Nas condições centrais do planejamento, ocorreu um desprendimento de 0,23 mL aos 90 minutos de análise.

As espumas que não desestabilizam ou colapsam por pelo menos uma hora, são as mais indicadas para o processo de secagem (Brygidyr, Rzepecka e Mcconnell, 1977; Ratti e Kudra, 2006). No estudo de Oliveira et al, (2020) foram observados o desprendimento de volume da espuma da folha da graviola de 2,5 mL, 2,6 mL e 4,4 mL para as condições mínimas, centrais e máximas do planejamento em 60 minutos, respectivamente. De modo geral, pode-se considerar o resultado de estabilidade da espuma do *Ziziphus joazeiro* satisfatório, visto que o maior volume drenado foi de 5,5 mL nas condições mínimas do planejamento.

Figura 2 - Estabilidade da espuma para o Ponto Máximo (30% de Juá; 5 minutos de agitação; 70°C); Ponto Mínimo (10% de Juá; 3 minutos de agitação; 50°C); Ponto Central (20% de Juá; 4 minutos de agitação; 60°C).



Fonte: Autores

3.3 Secagem em camada de espuma

Na Tabela 4 são mostrados os resultados obtidos para o tempo final de secagem da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro.

Tabela 4 – Resultados obtidos da secagem das espumas da entrecasca do juazeiro.

Experimentos	Variáveis independentes	Variável dependente

	t_{ag} (min)	$C_{juá}$ (%)	T(°C)	Tempo (min)
1	3 (-1)	10 (-1)	50 (-1)	180
2	5 (1)	10 (-1)	50 (-1)	180
3	3 (-1)	30 (1)	50 (-1)	190
4	5 (1)	30 (1)	50 (-1)	150
5	3 (-1)	10 (-1)	70 (1)	110
6	5 (1)	10 (-1)	70 (1)	120
7	3 (-1)	30 (1)	70 (1)	120
8	5 (1)	30 (1)	70 (1)	110
9	4 (0)	20 (0)	60 (0)	130
10	4 (0)	20 (0)	60 (0)	130
11	4 (0)	20 (0)	60 (0)	130

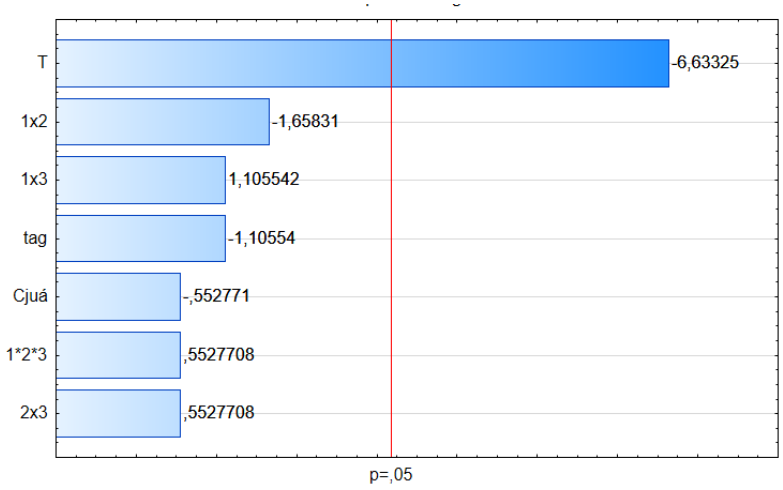
Fonte: Autores

Pelos resultados mostrados na Tabela 4.6 foi observado que os menores tempos de secagem foram obtidos nos experimentos 5, 6, 7 e 8, cuja temperatura de secagem foi de 70 °C, o que reflete a influência da temperatura de secagem na secagem em camada de espuma das espumas da entrecasca do juazeiro. Notou-se ainda que, para os experimentos realizados a 50 °C teve-se os maiores tempos de secagem em relação às outras temperaturas.

3.4 Análise estatística dos resultados da secagem

Na Figura 3 é mostrado o Diagrama de Pareto para o tempo final de secagem da secagem das espumas da entrecasca do *Ziziphus joazeiro*.

