

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

**RAIMUNDA VALDENICE DA SILVA FREITAS**

**SECAGEM POR CAMADA DE ESPUMA DA POLPA DE**  
**FRUTOS DO CACAUEIRO (*Theobroma cacao* L.)**  
**ADICIONADA DE PREBIÓTICOS**

**JOÃO PESSOA – PB**

**2022**

**RAIMUNDA VALDENICE DA SILVA FREITAS**

**SECAGEM POR CAMADA DE ESPUMA DA POLPA DE  
FRUTOS DO CACAUEIRO (*Theobroma cacao* L.)  
ADICIONADA DE PREBIÓTICOS**

**JOÃO PESSOA – PB**

**2022**

**RAIMUNDA VALDENICE DA SILVA FREITAS**

**SECAGEM POR CAMADA DE ESPUMA DA POLPA DE  
FRUTOS DO CACAUEIRO (*Theobroma cacao* L.)  
ADICIONADA DE PREBIÓTICOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento aos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

**Orientador: Dr. Flávio Luiz Honorato da Silva**

**Coorientadora: Dra. Josilene de Assis Cavalcante**

**JOÃO PESSOA – PB**

**2022**

**Catálogo na publicação**  
**Seção de Catalogação e Classificação**

F866s Freitas, Raimunda Valdenice da Silva.

Secagem por camada de espuma da polpa de frutos do cacau (Theobroma cacao L.) adicionada de prebióticos / Raimunda Valdenice da Silva Freitas. - João Pessoa, 2022.

157 f. : il.

Orientação: Flávio Luiz Honorato da Silva.  
Coorientação: Josilene de Assis Cavalcante.  
Tese (Doutorado) - UFPB/CT.

1. Cacau (Theobroma cacao L.). 2. Fruto-oligossacarídeos. 3. Inulina. 4. Liofilização. 5. Polpa em pó. 6. Secagem por camada de espuma. I. Silva, Flávio Luiz Honorato da. II. Cavalcante, Josilene de Assis. III. Título.

UFPB/BC

CDU 633.74(043)

**RAIMUNDA VALDENICE DA SILVA FREITAS**

**SECAGEM POR CAMADA DE ESPUMA DA POLPA DE FRUTOS DO CACAUEIRO  
(*Theobroma cacao* L.) ADICIONADA DE PREBIÓTICOS**

Tese APROVADA em 31/03/2022

BANCA EXAMINADORA

---

**Prof. Dr. Flávio Luiz Honorato da Silva – PPGCTA/CT/UFPB  
Orientador**

---

**Prof.ª Dra. Josilene de Assis Cavalcante – DEQ/CT/UFPB  
Coorientadora**

---

**Prof.ª Dra. Taliana Kenia Alves Bezerra – PPGCTA/CT/UFPB  
Examinador Interno**

---

**Prof.ª Dra. Andrea Lopes de Oliveira Ferreira – DEQ/CT/UFPB  
Examinador Externo**

---

**Prof.ª Dra. Josivanda Palmeira Gomes – Engenharia Agrícola/UFCG  
Examinador Externo**

---

**Prof. Dr. Luciano Fernandes Monteiro – Departamento de Produções/UFS  
Examinador Externo**

---

**Prof. Dr. Pahlevi Augusto de Souza – Tecnologia de Alimentos/IFRN  
Examinador Externo**

Ao Divino Espírito Santo “*Pai, Filho e Espírito Santo*”  
por toda força necessária e entendimento na busca para  
realização deste sonho.

**Dedico.**

A minha mãe “*Maria Evangelista da Silva*” e ao meu  
companheiro “*Valcicleudo Nascimento*” por  
proporcionarem todo amor, dedicação e apoio nesta longa  
caminhada.

**Ofereço.**

## AGRADECIMENTOS

Ao Divino Espírito Santo (Pai, Filho e Espírito Santo) por toda força necessária em todos os momentos da minha vida e desta caminhada, concedendo-me a graça de insistir em meus sonhos.

A minha mãe, Maria Evangelista da Silva, por me ensinar a viver, respeitar, perdoar, dar amor aos meus semelhantes e acima de tudo, por acreditar verdadeiramente em meus sonhos e por ser a minha mãe. Tudo que hoje sou e serei devo a este anjo que diariamente chamo de “Mãe”.  
À senhora, toda minha gratidão!

Ao meu companheiro, Valcicleudo Nascimento, por abraçar verdadeiramente este sonho com toda intensidade, sem medir esforços diante dos obstáculos e sacrifícios durante esta caminhada. Por todo amor e apoio de sempre, gratidão!

As minhas madrinhas e amigas, Auri e Roselina, por toda ajuda e apoio concedido durante esse período, por cuidar tão bem da minha mãe quando estávamos ausentes.

A minha família e amigos por acreditarem verdadeiramente que este sonho seria possível e por todo amor concedido.

A Universidade Federal da Paraíba (UFPB) em especial ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos (PPGCTA) por toda recepção e oportunidade concedida de ampliação de conhecimentos, dedicação dos professores e funcionários; e pelo vínculo de amizade ao longo deste período.

Ao meu Orientador Flávio Luiz Honorato da Silva e Coorientadora Josilenene de Assis Cavalcante pelo apoio, paciência, ajuda, incentivo e disponibilidade concedida nas orientações e por toda confiança depositada em mim.

Ao Departamento de Engenharia Química por proporcionar enorme acolhimento e compartilhamento de conhecimentos, ajudando-me na busca de novos conhecimentos em especial a Técnica Cleidiane e demais alunos/bolsistas/mestrandos/doutorandos por todo apoio e amizade.

Aos demais técnicos dos Laboratórios de Análise Química de Alimentos (Leila e Lorena - PhD), Bioengenharia (Débora), Operações Unitárias (Rafael), Bromatologia (Guilherme), Microbiologia de Alimentos (Sônia e Heloísa), Materiais e Estruturas (Isaque) e Carvão Ativado (Alison), deixo registrados meus mais sinceros agradecimentos por todo apoio concedido para desenvolvimento das análises.

Aos colegas de curso por todo vínculo de amizade e pelo compartilhamento de momentos importantes e decisivos em nossas vidas acadêmica, em especial, Tatyana Patrício, pela amizade e companheirismo ao longa desta caminhada.

A Fernanda, secretária do PPGCTA, por ser esta pessoa tão iluminada e disponível a ajudar, por toda paciência ao atender minhas solicitações com tanto carinho e dedicação.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte pelo apoio e amparo técnico dos laboratórios, em especial as Professoras Dra. Renata Chastinete e Dra. Mayara Salgado, as técnicas de laboratórios Mayra Cristina e Esiana Rodrigues.

Ao professor Dr. Pahlevi Augusto de Souza, por toda amizade, apoio e incentivo que foram importantes na busca de realização deste sonho.

A banca de qualificação e defesa, pela disponibilidade, atenção e propostas para engrandecimento da pesquisa.

A CAPES/FAPESQ pelo apoio financeiro durante o curso e período de desenvolvimento da pesquisa através da concessão de bolsa.

Ao Engenheiro Agrônomo, Diógenes Henrique Abrantes Sarmiento por toda contribuição com a pesquisa científica e pela disponibilidade no fornecimento de parte das amostras utilizadas na presente pesquisa.

Enfim, agradeço a todos que contribuíram de maneira direta ou indireta para a realização deste grande sonho. Obrigada!

*“Consagre ao Senhor tudo o que você faz,  
e os seus planos serão bem-sucedidos”.*

*Provérbios 16:3*

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo realizar a secagem por camada de espuma da polpa de frutos do cacau (*Theobroma cacao* L.) adicionada de prebióticos. O desenvolvimento da pesquisa constou de etapas compreendidas em Estudo I com abordagem na caracterização da matéria-prima e secagem da polpa do cacau por camada de espuma. Nesta etapa utilizou-se a polpa do cacau (*blend* 1) proveniente dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005, caracterizada através de análises físicas, físico-química e químicas. Realizou-se o estudo de secagem da matéria-prima pelo método camada de espuma com avaliações das variáveis independentes: concentração do agente espumante (3, 4 e 5%); tempo de agitação (4, 5 e 6 min) e temperatura de secagem (50, 60 e 70 °C). Foram realizadas análises físicas das espumas, cinética dos processos de secagem e caracterização dos produtos em pó. No Estudo II utilizou-se como matéria-prima a polpa do cacau (*blend* 2) proveniente dos genótipos PS1319.2005 e PS1319.2006. Avaliou-se diferentes variáveis independentes, tais como: temperatura de secagem (50, 60 e 70 °C), concentração do agente carreador de secagem: Maltodextrina (10, 15 e 20%) e agente emulsificante: Portogel ou espumante: entrecasca do juá em pó (ambos nas concentrações de 3, 4 e 5%). Diante dos resultados obtidos realizou-se a seleção da polpa (*blend*) para secagem por camada de espuma adicionada de prebióticos. No Estudo III realizou-se a secagem da polpa do cacau (*blend* 2) adicionada de diferentes concentrações dos prebióticos Inulina e Fruto-oligossacarídeos (0; 1,70; 5,85; 10 e 11,70%), caracterização física das espumas, avaliação dos pós obtidos e como variáveis dependentes: rendimento teórico, tempo de secagem, teor de umidade, atividade de água, solubilidade e tempo de reidratação dos pós. No Estudo IV e V avaliou-se as propriedades físico-químicas, tecnológicas, microestruturais e funcionais do pó selecionado conforme resultados analisados no Estudo III. A polpa do cacau (*blend* 1) apresentou elevado teor de umidade (85,71%), baixa acidez titulável (0,63g/100g), teor de sólidos solúveis de 20,13 °Brix e presença de micronutrientes e macronutrientes. No processo de secagem por camada de espuma, a entrecasca do juá em pó possui importância na formação de espuma nas condições de maior concentração (5%), tempo de agitação de 6 min e menor temperatura de secagem (50 °C). Para secagem do *blend* 2 as condições ideais foram estabelecidas com 15% de maltodextrina, 5% de portogel e 8 min de agitação. As amostras em pó adicionadas de prebióticos e agente carreador de secagem apresentaram resultados satisfatórios para densidade aparente (0,296 g/mL e 0,262 g/mL), densidade compactada (0,330 g/mL e 0,273 g/mL) e densidade absoluta (1,266 g/mL e 0,123 g/mL). A análise de microestruturas indicou partículas com variações no tamanho e formato, aspecto poroso e pontiagudo. As amostras de polpa *in natura* apresentaram potencial de utilização para desenvolvimento de produtos alimentícios, resultados expressivos para o teor de sólidos solúveis, açúcares e valor calórico baixo, podendo ser adicionada em dietas, suplementação alimentar e processamentos tecnológicos. O aproveitamento da polpa do cacau mostra agregação de valor a este subproduto com produção do pó potencialmente funcional e disponível por maiores períodos para comercialização.

**PALAVRAS-CHAVE:** fruto-oligossacarídeos, inulina, liofilização, polpa em pó, secagem por camada de espuma.

## ABSTRACT

The objective of this work was to perform the foam layer drying of cocoa fruit pulp (*Theobroma cacao* L.) added with prebiotics. The development of the research consisted of steps included in Study I with an approach to the characterization of the raw material and drying of the cocoa pulp by layer of foam. In this step, cocoa pulp (*blend 1*) from the CCN51 and CEPEC 2005 genotypes was used, characterized through physical, physical-chemical and chemical analyses. The drying study of the raw material was carried out by the foam layer method with evaluations of the independent variables: concentration of the foaming agent (3, 4 and 5%); stirring time (4, 5 and 6 min) and drying temperature (50, 60 and 70 °C). Physical analyzes of the foams, kinetics of the drying processes and characterization of the powder products were carried out. In Study II, cocoa pulp (*blend 2*) from genotypes PS1319.2005 and PS1319.2006 was used as raw material. Different independent variables were evaluated, such as: drying temperature (50, 60 and 70 °C), concentration of the drying carrier agent: Maltodextrin (10, 15 and 20%) and emulsifying agent: Portogel or sparkling wine: juá bark powder (both in concentrations of 3, 4 and 5%). In view of the results obtained, the pulp (*blend*) was selected for drying by layer of foam added with prebiotics. In Study III, cocoa pulp (*blend 2*) was dried, added with different concentrations of the prebiotics Inulin and Fructo-oligosaccharides (0; 1.70; 5.85; 10 and 11.70%), physical characterization of the foams, evaluation of the powders obtained and as dependent variables: theoretical yield, drying time, moisture content, water activity, solubility and rehydration time of the powders. In Study IV and V, the physicochemical, technological, microstructural and functional properties of the selected powder were evaluated according to the results of the response variables analyzed in Study III. The cocoa pulp (*blend 1*) had high moisture content (85.71%), low titratable acidity (0.63g/100g), soluble solids content of 20.13 °Brix and the presence of micronutrients and macronutrients. In the foam layer drying process, the juá bark powder plays an important role in foam formation under conditions of higher concentration (5%), stirring time of 6 min and lower drying temperature (50 °C). For *blend 2* drying, ideal conditions were established with 15% maltodextrin, 5% portogel and 8 min of agitation. The powder samples added with prebiotics and drying carrier agent showed satisfactory results for apparent density (0.296 g/mL and 0.262 g/mL), compacted density (0.330 g/mL and 0.273 g/mL) and absolute density (1.266 g/mL and 0.123 g/mL). The microstructure analysis indicated particles with variations in size and shape, porous and pointed appearance. The fresh pulp samples showed potential for use in the development of food products, expressive results for the content of soluble solids, sugars and low caloric value, and can be added to diets, food supplementation and technological processing. The use of cocoa pulp shows aggregation of value to this by-product with the production of potentially functional powder and available for longer periods for commercialization.

**KEY-WORDS:** fructo-oligosaccharides, inulin, lyophilization, powdered pulp, foam layer drying.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<b>Figura 1.</b> Frutos do cacau (Theobroma cacao L.).....	20
<b>Figura 2.</b> Frutos do cacau com corte transversal (A) e (B), semente de cacau (corte longitudinal) (C).....	21
<b>Figura 3.</b> Variedades de frutos do cacau (Theobroma cacao L.).....	22
<b>Figura 4.</b> Estrutura química da Inulina.....	29
<b>Figura 5.</b> Estrutura química dos principais fruto-oligosacarídeos: 1-kestose (A), nistose (B) e frutofuranosil nistose (C).....	30
<b>Figura 6.</b> Imagem representativa do mapa do Brasil (à esquerda), estado do Ceará (ao centro) e localização esquemática do baixo Jaguaribe (à direita).....	34
<b>Figura 7.</b> Fluxograma geral de execução da pesquisa.....	35
<b>Figura 8.</b> Amostra do pó da entrecasca do juá (A) e espuma obtida (B,C).....	39
<b>Figura 9.</b> Sistema para análise de estabilidade da espuma.....	42
<b>Figura 10.</b> Medição do <i>over run</i> das espumas da polpa do cacau (A) e espumas (B).....	43
<b>Figura 11.</b> Espuma da polpa do cacau em bandeja (A); produto desidratado (B) e produto em pó acondicionado em embalagem plástica de polietileno (C). .....	44
<b>Figura 12.</b> Amostra de polpa do cacau <i>in natura</i> (A) e espuma obtida (B).....	53
<b>Figura 13.</b> Espuma da polpa do cacau em bandeja (A); produto desidratado (B) e produto em pó acondicionado em embalagem plástica de polietileno (C). .....	56
<b>Figura 14.</b> Polpa do cacau <i>in natura</i> liofilizada (A) e polpa do cacau adicionada de prebióticos liofilizada (B).....	60
<b>Figura 15.</b> Processo de diálise.....	66

### Artigo I

<b>Figure 1.</b> Imagem representativa do mapa do Brasil (à esquerda), estado do Ceará (ao centro) e localização esquemática do Baixo Jaguaribe com as cidades constituintes (à direita).....	87
<b>Figure 2.</b> Amostras de polpas ( <i>blends</i> ) congeladas (A) e descongeladas (B) utilizadas na presente pesquisa.....	88
<b>Figure 3.</b> Polpa ( <i>blend</i> ) de frutos do cacau com destaque ao teor de umidade da amostra...91	

### Artigo II

<b>Figure 1.</b> Cocoa pulp (A); Juá inner bark powder (B); Cocoa pulp foam (C).....	104
--	-----

<b>Figure 2.</b> Cocoa pulp foam in tray (A); Dehydrated product (B) Powdered product packed in polyethylene plastic bags (C) .....	107
<b>Figure 3.</b> Pareto diagram for the stability of cocoa pulp foams.....	108
<b>Figure 4.</b> Response surface for variable foam stability at drying temperatures of 50°C (A), 60°C (B) and 70°C.....	109
<b>Figure 5.</b> Stability of cocoa pulp foams for drying temperatures of 50°C (A), 60°C (B) and 70°C (C) .....	110
<b>Figure 6.</b> Cocoa pulp powder obtained by the foam-mat drying process.....	112

### Artigo III

<b>Figura 1.</b> Amostras da polpa do cacau <i>in natura</i> (T1); polpa integral em pó liofilizada (T2); polpa em pó adicionada de prebióticos (liofilização) (T3) e polpa em pó adicionada de prebióticos (secagem por camada de espuma) (T4).....	132
<b>Figura 2.</b> Amostras de polpa integral em pó liofilizada (T2); polpa em pó adicionada de prebióticos (liofilização) (T3) e polpa em pó adicionada de prebióticos (secagem por camada de espuma) (T4) .....	133
<b>Figura 3.</b> Micrografias com aumento de 100 vezes - Barra = 500 µm (A), 500 vezes - Barra = 100 µm (B), 1000 vezes - Barra = 50 µm (C) da polpa do cacau adicionada de prebióticos.....	136

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Valores codificados e reais das variáveis independentes.....	40
<b>Tabela 2.</b> Matriz do planejamento fatorial $2^3 + 3$ pontos centrais .....	41
<b>Tabela 3.</b> Modelos matemáticos para ajuste dos dados experimentais das curvas de secagem..	45
<b>Tabela 4.</b> Variáveis avaliadas nos testes para secagem da polpa do cacau ( <i>blend 2</i> ) por camada de espuma .....	50
<b>Tabela 5.</b> Variáveis avaliadas nos testes para secagem da polpa do cacau ( <i>blend 2</i> ).....	51
<b>Tabela 6.</b> Variáveis utilizadas para a secagem da polpa do cacau.....	52
<b>Tabela 7.</b> Valores codificados e reais das variáveis independentes.....	54
<b>Tabela 8.</b> Matriz do planejamento experimental (DCCR).....	54
<b>Tabela 9.</b> Condições do experimento selecionado para secagem da polpa do cacau com prebióticos .....	59
<b>Tabela 10.</b> Classificação da fluidez do pó com base no índice de Carr (IC).....	62
<b>Tabela 11.</b> Classificação da coesividade do pó com base na razão de Hausner (RH).....	62
<b>Tabela 12.</b> Tratamentos utilizados para avaliação do efeito prebiótico.....	66

### Artigo I

<b>Tabela 1.</b> Composição centesimal aproximada da polpa de frutos do cacau. ....	90
<b>Tabela 2.</b> Parâmetro $L^*$ , coordenadas cromáticas $a^*$ , $b^*$ e densidade da polpa de frutos do cacau. ....	92
<b>Tabela 3.</b> Características físico-químicas e químicas da polpa de frutos do cacau. ....	92
<b>Tabela 4.</b> Perfil mineral da polpa ( <i>blend</i> ) de frutos do cacau.....	94
<b>Tabela 5.</b> Estimativas dos coeficientes de correlação de Pearson entre as características: cor da polpa através dos parâmetros luminosidade, coordenada verde/vermelho e coordenada azul/vermelho ( $L^*$ ; $a^*$ e $b^*$ ); densidade (D); acidez total titulável (AT); sólidos solúveis (SS); potencial hidrogênionico (pH); relação SS/AT (RATIO); sólidos totais (ST); sólidos insolúveis (SI); atividade de água (Aw); Vitamina C (Vit. C); açúcares totais (Aç. T.); açúcares redutores (Aç. R.) e amido (A.).....	97

### Artigo II

<b>Table 1.</b> Coded and real values of independent variables evaluated in the drying of cocoa pulp.....	105
<b>Table 2.</b> $2^3$ factorial design matrix + 3 central points for drying cocoa pulp.....	105

<b>Table 3.</b> Density, volumetric expansion and air incorporation values of cocoa pulp foams..	111
<b>Table 4.</b> Theoretical drying yield and drying time values of cocoa pulp .....	113
<b>Table 5.</b> Water activity values of cocoa pulp powders .....	114

### Artigo III

<b>Tabela 1.</b> Classificação da fluidez do pó com base no índice de Carr (IC).....	127
<b>Tabela 2.</b> Classificação da coesividade do pó com base na razão de Hausner (RH).....	127
<b>Tabela 3.</b> Características físico-químicas da polpa do cacau <i>in natura</i> e em pó através de secagem por liofilização e por camada de espuma.....	128
<b>Tabela 4.</b> Comparação média dos parâmetros de coloração da polpa do cacau <i>in natura</i> e em pó adicionada de prebióticos. ....	130
<b>Tabela 5.</b> Propriedades tecnológicas da polpa do cacau em pó sob diferentes condições de secagem .....	132

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>19</b>
2.1 O CACAU ( <i>Theobroma cacao</i> L.) .....	19
<b>2.1.1 Produção agrícola e comércio</b> .....	<b>19</b>
<b>2.1.2 Características gerais</b> .....	<b>20</b>
<b>2.1.3 Qualidade do cacau</b> .....	<b>23</b>
<b>2.1.4 Produtos e subprodutos do cacau</b> .....	<b>24</b>
2.1.4.1 <i>Polpa do cacau (Theobroma cacao L.)</i> .....	26
2.2 ALIMENTOS FUNCIONAIS .....	27
<b>2.2.1 Prebióticos</b> .....	<b>28</b>
2.2.1.1 <i>Inulina e Fruto-oligossacarídeos (FOS)</i> .....	29
2.3 CONSERVAÇÃO DE ALIMENTOS .....	31
<b>2.3.1 Secagem em camada de espuma (<i>Foam-mat drying</i>)</b> .....	<b>32</b>
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>34</b>
3.1 OBTENÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA .....	34
3.2 MÉTODOS .....	35
<b>3.2.1 Estudo I - Caracterização da matéria-prima e secagem da polpa do cacau por camada de espuma (<i>Foam-mat Dryng</i>) (<i>blend 1</i>)</b> .....	<b>36</b>
3.2.1.1 <i>Caracterização da matéria-prima</i> .....	36
a) Composição centesimal aproximada .....	36
b) Características físicas .....	37
c) Características físico-químicas e químicas.....	37
d) Análise Estatística .....	38
3.2.1.2 <i>Secagem da polpa do cacau (blend 1) por camada de espuma</i> .....	39
a) Obtenção das espumas.....	39
b) Planejamento Experimental.....	39
c) Características físicas das espumas .....	41
d) Secagem da polpa do cacau por camada de espuma ( <i>foam-mat dryng</i> ).....	43
e) Caracterização dos pós .....	45
f) Análise Estatística.....	46
<b>3.2.2 Estudo II - Caracterização da matéria-prima e secagem da polpa do cacau por camada de espuma (<i>Foam-mat Dryng</i>) (<i>blend 2</i>)</b> .....	<b>47</b>