Figura 3 – Diagrama de Pareto para o tempo de secagem da entrecasca do *Ziziphus joazeiro.*

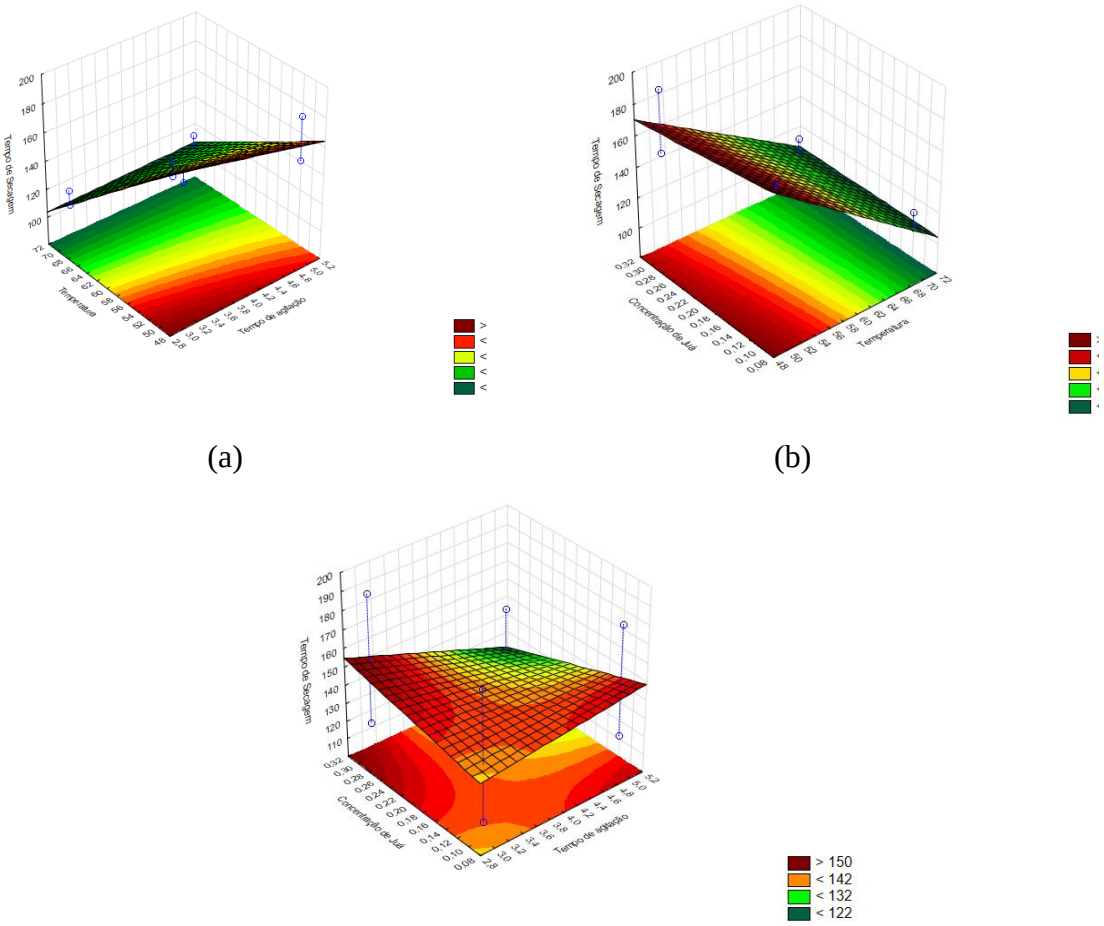


Fonte: Autores

Pela Figura 3 foi verificado que apenas a variável independente temperatura de secagem apresentou-se significativa para o processo, exercendo uma influência de sinal negativo sobra a variável de resposta tempo de secagem, ou seja, quanto maior a temperatura, menor o tempo final de secagem.

Na Figura 4 são mostradas as superfícies de respostas que mostram a comparação entre as variáveis independentes do processo em relação a variável dependente tempo de secagem.

Figura 4 – Superfícies de resposta para as variáveis tempo de secagem, mantendo fixo nos níveis médios: a) concentração; b) tempo de agitação; c) temperatura.



(a) (b)

(c)

Fonte: Autores

Pela Figura 4a foi observado que a temperatura exerce influência significativa no tempo de secagem, negativa, o que indica que quanto maior a temperatura menor será o tempo de secagem, podendo assim confirmar o resultado apresentado pelo Diagrama de Pareto (Figura 3).

É possível observar que o tempo de agitação não apresentou influência significativa nas análises, mas há uma tendencia nos maiores níveis de menor tempo de secagem, enquanto que para a concentração de juá não apresentou influência significativa sobre o tempo de secagem.

Com a análise das superfícies de respostas, é possível confirmar o resultado apresentado pelo Diagrama de Pareto (Figura 3), que mostra que a variável independente Temperatura de secagem foi a única

que apresentou influência significativa no tempo de secagem, e que os menores tempos de secagem, foram obtidos nos maiores níveis de Temperatura.