3.2.2.1 Caracterização da matéria-prima .....	47
a) Composição centesimal aproximada .....	47
b) Características físicas .....	47
c) Características físico-químicas e químicas.....	47
d) Análise Estatística .....	49
3.2.2.2 Secagem da polpa do cacau (blend 2) por camada de espuma .....	50
a) Testes iniciais para secagem da polpa do cacau .....	50
b) Análise Estatística .....	51
<b>3.2.3 Estudo III - Secagem por camada de espuma da polpa do cacau (<i>Theobroma cacao</i> L.) adicionada de prebióticos.....</b>	<b>52</b>
a) Obtenção das espumas.....	52
b) Planejamento Experimental.....	53
c) Características físicas e físico-químicas das espumas.....	55
d) Secagem da polpa do cacau por camada de espuma ( <i>foam-mat drying</i> ).....	55
e) Caracterização dos pós .....	56
f) Análise Estatística.....	57
<b>3.2.4 Estudo IV- Estudo das propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos.....</b>	<b>59</b>
a) Características físico-químicas.....	61
b) Propriedades tecnológicas .....	61
c) Propriedades microestruturais .....	63
d) Análise Estatística .....	64
<b>3.2.5 Estudo V- Efeito da polpa do cacau em pó adicionada de prebióticos no crescimento de micro-organismos indicadores de propriedades funcionais .....</b>	<b>65</b>
a) Micro-organismos .....	65
b) Digestão <i>in vitro</i> e preparo do meio de cultivo .....	65
c) Determinação de pontuações da atividade prebiótica .....	67
d) Medições de atividades metabólicas prebióticas .....	67
e) Análise Estatística .....	67
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>68</b>
<b>4 RESULTADOS.....</b>	<b>83</b>
4.1 Artigo 1 - Avaliação da composição nutricional, caracterização e correlação dos parâmetros de qualidade da polpa de cacau .....	84

4.2 Artigo 2 - Effect of juá inner bark on drying of cocoa pulp ( <i>Theobroma cacao</i> L.) by foam-mat drying.....	100
4.3 Artigo 3 - Efeito de processos de secagem nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos.....	119
<b>5 CONCLUSÕES.....</b>	<b>144</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>145</b>
<b>APÊNDICES .....</b>	<b>154</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O cacau é considerado o principal fruto do gênero *Theobroma* devido grande importância das sementes para a produção de chocolate (KONGOR et al., 2016). No entanto, durante o processamento dos frutos alguns subprodutos são obtidos, dentre eles a casca e a polpa que constituem dois terços do peso do fruto, resultando em problemas de eliminação e exploração do material descartado (LEE et al., 2020).

A polpa do cacau é considerada um alimento rico em açúcares fermentáveis e elevada acidez, principalmente, pela presença de ácidos orgânicos, e ainda, pode ser considerada uma fonte energética (NETO et al., 2013), podendo ser destinada ao processamento de novos produtos, como geleias, sucos, doces, entre outros (SANTOS et al., 2014).

Entretanto, características específicas da polpa, tais como alta porcentagem de umidade, atividade enzimática e composição podem proporcionar aumento na perecibilidade destes produtos. Assim, métodos de conservação como secagem são considerados de grande relevância para aumentar a vida útil e valor comercial de produtos vegetais (MATOS et al., 2022).

Desse modo, aliada à demanda por alimentos nutritivos, saudáveis e com aumento na vida útil é bastante crescente também o interesse dos consumidores por alimentos que apresentem praticidade no seu preparo. Com isso, a produção de alimentos em pó é considerada uma alternativa viável e amplamente empregada para a conservação de produtos de origem vegetal, gerando insumos para diversas indústrias, como por exemplo, a alimentícia, a agroquímica e a farmacêutica.

Dos métodos de secagem existentes, pode-se destacar o processo de secagem por camada de espuma (*foam-mat drying*) que é considerado uma técnica simples que pode ser aplicada em alimentos sensíveis ao calor, pegajosos e com alto teor de açúcar, como polpas de frutas e sucos. Para o desenvolvimento desta técnica é necessário a utilização de agentes espumantes e/ou estabilizantes com a função de facilitar e manter a estabilidade das espumas para secagem. Assim, a eficiência do método é explicada pelo fato que as bolhas de ar aumentam a área da superfície interna, criando uma estrutura menos resistente ao transporte de massa de vapor de água que proporciona uma redução do tempo e temperatura para desidratação (FREITAS et al., 2018; SILVA FILHO et al., 2016).

Ressalta-se também que, atualmente, a crescente demanda por alimentos saudáveis vem estimulando cada vez mais a inovação e o desenvolvimento de produtos na indústria de alimentos, já que a alimentação representa uma contribuição direta sobre a saúde e prevenção

de doenças. Neste sentido, grandes avanços vêm ocorrendo, principalmente, no desenvolvimento de alimentos potencialmente funcionais com componentes que podem influenciar nas atividades fisiológicas ou metabólicas, ou que sejam enriquecidos com substâncias isoladas de alimentos com estas propriedades (TEODORO et al., 2021).

Dentre os grupos de alimentos com capacidade funcional, pode-se destacar os prebióticos, os quais são definidos como ingredientes nutricionais não digeríveis que estimulam de forma seletiva o crescimento e/ou atividade de bactérias desejáveis no cólon, como é o caso dos fruto-oligossacarídeos (FOS) e Inulina, prebióticos com grande utilização no setor alimentício (BARROS et al., 2022).

Portanto, torna-se de grande importância o desenvolvimento de pesquisas direcionadas a alternativas viáveis para elaboração de alimentos com aproveitamento de subproduto proveniente do processamento dos frutos do cacau, a fim de contribuir com inovações no setor alimentício e agregação de valor do mesmo.

Assim, o desenvolvimento de produtos derivados, como é o caso da polpa do cacau adicionada de prebióticos, pode ser considerada uma alternativa viável para elaboração de um alimento potencialmente funcional e com disponibilidade por longos períodos quando submetida à processo de conservação, como a secagem. Além de significar uma importante opção de fornecimento regular para o mercado interno e externo, possibilitando o consumo durante período de entre safra do cacau e podendo ser utilizada como ingrediente para elaboração de outros alimentos com importância no setor agroindustrial.

Diante do contexto exposto, esta pesquisa teve como objetivo geral estudar a secagem da polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.) pelo método camada de espuma adicionada de prebióticos. Além dos objetivos específicos que consistem em determinar a faixa operacional para a secagem da polpa *in natura* e adicionada de prebióticos, caracterizar as espumas e avaliar as propriedades físico-químicas, tecnológicas e funcionais dos pós-obtidos.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 O CACAU (*Theobroma cacao* L.)

#### 2.1.1 Produção agrícola e comércio

A cacauicultura envolve várias etapas para a produção do cacau, incluindo o manejo fitotécnico da cultura, preparo do solo, implantação da cultura e produção, beneficiamento de amêndoas, comercialização primária, processamento industrial e comercialização secundária dos produtos derivados do processamento das amêndoas (BECKETT, 2009; VALLE, 2012). Os principais países produtores de cacau são: (I) África: Costa do Marfim, Gana, Nigéria, Camarões – 68 %; (II) Ásia / Oceania: Indonésia, Malásia, Papua Nova Guiné – 17 %; (III) Américas: Brasil, Equador, Colômbia - 15 % (WCF, 2014).

No Brasil, o estado da Bahia é conhecido nacionalmente pela produção de cacau, sendo confirmado por dados da Secretaria de Agricultura e Desenvolvimento Rural - SEAGRI (2011) e o Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas - SEBRAE (2014) que estimaram que a Bahia lidera o ranking de toda produção nacional, seguida dos Estados do Pará, Rondônia, Espírito Santo, Amazonas, Mato Grosso e Minas Gerais, respectivamente (ESPINOSA-GARCIA et al., 2015).

Entretanto, a expansão do cultivo do cacau em áreas não tradicionais deixou de ser uma simples tendência tornando-se uma necessidade de sucesso do agronegócio cacauero no Brasil. O Centro de Pesquisa do Cacau (CEPEC/CEPLAC) apontou como viável o modelo de implantação de lavouras que adotam um sistema intensivo de cultivo em áreas que são consideradas mais secas ou de transição, utilizando padrões de alta tecnologia, assim como está sendo implantados e produzidos frutos do cacauero no semiárido do estado do Ceará (MOURA, 2015).

O cultivo em Regiões não tradicionais, como zonas semiáridas tropicais se deve ao desenvolvimento de tecnologias de irrigação localizada, adequação das práticas de nutrição vegetal e mecanização agrícola, aliado à disponibilidade de material genético de cacauero de qualidade superior (SODRÉ; MARROCOS; SARMENTO, 2016). Sobretudo, a cultura cacauera no Brasil encontra-se em crescimento constante nas últimas décadas, visando, principalmente, como fonte econômica, as amêndoas que são destinadas ao processo de fabricação de chocolate ou para a produção de mudas com o intuito de obter lavouras com alta produtividade (VENIAL et al., 2017).

### 2.1.2 Características gerais

O cacaveiro (*Theobroma cacao* L.) é uma importante cultura comercial com intenso significado econômico no mundo, originado da América Central e do Sul pertencente à classe Magnoliopsida, ordem Malvales, família Malvaceae, gênero *Theobroma* e espécie *cacao* (SOUZA et al., 2018; KONGOR et al., 2016; AFOAKWA et al., 2012).

Em termos estruturais, o cacaveiro é capaz de atingir entre 5 a 8 m de altura e 4 a 6 m de diâmetro de copa (Figura 1), podendo atingir até 20 m em condição de floresta devido à competição por luz com outras espécies (SOUZA et al., 2018). Quando maduro, o cacau pode apresentar entre 20 e 40 amêndoas, recobertas por uma polpa mucilaginosa, sendo as sementes extraídas e utilizadas como matéria-prima para a produção de chocolate (VÁSQUEZ et al., 2019).

**Figura 1.** Frutos do cacaveiro (*Theobroma cacao* L.).



**Fonte:** Cacao Cantagalo (2018).

Miranda e Toro (2020) relatam que o cacau se firma como um alimento apreciado devido, principalmente, sua singularidade quanto ao aspecto sensorial e nutricional benéfico ao metabolismo humano. Além disso, apresenta uma estrutura composta por pericarpo (casca), polpa carnosa e sementes que podem apresentar de 34 a 56 % de matéria graxa, envolvidas por polpa adocicada e quando fermentada produz um exsudado de boa qualidade.