3.5 Caracterização do pó da entrecasca do juá

Os resultados das análises feitas para caracterização do pó, atividade de água, solubilidade, °Brix e pH são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 – Resultados da atividade de água, solubilidade em água, °Brix e pH do pó da entrecasca do *Ziziphus joazeiro.*

Experimentos	*aw*	*Solubilidade (%)*	*SST(°Brix)*	*pH*
1 (3 min, 10%, 50 °C)	0,27	20,34±0,35	18,33±0,88	6,69±0,13
2 (5 min, 10%, 50 °C)	0,29	19,90±0,28	17,33±0,44	6,60±0,06
3 (3 min, 30%, 50 °C)	0,27	21,95±0,58	20,33±1,11	7,00±0,20
4 (5 min, 30%, 50 °C)	0,29	20,31±0,77	18,33±1,11	6,28±0,12
5 (3 min, 10%, 70 °C)	0,25	15,92±0,55	18,33±0,44	6,04±0,11
6 (5 min, 10%, 70 °C)	0,30	16,58±0,11	18,83±0,22	6,89±0,04
7 (3 min, 30%, 70 °C)	0,31	17,89±0.01	17,33±1,77	6,10±0,04
8 (5 min, 30%, 70 °C)	0,32	18,45±0,33	16,33±1,11	6,12±1,11
9 (4 min, 20%, 60 °C)	0,32	18,85±0,36	20,33±0,44	6,77±0,09
10 (4 min, 20%, 60 °C)	0,33	18,85±0,36	20,33±0,44	6,77±0,09
11 (4 min, 20%, 60 °C)	0,31	18,85±0,36	20,33±0,44	6,77±0,09

Fonte: Autores

Pela Tabela 5 foi observado que os menores valores de atividade de água foram de 0,27±0,02 no experimento 1 e 0,27±0,01 no experimento 3. Foi observado que os valores foram semelhantes, não apresentando nenhuma variação considerável entre os diferentes experimentos.

Uma vez que valores de atividade de água menores que 0,3 apresentam velocidade das reações químicas e enzimáticas tendendo a zero, e como consequência o não desenvolvimento de microrganismos (Celestino, 2010), os valores obtidos nesse estudo são considerados satisfatórios, pois se encontram na faixa desejada.

A solubilidade é um parâmetro que verifica a capacidade do pó de se manter em uma mistura homogênea com água, ou seja, a estabilidade da mistura constituída pela dissolução das partículas pelo líquido (VISSOTO *et al*., 2006).

Pelos resultados obtidos para a solubilidade em água dos pós da entrecasca do juazeiro secos em camada de espuma foi observado que os mesmos apresentaram solubilidade entre, aproximadamente, 15 e 22%.

O maior valor de solubilidade obtido foi de 21,95±0,35% no experimento 3, que possui maior concentração de entrecasca de juazeiro, menor tempo de agitação e menor temperatura de secagem. A

menor solubilidade foi de 15,92±1,55% no experimento 5, que possui menor concentração de entrecasca de juazeiro, menor tempo de agitação e maior temperatura de secagem.

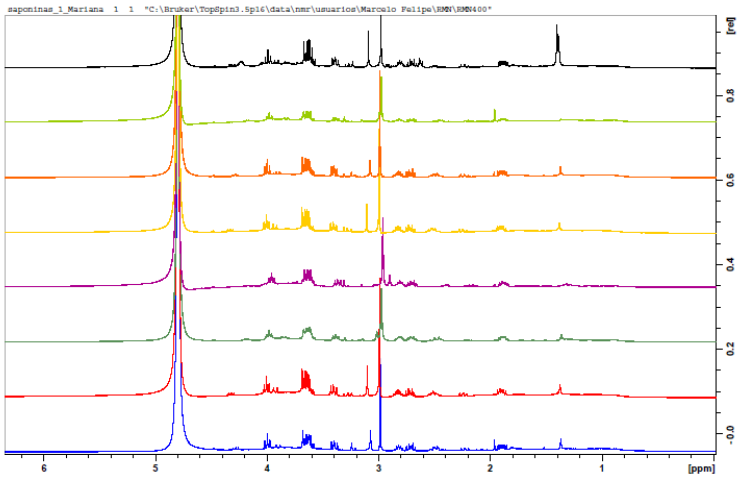
De acordo com a Tabela 5 foi observado pouca variação entre os valores médios de sólidos solúveis totais, sendo o maior valor encontrado no experimento 3 e no ponto central, com o valor de 20,33 ± 1,11 °Brix e 20,33 ± 0,44 °Brix, respectivamente, e o menor valor foi no experimento 8, com o valor de 16,33 ± 1,11 °Brix.

Foi observado também que o maior valor de pH foi de 7,00±0,20 obtido no experimento 3 (menor temperatura de secagem e maior concentração de juazeiro). O menor valor foi de 6,04±0,11 obtido no experimento 5 (maior temperatura de secagem e menor concentração de juazeiro), o que indica um comportamento neutro.

3.6 Identificação de Saponinas

Os espectros de RMN de saponinas, presentes nos pós da entrecasca de juá obtidos pela secagem em camada de espuma, são mostrados na Figura 5.

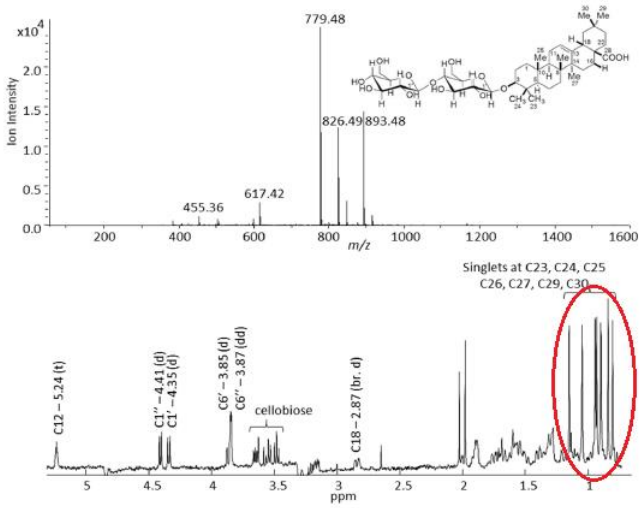
Figura 5 – Espectros de RMN de saponinas obtidos para os pós obtidos nas condições do planejamento experimental fatorial completo (oito amostras dos fatoriais e uma do ponto central totalizando nove amostras).



Fonte: Autores

Khakimov *et al.* (2016), em seu estudo sobre triagem de saponinas em plantas, aplicou plataformas analíticas como a espectroscopia de RMN para identificar e quantificar saponinas triterpênicas em extratos de folhas de plantas *Berberis vulgaris*, uma planta medicinal nativa da Europa (Figura 6).

Figura 6 - Espectros de RMN obtidos para folhas da *Berberis vulgares*.



Fonte: KHAKIMOV *et al*. (2016)

O espectro mostrado na Figura 6 foi usado como comparativo para os espectros obtidos das amostras de juazeiro, uma vez que na Figura 6, na região destacada, é possível identificar os sinais bem característicos para as saponinas, sendo uma resposta a esses grupos.

Pela comparação dos espectros das Figuras 5 com a Figura 6, não é possível identificar os sinais característicos das saponinas na mesma região dos espectros do juazeiro. O que pode ser explicado pelo fato de que, saponinas, são sensíveis a altas temperaturas. Acima de 40 °C o risco de degradação é alto. Como na secagem do juazeiro em camada de espuma, as temperaturas utilizadas foram todas acima de 40 °C, isso pode ter causado uma degradação das saponinas presentes nas amostras, o que explicaria a ausência dos sinais nos espectros.

4 Considerações Finais

As espumas produzidas apresentaram boa estabilidade, sendo mais estáveis para maiores temperaturas de secagem e maiores concentrações de juazeiro. A densidade da espuma diminuiu com a concentração de juazeiro assim como com o tempo de agitação, sendo os valores obtidos dentro do esperado. Os menores valores de densidade resultaram em uma maior expansão da espuma, como esperado. E a maior incorporação de ar, foi obtida para o experimento com maior tempo de agitação.

Quanto a secagem a única variável que apresentou influência significativa no processo foi a temperatura, causando uma diminuição do tempo de secagem para temperatura mais elevadas.

Os valores de atividade de água do pó se mantiveram dentro da faixa considerada ideal para a conservação do produto. O maior valor de solubilidade em água foi de 20,34% para o experimento nas condições mínimas. O teor de sólidos solúveis do pó obtidos foi considerado baixo. O pH das soluções produzidas com o pó obtido se encontram dentro da faixa aceitável para evitar a proliferação de microrganismos.

Não foi possível identificar os sinais característicos de saponinas nos espectros de RMN nas nove amostras.

De maneira geral, a secagem em camada de espuma mostrou-se um método satisfatório e viável para a obtenção da entrecasca do juazeiro em pó, e o pó obtido apresentou características que o apontam como um bom agente espumante.

Referências

Abd Karim, A., & Wai, C. C. (1999). Foam-mat drying of starfruit (Averrhoa carambola L.) purée. Stability and air drying characteristics. Food Chemistry, 64(3), 337-343. https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00119-8.