Desse modo, os produtos à base de cacau são reconhecidos por suas propriedades organolépticas como também, propriedades terapêuticas, as quais impulsionam sua comercialização e crescimento anual que está previsto para aumentar 3,76 % ao ano de 2017 a 2025 (BOJACÁ et al., 2019).

A semente do cacau (Figura 2) é considerada o principal produto comercializado após ser beneficiada pelos processos de fermentação e secagem, a qual consiste em dois cotilédones (87,1 %) recobertos por um envoltório denominado testa ou tegumento (12 %) e embrião (0,9 %) (BECKETT, 2009).

**Figura 2.** Frutos do cacaeiro com corte transversal (A) e (B), semente de cacau (corte longitudinal) (C).



Fonte: Oba Gastronomia (2018).

A mucilagem (polpa) que reveste as sementes dos frutos do cacaeiro é essencial para processos fermentativos, possibilitando a secagem e o armazenamento das amêndoas. Além disso, a polpa do cacau possui composição variando de 83 a 86 % de água, 11 a 13 % de açúcar (glicose, frutose e sacarose), 0,5 a 1,2 % de pectina, 0,2 a 3 % de hemiceluloses, 0,7 a 0,9 % de celulose, 0,1 a 0,3 % de lignina e 0,3 a 1,3 % ácido cítrico, resultando em um pH baixo de 3,3 a 3,9, proteínas, outros ácidos orgânicos, aminoácidos e minerais também estão presentes, embora em quantidades menores (MEERSMAN et al., 2017).

Os cacaeiros cultivados apresentam grande variabilidade de forma, tamanho, cor e número de sementes devido processos de cruzamentos naturais e artificiais (hibridização) entre os grupos Criollo, Forastero e o Trinitário; sendo o último resultante de uma mistura dos dois primeiros (Figura 3). Ressalta-se que entre os clones universais mais conhecidos estão ICS (Imperial College Selection), TSH (Trinidad Selection Hybrid) e CCN (Castro Naranjal Collection). Os dois primeiros têm origem em Trinidad, enquanto o terceiro tem origem no Equador, os quais apresentam coloração semelhantes quando amadurecem, atingindo cores entre o vermelho e o laranja (ROJAS et al., 2020; ALEXANDRE et al., 2015; RUSCONI e CONTI, 2010).

**Figura 3.** Variedades de frutos do cacaveiro (*Theobroma cacao* L.).



**Fonte:** Ferronato (2020).

A variedade Forastero possui sub variedades, sendo considerado resistente a pragas quando comparado à variedade Criollo assim, tornando seus grãos mais baratos e competitivos na produção de chocolate. Quanto às características morfológicas, os frutos apresentam forma ovoide e casca com superfície dura e quase lisa com coloração verde quando imaturos e amarelos quando maduros. As sementes são firmemente alojadas na polpa e têm formato achatado, de forma quase triangular; possuem cotilédones intensamente pigmentados de cor violeta escuro devido quantidade de antocianinas e sabor mais ácido e adstringente (SOUZA et al., 2018; EFRAIM, ALVES e JARDIM, 2011; RUSCONI e CONTI, 2010; MEDEIROS e LANNES, 2010).

A variedade Criollo possui frutos grandes com superfície rugosa, fina ou espessa que apresenta coloração vermelha ou verde. As sementes são grandes, cotilédone branco ou violeta claro, com odor característico de cacau doce e delicado; e quando submetidas ao processamento de forma correta, originam chocolates e outros derivados com sabor mais frutado, suave, menos amargo e bastante aromático (SOUZA et al., 2018; EFRAIM, ALVES e JARDIM, 2011; RUSCONI; CONTI, 2010;).

Em soma, a variedade Trinitário recebeu esse nome por ser resultante da hibridização entre árvores da variedade Criollo e Forastero e por ser cultivada na cidade de Trinidad. Possui características referentes tanto ao Criollo quanto ao Forastero e o interior de suas sementes pode apresentar cor branca ou violeta, casca variável, geralmente dura, também poderá ser utilizado para produção de chocolates finos com aroma e sabor suave (PIMENTEL e SILVA, 2019).

### 2.1.3 Qualidade do cacau

O cacau é um produto agrícola cuja qualidade final é resultado da associação de vários fatores, tais como: condições ambientais e de cultivo, fatores genéticos, estágio de maturação do fruto e práticas de acondicionamento da polpa. Assim, esses fatores podem afetar o desempenho dos processos de fermentação e secagem das amêndoas de e, conseqüentemente, a qualidade final é representada em seu perfil aromático e propriedades gustativas (BOJACÁ et al., 2019; CALIGIANI et al., 2016; AFOAKWA et al., 2013).

Na cacauicultura, a seleção do estágio de maturação é de grande importância para a obtenção de grãos de cacau de alta qualidade, pois, durante o amadurecimento do fruto, compostos como açúcares, ácidos orgânicos, polifenóis e proteínas, apresentam importantes funções na geração de precursores de aroma que são formados ou modificados (DANG e NGUYEN, 2019). Além disso, parâmetros físico-químicos como pH e acidez titulável da polpa poderão determinar o desempenho do processo de fermentação (BOJACÁ et al. 2019). Assim, o estágio de maturação adequado do cacau e sua homogeneidade podem contribuir diretamente para um bom processo de fermentação e, conseqüentemente, qualidade dos grãos de cacau (GARCÍA-MUÑOZ et al., 2021).

Os principais compostos fenólicos encontrados nas sementes do cacau estão dentro do grupo dos taninos e flavonóides (EFRAIM; ALVES; JARDIM, 2011), bem como sua ação antioxidante (NASROLLAHZADEH et al., 2015). De acordo com Santos et al. (2013) os flavonóides presentes no cacau possuem ação anti-inflamatória, contra doenças cardiovasculares e prevenção da oxidação do colesterol ruim (LDL).

Estudos comprovam que consumir cacau e seus derivados possuem ação benéfica a saúde, devido, principalmente, a presença de compostos bioativos, como os polifenóis, por exemplo (IOANONNE et al., 2015).

As principais variáveis levadas em consideração na escolha, compra e utilização das amêndoas no processamento do chocolate, são: tamanho das amêndoas, umidade, percentual de gordura, podendo, esses fatores, influenciarem diretamente na qualidade final do produto, como no sabor e aroma (*flavor*) do chocolate (NASROLLAHZADEH et al., 2015; RUSCONI e CONTI, 2010).

### 2.1.4 Produtos e subprodutos do cacau

O cacau é considerado o principal fruto do gênero *Theobroma* devido importância econômica das sementes para a produção de alguns produtos de valor comercial, tais como: chocolate, cacau em pó, manteiga do cacau, licor do cacau, entre outros (BOJACÁ et al., 2019; KONGOR et al., 2016). Do fruto do cacaueiro se extraem as sementes que, após sofrerem processo de fermentação, transformam-se em amêndoas, das quais são produzidos os produtos derivados (MIRANDA et al., 2020).

O chocolate, principal produto do cacaueiro, é conhecido pelo seu grande poder energético e suas propriedades funcionais. A principal delas é a redução de riscos de doenças cardiovasculares, devido a presença dos flavonoides em sua composição. Além disso, contém substâncias responsáveis pela produção de serotonina que causa sensação de bem-estar e substância teobromina que estimula a atividade cerebral e mantém a mente desperta. O consumo moderado de chocolate amargo pode garantir vida longa e saudável (SOUZA, DIAS e AGUILAR, 2016).

No entanto, durante o processamento dos frutos do cacaueiro, alguns subprodutos são obtidos, dentre eles a casca e a polpa que constituem dois terços do peso do fruto, resultando em problemas de eliminação e exploração do material descartado (LEE et al., 2020).

Dos subprodutos gerados, a polpa do cacau consiste em uma camada mucilaginosa branca com sabor doce, encontrada em torno das sementes individuais do fruto e apresenta relevante função nos processos de fermentação das sementes, sendo substrato metabolizado por vários micro-organismos na fermentação. Além disso, mudanças como alterações no teor de umidade, açúcar, volume, pH e acidez da polpa, podem afetar a produção de álcoois por leveduras e ácidos por bactérias (AFOAKWA et al., 2012; KONGOR et al., 2016).

O excesso de polpa nas sementes de cacau pode ocasionar uma alta produção de ácido durante a fermentação, prejudicial para a qualidade da amêndoa, tornando-a excessivamente ácida (AFOAKWA; PATERSON, 2010).

Assim, parte da polpa removida pode ser direcionada ao processamento tecnológico como forma de aproveitamento deste subproduto e dos nutrientes (DUARTE et al., 2016), já que a polpa do cacau é nutricionalmente rica e possui compostos antioxidantes que têm proporcionado crescente interesse pelo seu uso para desenvolvimentos de produtos alimentícios (EFRAIM et al., 2011).

A polpa do cacau contém glicose, frutose e sacarose (10% a 15%), pH relativamente baixo, além da alta concentração de ácido cítrico (HERMÁNDEZ et al., 2019).

Já as cascas dos frutos podem ser destinadas para alimentação animal, como de ruminantes, adubação dos solos e material utilizado em substituição de madeira para queima, bem como, o farelo do cacau, resíduo obtido das cascas das amêndoas após serem submetidas a etapas de lavagem e secagem (CARVALHO et al., 2007; SILVA et al., 2005).

Mendoza-Vargas, Jiménez-Forero e Ramírez-Niño (2017) relatam que a pectina extraída enzimaticamente da casca do fruto do cacau é uma alternativa viável para obtenção de pectina com propriedades de interesse na indústria alimentícia.

Outro subproduto do processamento do cacau é o mel de cacau, obtido através da fermentação das amêndoas com a polpa de cacau, onde é drenado por ação das leveduras, também citado na literatura como sudorese e exsudato do cacau (VÁSQUEZ et al., 2019; BALLADARES et al., 2016). O termo “mel do cacau” refere-se às características macroscópicas e ao sabor que se assemelha às características sensoriais do mel de abelha, como o sabor adocicado, embora não seja um produto apícola. Apresenta sua composição contendo pectina, açúcar e ácidos em níveis adequados para a produção de geleias, bebidas alcoólicas, xaropes, licores, entre outros (GUIRLANDA, SILVA e TAKAHASHI, 2021; SANTOS et al., 2014).

O mel de cacau é rico em carboidratos e açúcares totais, possui baixo percentual de cinzas (~0,2 %), baixo perfil de gordura (< 3,54 % de lipídios), além de minerais como cálcio, magnésio e fósforo. O teor de sólidos solúveis é de aproximadamente 14,03 °Brix, pH apresenta valores médios relatados entre 2,76 e 3,58. Assim, a acidez natural é um fator importante para limitar o desenvolvimento de alguns micro-organismos contaminantes, tornando o meio restrito a bactérias lácticas e acéticas, bolores e leveduras. Além disso apresenta açúcares redutores, variando entre 8% a 10 %. Glicose, frutose e sacarose são os principais carboidratos encontrados (GUIRLANDA, SILVA e TAKAHASHI, 2021; NETO et al., 2016; SANTOS et al., 2014; ANVOH et al., 2009).

Portanto, de forma geral destaca-se que o aproveitamento integral dos subprodutos e resíduos é um grande desafio para sustentabilidade na cadeia do cacau. Assim, o desenvolvimento de usos inovadores das cascas, polpa e mel representam grande importância para os produtores (GUIRLANDA, SILVA e TAKAHASHI, 2021).