Badke M. R, Budó M. L. D, Alvim N. A. T, Zanetti G. D, Heisler E. V. (2012). Saberes e práticas populares de cuidado em saúde com o uso de plantas medicinais. Texto contexto Enferm, 21(2), 363-70. Disponível em: http://www.scielo.br/pdf/tce/v21n2/a14v21n2.pdf.

BRASIL. Instituto Adolfo Lutz (IAL). (2008). *Métodos físico-químicos para análise de alimentos: normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz*. http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf.

Brito, S. M.; Coutinho, H. D.; Talvani, A.; Coronel, C.; Barbosa, A. G.; Vega, C.; Figueredo, F. G.; Tintino, S. R.; Lima, L. F.; Boligon, A. A. (2015). Analysis of bioactivities and chemical composition of *Ziziphus joazeiro* Mart. Using HPLC–DAD. Food Chem, 186(2015), 185–191. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.10.031.

Brygidyr, A. M., Rzepecka, M. A., & Mc Connell, M. B. (1977). Characterization and Drying of Tomato Paste Foam by Hot Air and Microwave Energy. Canadian Institute of Food Sciene and Technology Journal, 10(4), 313–319. https://doi.org/10.1016/S0315-5463(77)73553-9

Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 6, 420-428. https://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.05.003.

Celestino, S. M. C. (2010). Princípios de Secagem de Alimentos. *Embrapa Cerrados – documentos (infoteca-se)*.

Dantas, F. C. P.; Tavares, M. L. R.; Targino, M. S.; Costa, A. P. (2014). *Ziziphus joazeiro* Mart. – Rhamnaceae: características biogeoquímicas e importância no bioma Caatinga. Revista Principia, n. v. p. 51-57.

Eastman, J. E., & Moore, C. O. (1984). Cold water soluble granular starch for gelled food composition. U.S. Patent 4465702.

Karim, A. A.; Chee-Wai, C. (1999). Foam-mat drying of starfruit (Averrhoa carambola L.) purée. stability and air drying characteristics. Food Chemistry, 64(3), 337-343. https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00119-8

Khakimov, B. Tseng, H. T. Godejohann, M. Søren, B. Engelsen, S. B. (2016). Screening for Triterpenoid saponins in plants usinghyphenated analytical platforms. Molecules journal, 21(12), 1614. https://doi.org/10.3390/molecules21121614.

Kudra, T.; Ratti, C. (2006). Foam-mat drying: Energy and cost analyses. Canadian Biosystems Engieering, 2006(48), 3.27-3.32. https://www.researchgate.net/publication/238076242.

Lorenzi, H. E. (2009). Árvores brasileiras: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil. 5. ed., v.1. Nova Odessa; Instituto Plantarum.

Lorenzi, H.; Matos, F. J. A (2008). Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas. 2 ed. Nova Odessa: Instituto Plantarum.

Oliveira, B. F.; Negreiros, J. K. da S., Bonfim, K. S. do.; Cavalcante, J. de A; Pinto, M. F; Costa, N. A. (2020). Mathematical modeling of drying kinetics in foam-mat drying of soursop (Annona muricata Linn) leaf and characterization of the obtained powder. Research, Society and Development, 9(4), p. e10942811. https://doi.org/10.33448/rsd-v9i4.2811

Pan, S., Zhou, S., Gao, S., Yu, Z., Zhang, S., Tang, M., et al. (2013). New Perspectives on How to Discover Drugs from Herbal Medicines: CAM's Outstanding Contribution to Modern Therapeutics. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine. http://dx.doi.org/10.1155/2013/627375. Article ID 627375.

Sankat CK, Castaigne F. (2004). Foaming and drying behaviour of ripe bananas. LWT – Food Science and Technology, 37(5), 517-525. https://doi.org/10.1016/S0023-6438(03)00132-4.

Sauter, E. A., Montoure, J. E. (1972). The relationship of lysozyme content of egg White to volume and stability of foams. Journal of Food Science, 37(6), 918-920. https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1972.tb03703.x.

Silva, J. E. F. V. (2012). Estudo da estabilidade das espumas da polpa de goiaba (Psidium Guajava L.). Revista Craibeiras de Agroecologia, 4(1), 55p. https://www.seer.ufal.br/index.php/era/article/view/7685

Vissotto, F. Z.; Montenegro, F. M.; Santos, J. M., Oliveira, S. J. R. (2006). Avaliação da influência dos processos de lecitinização e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatados em pó. Ciência e Tecnologia de Alimentos, 26(3), 666 – 671.