#### 2.1.4.1 Polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.)

Devido ao seu sabor agradável, a polpa do fruto do cacau tem sido considerada atrativa no setor alimentício, além da sua composição nutricional e utilização em processos fermentativos das sementes. Desse modo, aplicações alternativas para o uso da polpa do cacau estão ganhando cada vez mais popularidade para possíveis desenvolvimentos de produtos alimentícios, tais como: produção de geleia de cacau, álcool, vinagre, sucos e polpas mistas industrializados, entre outros (DONATTI et al., 2021; HAASE et al., 2021; RIBEIRO et al., 2021; MIRANDA et al., 2020).

Santos Filho et al. (2019) inocularam suco de cacau com *Lactobacillus casei* para a produção de uma bebida probiótica e relataram que o suco de cacau é uma matriz viável para o crescimento do micro-organismo probiótico e para manter a viabilidade microbiana necessária para efeitos benéficos à saúde ao longo da vida útil avaliada, além de preservar os compostos fenólicos e a atividade antioxidante, conferindo benefícios nutricionais a este alimento funcional.

Diante do exposto, ressalta-se uma ampla gama de produtos à base da polpa do cacau que apresenta alto potencial de aplicação para produção de alimentos, tendo como atributo principal o seu agradável sabor tropical (DONATTI et al., 2021).

Assim, o papel cada vez mais influente da indústria alimentícia sobre a dieta e estilo de vida da população vem acompanhado do desafio de atender a demanda dos consumidores por produtos que sejam saborosos, atrativos e que visem à saúde e o bem-estar. Desse modo, aumentando a preferência por alimentos ricos em nutrientes e que possam fortalecer o organismo, reduzindo os riscos de doenças. Neste sentido, avanços vêm ocorrendo no desenvolvimento de alimentos funcionais, dentre eles, os prebióticos que estimulam de forma seletiva o crescimento e/ou atividade de bactérias desejáveis no cólon (BARROS et al., 2022).

Neste contexto, a polpa do cacau é considerada substrato importante para veicular ingredientes funcionais, uma vez que são fontes de nutrientes e sabor agradável o que torna-se preferível sob o ponto de vista do consumidor. Além da disponibilidade dos produtos por longos períodos quando submetida a processo de conservação, como é o caso da secagem que proporciona redução da atividade de água ( $A_w$ ) do produto em pó, retardo do crescimento microbiano, taxas de reações químicas e atividades enzimáticas (LI et al., 2021; MENON, STOJCESKA e TASSOU, 2020).

## 2.2 ALIMENTOS FUNCIONAIS

Segundo a literatura, alimentos funcionais são alimentos processados ou naturais que quando regularmente consumidos dentro de uma dieta diversificada em níveis eficazes têm efeitos potencialmente positivos sobre a saúde, além da nutrição básica (GRANATO et al., 2017). Essa classe de alimentos é similar aos alimentos convencionais com relação à aparência, contudo, além de nutrir fornecem função específica, proporcionando efeitos adicionais de saúde sobre o consumo sustentável (LAMSAL, 2012; SILVA; RABELO; RODRIGUES, 2012). Assim, devido à popularidade deste termo, existe grande interesse e motivação para a produção de alimentos que podem fornecer benefícios funcionais adicionais para o bem-estar dos consumidores (GRANATO et al., 2020). Dentre os ingredientes alimentares funcionais estão inclusos, principalmente, os probióticos, prebióticos, vitaminas e minerais (LAMSAL, 2012).

Em geral, alimentos funcionais representam um assunto intensamente pesquisado e podem fornecer benefícios que vão além da nutrição básica e redução do risco de diferentes doenças crônico-degenerativas, a maioria delas relacionadas com o processo de envelhecimento. Parte do seu impacto positivo é atribuída à bioatividade, responsável pela atividade antioxidante, ação anti-inflamatória e efeito imunomodulatório. Desse modo, a indústria de alimentos e os pesquisadores podem se beneficiar de uma colaboração próxima neste campo, devido ao grande potencial que esta classe de alimentos pode proporcionar (SANCHO; PASTORE, 2016; GRANATO et al., 2020; LUVIÁN-MORALES et al., 2021; JOHN et al., 2020).

Uma das estratégias para a produção de alimentos funcionais é a adição de composto bioativo em um alimento convencional, levando-se em conta diferentes variáveis, tais como: a interação desse composto com a matriz alimentar, a estabilidade ao processamento e a sua biodisponibilidade (AMIGO-BENAVENT et al., 2013). No entanto, para o desenvolvimento de alimentos funcionais é importante conhecer os impactos sensoriais de seus componentes e determinar como a sua adição aos produtos pode influenciar a preferência e aceitabilidade dos consumidores (PIMENTEL; MADRONA; PRUDENCIO, 2015).

No Brasil, o potencial de alimentos funcionais é elevado, devido a biodiversidade e recursos naturais disponíveis. Assim, as possibilidades de desenvolvimento de novos produtos voltados à saúde e bem-estar são amplas e merecem maior exploração, tendo como base os conhecimentos já consolidados sobre essa classe de alimentos (SANCHO; PASTORE, 2016).

### 2.2.1 Prebióticos

Dentre os grupos de alimentos funcionais estão os prebióticos que são componentes alimentares não-digeríveis que afetam benéficamente o hospedeiro por estimularem seletivamente a proliferação ou atividade de populações de bactérias desejáveis no cólon. Assim, os prebióticos são definidos como substratos seletivamente fermentados utilizados por micro-organismos do hospedeiro conferindo um benefício à saúde por desempenhar funções fisiológicas no organismo (GIBSON et al., 2017).

Desse modo, um ingrediente alimentar pode ser considerado prebiótico se, preencher os critérios de não ser hidrolisado na parte superior do trato gastrointestinal e aumentar seletivamente o crescimento de alguns grupos especiais de bactérias no intestino, como também, alterar sua microbiota (SINGH, SINGH e KENNEDY, 2016).

É importante destacar que para ser classificado como um prebiótico dietético, alguns critérios principais devem ser atendidos, tais como: resistência ao ácido gástrico e hidrólise por enzimas de mamíferos e absorção gastrointestinal; capacidade de ser metabolizado pela microbiota intestinal; e estimulação seletiva do crescimento ou atividade das bactérias que têm efeitos benéficos à saúde (LORDAN et al., 2020).

Além disso, o uso de prebióticos não deve causar efeitos negativos ao hospedeiro, como o crescimento de micro-organismos patogênicos ou distensão abdominal causada pela produção excessiva de gases, geralmente, associados à dose do prebiótico ingerida. Desse modo, uma dose adequada deve ser suficiente para proporcionar um efeito prebiótico, mas que não induza efeitos indesejados ou adversos (LORDAN et al., 2020; GIBSON et al., 2017; VESTER et al., 2009).

Outros fatores que podem influenciar a atividade prebiótica estão relacionados com a composição da microbiota do indivíduo, capacidade de fermentação do prebiótico e a presença de espécies probióticas-chave (REZENDE, LIMA e NAVES, 2021).

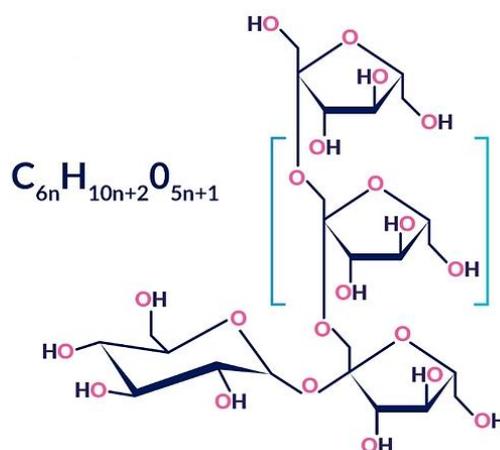
O estímulo da multiplicação dos micro-organismos benéficos do intestino, especialmente bifidobactérias no cólon, tem sido observado com consumo diário a partir de 4 a 5 g até 20 g de prebióticos por um período de, pelo menos, duas semanas. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) realizou atualização da lista de alimentos que poderiam receber alegações de propriedade funcional no Brasil. Dentre os itens citados encontram-se os prebióticos Inulina e Fruto-oligossacarídeos (FOS). No entanto, a lista encontra-se em processo de atualização e está indisponível (TEODORO et al., 2021).

### 2.2.1.1 Inulina e Fruto-oligossacarídeos (FOS)

Dentre os grupos de prebióticos mais bem caracterizados na literatura estão os galacto-oligossacarídeos (GOS), a inulina e seu oligômero, fruto-oligossacarídeos (FOS) (LORDAN et al., 2020).

A inulina é um prebiótico classificado como um polissacarídeo pertencente à classe dos frutanos, sendo um polímero de frutose unido por ligações  $\beta - (2 \rightarrow 1)$ , podendo possuir uma unidade de glicose na extremidade da cadeia (Figura 4).

**Figura 4.** Estrutura química da Inulina.



**Fonte:** Mansilla (2020).

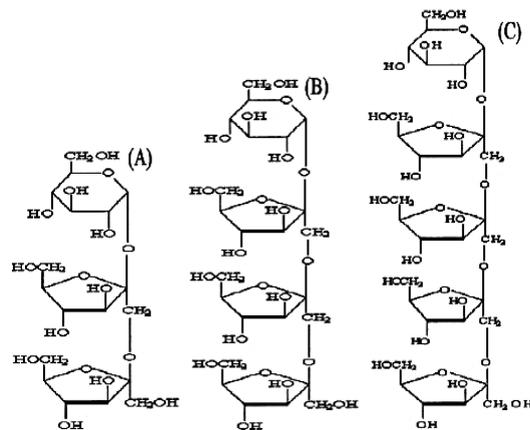
Industrialmente a inulina é extraída das raízes da chicória, sendo carboidratos de reserva em vários vegetais, tais como: alho, alcachofra, entre outros (CALÇARÃO, 2012). Enquanto que os fruto-oligossacarídeos são obtidos a partir da hidrólise controlada da inulina (utilizando endoinulinases) ou sintetizados a partir da sacarose (utilizando enzimas que apresentam atividade fructosil-transferase, como as obtidas a partir de *Aspergillus niger* ou de *Aspergillus ficuum*) (SINGH, SINGH e KENNEDY, 2016; FRANCK e BOSSCHER, 2009; ROBERFROID, 2005).

Dentre as propriedades prebióticas da inulina, pode-se destacar sua utilização como fibra dietética não digerível junto com os FOS e ajuda na manipulação da microbiota intestinal, bem-estar geral do corpo hospedeiro, efeitos na nutrição infantil, prevenção de câncer de cólon, obesidade, entre outros (SINGH, SINGH e KENNEDY, 2016). Com relação a propriedade importante e desejável da inulina para uso na indústria alimentícia pode-se destacar a sua solubilidade. Relatos afirmam que a inulina de chicória nativa é solúvel até cerca de 60 g/L a

10 °C e com o aumento da temperatura sua solubilidade aumenta até 330 g/L a 90 °C (MUTANDA et al., 2014).

Os fruto-oligossacarídeos (FOS) são carboidratos complexos de configuração molecular resistente à ação hidrolítica da enzima salivar intestinal, chegando intactos ao cólon (PEREIRA e LUSNE, 2019) (Figura 5).

**Figura 5.** Estrutura química dos principais fruto-oligossacarídeos: 1-kestose (A), nistose (B) e frutofuranosil nistose (C)



**Fonte:** Passo e Park (2003); Manso et al. (2008).

Conforme citado anteriormente, a síntese enzimática dos FOS pode apresentar dificuldades industriais, tais como: elevado custo e baixa disponibilidade no mercado de enzimas com atividade eficiente para produção em larga escala industrial (SINGH, SINGH e KENNEDY, 2016; OLIVEIRA et al., 2020).

As propriedades relacionadas à estabilidade dos FOS são consideradas de grande importância na indústria de alimentos, visto que a sua adição em produtos processados poderá ocasionar possíveis degradações e consequente perda do efeito prebiótico. No entanto, apresentam estabilidade térmica superior à da sacarose na faixa de pH da maioria dos alimentos (pH 3 a 7) e à temperatura de até 140 °C. Assim, processos térmicos não são capazes de degradar os FOS (MACEDO, VIMERCATI e ARAÚJO, 2020).

Em geral, os prebióticos têm sido adicionados em larga escala aos laticínios como iogurtes e bebidas lácteas. No entanto, com o objetivo de assegurar o bem-estar, a saúde e o risco mínimo de desenvolvimento de doenças, cresce o mercado de alimentos funcionais na indústria de produtos de origem vegetal que vem investindo na adição de ingredientes prebióticos, capazes de atender aos anseios dos consumidores por padrões de qualidade dos alimentos e conscientização da relação existente entre alimentação saudável e saúde.

## 2.3 CONSERVAÇÃO DE ALIMENTOS

A necessidade de estocagem de alimentos para utilização por maior período de tempo é um fator determinante para o desenvolvimento de técnicas que preservem ao máximo a qualidade sensorial e nutricional dos produtos alimentícios, mantendo-os seguros para o consumo (BARROS et al., 2020).

Assim, a tecnologia de alimentos apresenta grande relevância na aplicação de métodos e processos que possam reduzir perdas, aumentando o aproveitamento de subprodutos e disponibilidade de alimentos através do prolongamento da sua vida útil com manutenção da qualidade (LEONARDI e AZEVEDO, 2018).

Contudo, a conservação é a arte que consiste em manter o alimento o mais estável possível, mesmo em condições nas quais isso não seria viável (FOOD INGREDIENTS BRAZIL, 2012). Desse modo, diversas metodologias são utilizadas com o objetivo de proporcionar reduções nas perdas e preservar a qualidade dos alimentos, dentre elas podem-se destacar a refrigeração, congelamento, branqueamento, pasteurização, esterilização, secagem, apertização, tinalização, desidratação, liofilização, radiação ou até mesmo o uso de conservantes químicos (SOUZA et al., 2021).

Dentre os métodos existentes, a secagem é uma das técnicas mais amplamente utilizada e consiste, essencialmente, na remoção de água de um substrato, sendo ela transferida na forma de vapor para o ar circundante. Com isso, a capacidade de o ar absorver vapor de água irá regular a intensidade desse processo e a umidade relativa do ar quantifica tal capacidade, que é determinada pelo equilíbrio líquido-vapor no ar úmido (GÁRCIA et al., 2021).

Desse modo, a necessidade de estocagem de alimentos para utilização em maior período é considerada fator relevante, principalmente, quando mantem a qualidade sensorial e nutricional dos produtos alimentícios para o consumo. Assim, torna-se necessário um controle rigoroso no aspecto microbiológico, já que, os micro-organismos influenciam na deterioração dos alimentos, proporcionando redução no tempo de consumo (BARROS et al., 2020).

Para produtos de origem vegetal, cada tipo de secagem pode influenciar na qualidade e propriedades físico-químicas ou nutricional, sendo que cada técnica possui suas vantagens e restrições específicas, levando a diferenciação do produto final. Assim, dentre os diversos métodos empregados para secagem de frutas, destacam-se secagem natural, em leito fixo, em camada de espuma, por atomização e em forno micro-ondas (IZLI, İZLI e TASKIN, 2017; AL JUHAIMI et al., 2016).

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

A secagem em camada de espuma (*Foam-mat drying*) é um método promissor desenvolvido no campo da secagem de alimentos aquosos. Neste processo produtos líquidos são transformados em espuma estável, seguido de secagem em temperaturas relativamente baixas formando assim uma fina e porosa película alveolar ou camada que é desintegrada em um pó fluido (JANGAM, LAW e MUJUMDAR, 2010).

Por causa da estrutura porosa da espuma e da grande área de superfície exposta ao ar de secagem, as taxas de transferência de massa são aumentadas quando comparado ao alimento sólido, levando a um menor período de desidratação e produto final com qualidade superior (FRANCO et al., 2015).

Assim, no processo de secagem por camada de espuma, alimentos líquidos ou semilíquidos são convertidos em uma espuma estável que é então espalhada em bandejas de secagem, posteriormente, passará pelo processo de secagem, sendo moídas até obtenção de um pó. Devido ao aumento da área de superfície exposta ao ar quente, a evaporação é acelerada e temperaturas de secagem mais baixas podem ser usadas para torná-la mais adequada para a secagem de alimentos altamente viscosos e pegajosos contendo grandes quantidades de açúcar e alimentos sensíveis a altas temperaturas (FREITAS et al., 2018).

Este processo de secagem requer um agente espumante para diminuir a tensão superficial entre o líquido e a fase gasosa. Para tanto, podem ser utilizados proteínas, gomas e emulsificantes (BENKOVIĆ et al., 2019).

No entanto, além dos agentes espumantes/estabilizantes comerciais, os produtos naturais também podem apresentar características favoráveis a formação de espumas para secagem, dentre eles produtos provenientes do juazeiro (*Ziziphus joazeiro* Mart.) como a entrecasca do juá em pó. Moreira et al. (2021) avaliando a obtenção do pó da entrecasca do Juazeiro por secagem em camada de espuma ressaltam que, o produto obtido apresentou características que o apontam como um bom agente espumante, uma vez que possuem saponinas que podem proporcionar a formação de espumas estáveis sem a necessidade de adição de agentes espumantes comerciais.

Diversos fatores podem ser responsáveis pela geração e estabilidade das espumas, dentre eles estão à composição química do alimento, o percentual de sólidos solúveis totais; a concentração e o tipo de agente espumante (albumina de ovo, leite, isolado proteico de soja, entre outros) e/ou estabilizante (gelatina, carboximetilcelulose, goma xantana); tempo de agitação; método de incorporação de ar, entre outros. Com o intuito de se obter espumas

estáveis é importante uma extensa pesquisa e análise visando selecionar as melhores condições do processo (BALASUBRAMANIAN et al., 2012).

O método de secagem em camada de espuma oferece diversas vantagens em relação à secagem de produtos não espumados, utilizando o mesmo tipo de secador, podendo-se destacar a possibilidade do uso de menores temperaturas de desidratação e menor tempo de secagem, levando a uma redução da degradação térmica dos produtos secos em comparação à secagem convencional por convecção. A redução do tempo de secagem ocorre por dois motivos: pela utilização de uma maior área de superfície exposta ao ar de secagem e pela velocidade de secagem. Com isso, essa combinação acelera o processo de remoção da água, permitindo alcançar um produto poroso e fácil de reidratar (RATTI e KUDRA, 2006, FERNANDES et al., 2014). O produto seco obtido a partir deste método de secagem pode apresentar melhor qualidade, aspecto poroso e facilidade de reconstituição.

Várias pesquisas vêm sendo desenvolvidas utilizando o processo de secagem por camada de espuma para frutas e vegetais com diferentes agentes espumantes/estabilizantes, dentre elas tem-se o estudo com caldo de cana utilizando combinações entre os aditivos Emustab<sup>®</sup>, Superliga neutra<sup>®</sup> e carbonato de cálcio nas temperaturas de 50, 60 e 70 °C (MARQUES, ARRUDA e SILVA, 2016); polpa do mamão fazendo uso da clara do ovo (5-20%), goma xantana (0 - 0,5%) e diferentes tempos de agitação (5 - 20 min) (EL-SALAM, ALI e HAMMAD, 2021); suco de abacaxi com menta através do uso de Superliga neutra<sup>®</sup> e Emustab<sup>®</sup> sob tempo de agitação de 15 min com secagem nas temperaturas de 60, 70 e 80 °C (GONZAGA et al., 2021); extrato de sorgo vermelho através da encapsulação com goma arábica, soro de leite e goma xantana (SUSANTI et al., 2021), entre outras pesquisas.

De acordo com Sangamithra et al. (2015) a secagem por método camada de espuma é considerada uma alternativa simples e econômica quando comparada a secagem por atomização e liofilização. Além disso, observa-se uma aplicação crescente na secagem de líquidos como leite, sucos de frutas, café e chá, em escala comercial (BAG, SRIVASTAV e MISHRA, 2011).

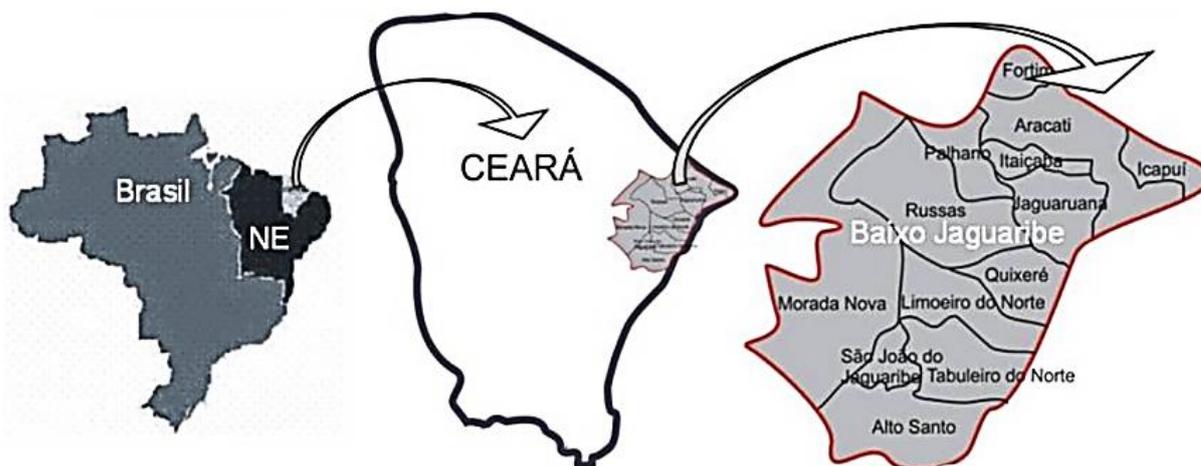
Desse modo, essa técnica possibilita taxas de secagens rápidas, atributos nutricionais e de reconstituição elevados, capacidade de secagem de produtos sensíveis ao calor, pegajosos e açucarados com manutenção na qualidade dos pós obtidos (SILVA et al., 2021; KHODIFAD e KUMAR, 2020), diminuição do peso que facilita o transporte e distribuição do produto por um custo menor (LANGRISH; PREMARAJAH, 2013).

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 OBTENÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA

As polpas dos frutos do cacaueteiro analisadas foram provenientes do processo de despulpamento de cultivo no Baixo Jaguaribe – CE, nas Unidades de Observação e Demonstrativas de fazenda localizada no Lote 7 do Perímetro Irrigado Tabuleiro de Russas, no Município de Russas – CE com latitude 04°56'25”S, longitude 37°58'33”W e altitude de 20m (Figura 6).

**Figura 6.** Imagem representativa do mapa do Brasil (à esquerda), estado do Ceará (ao centro) e localização esquemática do Baixo Jaguaribe (à direita).



**Fonte:** Ferrão, Braga e Pozzer (2014).

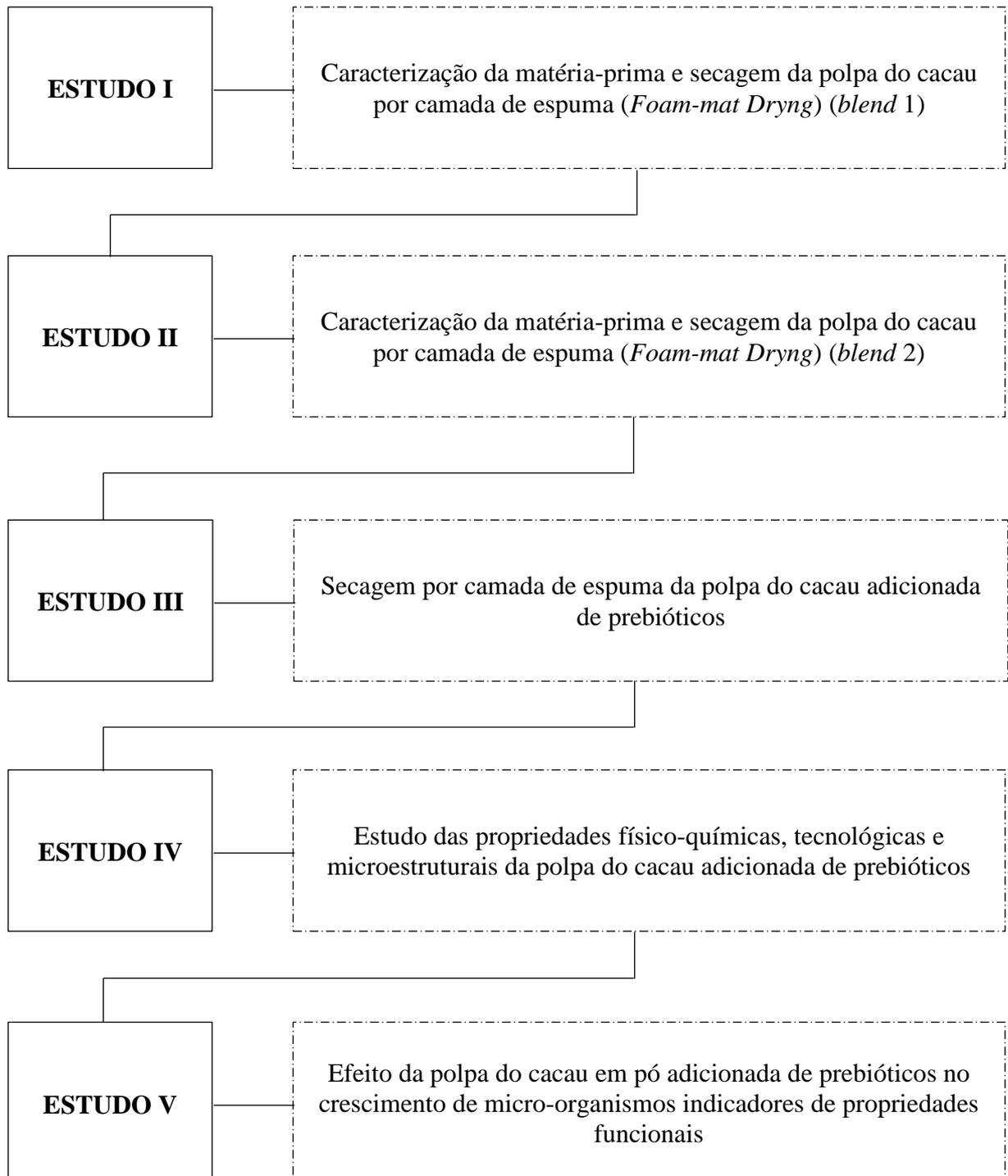
Na primeira etapa do experimento foram utilizadas polpas de frutos do cacaueteiro provenientes dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005, denominadas comercialmente de *blend* e para segunda etapa da pesquisa, utilizaram-se polpas dos genótipos PS1319.2005 e PS1319.2006 (*blend 2*).

As amostras foram adquiridas congeladas em pacotes de 500 g, as quais foram selecionadas de maneira aleatória após processamento dos frutos em despulpadeira específica. Após a aquisição, as amostras foram transportadas para o Laboratório de Química de Alimentos do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte – Ceará e para o Laboratório de Termodinâmica da Universidade Federal da Paraíba *Campus* João Pessoa – Paraíba, sob condições de refrigeração e conservação, proteção da luz, e armazenadas em freezer doméstico até o momento das análises.

### 3.2 MÉTODOS

Para o desenvolvimento da pesquisa realizou-se a divisão da metodologia em etapas compreendidas de estudos principais, conforme descritos na Figura 7.

**Figura 7.** Fluxograma geral de execução da pesquisa.



**Fonte:** Autor.

### **3.2.1 Estudo I - Caracterização da matéria-prima e secagem da polpa do cacau por camada de espuma (*Foam-mat Dryng*) (*blend 1*)**

As análises para caracterização da matéria-prima foram realizadas no Laboratório de Química de Alimentos e Laboratório de Solos, Água e Tecidos Vegetais do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará *Campus* Limoeiro do Norte.

#### *3.2.1.1 Caracterização da matéria-prima*

##### a) Composição centesimal aproximada

A análise do teor de umidade foi realizada por método gravimétrico através da secagem direta de 3 g da amostra em estufa (Heraeus Instruments UT-12) na temperatura de 105 °C até a obtenção de massa constante (AOAC, 2005).

A determinação do teor de cinzas foi realizada por método gravimétrico com incineração do material em forno tipo mufla (ElektroTherm LM 312-10) a 550 °C por período de 6 horas, com resfriamento em estufa a 105 °C por 30 min, seguido do acondicionamento em dessecador por 30 minutos até peso constante (AOAC, 2005).

As amostras foram analisadas quanto ao teor de proteínas de acordo com o método Kjeldahl que consiste na determinação do nitrogênio total (AOAC, 2005).

A quantificação de lipídios totais foi realizada conforme descrição estabelecida por Bligh e Dyer (1959), através da pesagem de 10 g da amostra em um erlenmeyer de 250 mL, com posterior acréscimo de 50 mL de metanol, 25 mL de clorofórmio e 10 mL de água destilada. Desse modo, a solução ficou em agitação por 15 min, em seguida, foi levada para funis de separação e adicionou-se uma pequena quantidade de sulfato de sódio anidro para remover possíveis traços de água presentes na solução. Após separação de fases, a fração lipídica foi levada para estufa aquecida a 105 °C até peso constante (IAL, 2008).

A concentração total de carboidratos foi calculada por diferença e o valor calórico da amostra foi realizado através da soma das porcentagens de proteína bruta e carboidratos totais, multiplicados pelo fator 4 (cal/g) somado ao teor de lipídios totais, multiplicados pelo fator 9 (cal/g) (PEREIRA et al., 2012).

## b) Características físicas

Para análise das características físicas, as amostras foram avaliadas com auxílio de um colorímetro digital de bancada cujas leituras foram realizadas no sistema de cor CieLab ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ), sendo  $L^*$  a luminosidade,  $a^*$  a transição da cor verde ( $-a^*$ ) para o vermelho ( $+a^*$ ) e  $b^*$  a transição da cor azul ( $-b^*$ ) para a cor amarela ( $+b^*$ ) (RINALDI e COSTA, 2021).

A densidade da polpa integral foi determinada utilizando-se o método picnométrico a temperatura de 25 °C, o qual consiste na medida da massa em relação ao volume da amostra utilizando-se picnômetros e calculada como a relação entre a massa e o volume das amostras (CÉSAR, PAOLI e ANDRADE, 2004).

## c) Características físico-químicas e químicas

O teor de acidez total titulável da amostra analisada foi determinado através de método acidimétrico, cujas amostras foram tituladas com solução padronizada de NaOH 0,1N e com os resultados expressos em % de ácido cítrico (IAL, 2008).

Para determinação do potencial hidrogeniônico utilizou-se método potenciométrico com medidor de pH da marca Hanna Instruments<sup>®</sup>, previamente calibrado com solução tampão de pH 4,0 e 7,0 e o eletrodo imerso diretamente na polpa em análise (AOAC, 2005).

O teor de sólidos solúveis foi avaliado por leituras em refratômetro de bancada por método refratométrico, conforme metodologia recomendada pela AOAC (2005) com os resultados expressos em °Brix.

Para análise de ratio (indicativo de *flavor*) realizou-se a divisão direta do teor de sólidos solúveis pela acidez total titulável da amostra.

A análise do teor de vitamina C foi realizada por método titulométrico através de pesagem da amostra com posterior diluição em ácido oxálico e do extrato preparado realizou-se a titulação com solução de Tilmans como indicador (IAL, 2008). Os resultados finais foram expressos em mg de ácido ascórbico por 100 g da amostra.

Para determinar a Atividade de água da amostra, realizou-se leitura por medição direta no analisador de atividade de água Novasina LabMaster-aw em que as amostras foram colocadas em cubetas, posteriormente acondicionadas no aparelho para confirmação da leitura.

A determinação do teor de Sólidos Totais foi realizada por método gravimétrico através da secagem direta da amostra em estufa, permanecendo em aquecimento a 105 °C por 3 horas, resfriadas em dessecador (30 min) e pesadas. Posteriormente, as operações de aquecimentos e

resfriamento foram realizadas repetidas vezes até massa constante das amostras. Enquanto que, a determinação de sólidos insolúveis totais foi realizada com a diluição da amostra em água quente que permaneceu em fervura por 15 min. Posteriormente, a solução foi filtrada sob vácuo e lavada com água quente. O papel de filtro foi seco em estufa a 105 °C por 1 hora e pesado (GAZOLA et al., 2016; IAL, 2008).

O teor de amido foi determinado por hidrólise ácida por método doseado com reagente DNS (Ácido 3,5 Dinitro Salicílico) com medida colorimétrica realizada em espectrofotômetro (AOAC, 2005; MILLER, 1959). O resultado final foi multiplicado por fator igual e constante a 0,90.

Para quantificação de açúcares solúveis totais, utilizou-se o método com Antrona que consiste na hidrólise pelo ácido sulfúrico concentrado que quando aquecido com hexoses sofre uma reação de condensação, formando um produto de coloração verde e lida em espectrofotômetro a 620 nm, de acordo com metodologia descrita por Yemn e Willis (1954).

Para análise do teor de açúcares redutores utilizou-se método com reagente DNS (3,5-Dinitro – Salicílico) com leitura (do extrato preparado) em espectrofotômetro a 540 nm (MILLER, 1959).

Para determinação do perfil mineral da polpa (*blend*), foi realizada secagem da amostra em estufa a 105 °C por 24 horas e em seguida realizou-se o tratamento com ácido nítrico, perclórico e água deionizada. Assim, o teor de elementos minerais da amostra digerida foi determinado por espectrofotometria de absorção de chama atômica (ICE 3300 Thermo Scientific) para quantificar os macronutrientes: Nitrogênio (N), Fósforo (P), Potássio (K) e Magnésio (Mg), e os seguintes micronutrientes: Ferro (Fe), Zinco (Zn), Cobre (Cu), Manganês (Mn) e Boro (B), com exceção do Fósforo (P), que foi medido em espectrofotômetro (FEMTO 600 Plus) a 420 nm. Os resultados foram convertidos de base seca para base úmida e expressos em mg por 100 g da amostra.

#### d) Análise Estatística

Os resultados obtidos foram avaliados através de 5 repetições para cada análise desenvolvida e posteriormente foram submetidos à análise estatística de médias e desvios padrão.

### 3.2.1.2 Secagem da polpa do cacau (blend 1) por camada de espuma

O processo de secagem e demais análises desta etapa foram realizados no Laboratório de Termodinâmica, Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal da Paraíba Campus João Pessoa.

#### a) Obtenção das espumas

Conforme mencionado anteriormente, foram utilizadas amostras (*blend*) de polpa dos frutos do cacau (*Theobroma cacao* L.) resultante da mistura dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005.

Para obtenção da espuma, utilizou-se como agente espumante o pó da entrecasca do juá, desenvolvido pela equipe de secagem do Departamento de Engenharia Química – UFPB (NEGREIROS et al., 2017).

A polpa do cacau e o pó da entrecasca do juá foram submetidos à agitação e processados em batedeira Planetária Deluxe SX80 da marca Arno a velocidade máxima e constante fixada para a produção das espumas (Figura 8), as quais foram obtidas para as concentrações e tempos de agitação determinados no planejamento experimental fatorial completo.

**Figura 8.** Amostras do pó da entrecasca do juá (A) e espuma obtida (B,C).



**Fonte:** Arquivo pessoal.

#### b) Planejamento Experimental

Os experimentos foram realizados de acordo com o Planejamento Experimental Fatorial Completo  $2^3$  com 3 pontos centrais, totalizando 11 ensaios experimentais combinando os níveis

superior (+), inferior (-) e o ponto central (0) (RODRIGUES e IEMMA, 2005).

As variáveis independentes analisadas no processo foram definidas como: concentração do agente espumante (entrecasca do juá em pó); tempo de agitação e temperatura de secagem. Enquanto as variáveis dependentes foram: estabilidade das espumas, atividade de água ( $A_w$ ) dos pós obtidos, rendimento teórico e tempo de secagem.

O modelo adotado foi o linear de primeira ordem, conforme descrito na Equação 1.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 C_{(\text{espum.})} + \beta_2 t_{(\text{agit.})} + \beta_3 T_{(\text{secag.})} + \beta_4 C_{(\text{espum.})} t_{(\text{agit.})} + \beta_5 C_{(\text{espum.})} T_{(\text{secag.})} + \beta_6 t_{(\text{agit.})} T_{(\text{secag.})} + \beta_7 C_{(\text{espum.})} t_{(\text{agit.})} T_{(\text{secag.})} \quad (1)$$

Onde,  $Y$  são as respostas (estabilidade das espumas, atividade de água dos pós obtidos, rendimento teórico e tempo de secagem),  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ ,  $\beta_3$  são os coeficientes de regressão linear,  $\beta_4$ ,  $\beta_5$ ,  $\beta_6$  e  $\beta_7$  são os coeficientes de interação da regressão em que  $C$ ,  $t$  e  $T$  são as variáveis independentes (concentração do agente espumante; tempo de agitação e temperatura de secagem).

Nas Tabelas 1 e 2 são apresentados 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 independentes	Níveis		
	-1	0	1
$C_{\text{juá}} (\%)$	3	4	5
$t_{\text{ag}} (\text{min})$	4	5	6
$T (^\circ\text{C})$	50	60	70

$C_{\text{juá}}$  = Concentração do agente espumante – Entrecasca do juá em pó;

$t_{\text{ag}}$  = Tempo de agitação;

$T$  = Temperatura de secagem.

**Tabela 2.** Matriz do planejamento fatorial  $2^3 + 3$  pontos centrais.

Experimento	Variáveis independentes		
	C <sub>juá</sub> (%)	t <sub>ag</sub> (min)	T (°C)
01	-1 (3)	-1 (4)	-1 (50)
02	+1 (5)	-1 (4)	-1 (50)
03	-1(3)	+1 (6)	-1 (50)
04	+1(5)	+1 (6)	-1 (50)
05	-1 (3)	-1 (4)	+1 (70)
06	+1 (5)	-1 (4)	+1 (70)
07	-1(3)	+1 (6)	+1 (70)
08	+1(5)	+1 (6)	+1 (70)
09	0 (4)	0 (5)	0 (60)
10	0 (4)	0 (5)	0 (60)
11	0 (4)	0 (5)	0 (60)

C<sub>juá</sub> = Concentração do agente espumante – Entrecasca do juá em pó;

t<sub>ag</sub> = Tempo de agitação;

T = Temperatura de secagem.

### c) Características físicas das espumas

A estabilidade das espumas foi determinada de acordo com a técnica descrita por Karim e Wai (1999) em que o volume drenado de 20 g da espuma foi determinado a cada intervalo de 10 min, durante período de 90 min, sistema esse mantido nas temperaturas de secagem dos experimentos (50, 60 e 70 °C).

O procedimento foi realizado em triplicata para cada experimento (Figura 9).

**Figura 9.** Sistema para análise de estabilidade da espuma.



**Fonte:** Arquivo pessoal.

A determinação da densidade da espuma foi realizada através da relação da massa e do volume ocupado a mesma temperatura ambiente ( $25 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ) (ARAÚJO et al., 2017, BROCK et al., 2008) com os resultados obtidos conforme Equação 2.

$$\rho = m / V \quad (2)$$

Onde:

$\rho$  - densidade (massa específica) da amostra ( $\text{kg/m}^3$ );

$m$  - massa do produto (kg);

$V$  - volume da proveta (mL).

Com os dados obtidos da massa específica da polpa e da espuma, determinou-se o percentual de expansão volumétrica das espumas (Equação 3) (FEITOSA et al., 2017).

$$\text{Expansão (\%)} = ((1/\rho_{\text{espuma}} - 1/\rho_{\text{polpa}})/(1/\rho_{\text{polpa}})).100\% \quad (3)$$

Onde:

$\rho_{\text{polpa}}$  - densidade (massa específica) da polpa do fruto do cacaueteiro ( $\text{kg/m}^3$ );

$\rho_{\text{espuma}}$  - densidade (massa específica) da espuma ( $\text{kg/m}^3$ ).

A capacidade de incorporação de ar (*over run*) está ligada ao volume de ar introduzido em uma solução e pode ser determinada pelo volume de espuma obtido. Assim, para determinação da capacidade de incorporação foi avaliado o volume da polpa em um béquer antes e depois de ser submetida à rigorosa agitação (espuma) (Figura 10).

**Figura 10.** Medição do *over run* das espumas da polpa do cacau (A) e espumas (B).



**Fonte:** Arquivo pessoal.

Esta análise foi realizada para cada concentração de espumante e para cada tempo de agitação de acordo com o planejamento experimental. Para o cálculo da porcentagem de incorporação de ar foi utilizada a Equação 4.

$$Over\ run\ (\%) = (V_{Espuma} - V_{Polpa})/V_{polpa} \times 100\% \quad (4)$$

Onde:

$V_{espuma}$  - volume após a batidura (mL);

$V_{polpa}$  - volume inicial da polpa (mL).

O teor de umidade das espumas foi determinado por método gravimétrico com secagem direta de 5 g da amostra em estufa a 105 °C por 24 horas (AOAC, 2005).

#### d) Secagem da polpa do cacau por camada de espuma (*foam-mat drying*)

A espuma da polpa do cacau foi espalhada em bandeja de alumínio contendo molde de vidro com espessura fixa da camada de espuma de 0,5 cm. Em seguida, realizou-se a pesagem em balança semi-analítica, marca Shimadzu modelo ATY224. Posteriormente, colocou-se em estufa com circulação e renovação de ar modelo Lucadema 82/480 à temperatura estabelecida no planejamento experimental.

Para análise do tempo de secagem, realizou-se pesagens com intervalos de tempos variando entre 10, 15, 20, 30 e 60 min até não ocorrer mais variação na massa do sistema e o peso permanecer constante a temperatura do ar de secagem.

O produto desidratado foi retirado da bandeja com o auxílio de espátula, acondicionado em sacos plásticos de polietileno com fechamento hermético (zip lock®) e identificados. As amostras em pó foram armazenadas em recipientes hermeticamente fechados em sistema de dessecador para evitar a absorção de água para posterior realização de análises (Figura 11).

**Figura 11.** Espuma da polpa do cacau em bandeja (A); produto desidratado (B) e produto em pó acondicionado em embalagem plástica de polietileno (C).



**Fonte:** Arquivo pessoal.

Para a cinética de secagem utilizou-se os dados obtidos durante a perda de umidade da espuma na secagem e obteve-se a razão de umidade adimensional (RX) para cada intervalo de tempo. A razão de umidade adimensional (RX) foi determinada de acordo com a Equação 5.

$$RX = (X - X_e) / (X_i - X_e) \quad (5)$$

Onde:

$RX$  - Razão do teor de água da amostra (adimensional);

$X$  - Teor de água da amostra em um determinado tempo de secagem (b.s);

$X_i$  - Teor de água inicial da amostra (b.s);

$X_e$  - Teor de água de equilíbrio da amostra (b.s).

Com os dados de teor de água (b.s) nos tempo de secagem determinados, realizou-se os cálculos para as taxas de secagem conforme a Equação 6.

$$TX = (m_{ss} / A) \times (X_{bs} / t) \quad (6)$$

Onde:

$TX$  - taxa de secagem ( $\text{g}/\text{cm}^2\cdot\text{min}$ );

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

$A$  - área de secagem ( $\text{cm}^2$ );

$X_{bs}$  - umidade em base seca;

$t$  - tempo (min).

Para os ajustes dos dados experimentais das curvas de secagem da polpa do cacau foram utilizados os modelos matemáticos descritos na Tabela 3, selecionados conforme os modelos mais frequentes e utilizados para secagem de alimentos pelo método em camada de espuma.

Os ajustes foram realizados para os valores experimentais obtidos nas temperaturas de 50, 60 e 70 °C.

**Tabela 3.** Modelos matemáticos para ajuste dos dados experimentais das curvas de secagem.

Modelo	Equação
Page	$RX = \exp(-kt^n)$
Page Modificado	$RX = \exp[(-kt)^n]$
Newton	$RX = \exp(-kt)$
Henderson e Pabis	$RX = a \exp(-kt)$
Midilli, Kucuk e Yapar	$RX = a \exp(-kt^n) + bt$
Wang e Singh	$RX = 1 + at + bt^2$
Aproximação por difusão	$RX = a \exp(-kt) + (1-a) \exp(-kbt)$
Logarítimo	$RX = a \exp(-kt) + c$

**Fonte:** Akpınar (2006) com adaptações.

Onde:

$RX$  = razão do teor de água do produto (adimensional);

$t$  = tempo de secagem (h);

$k$  = coeficientes de secagem;

$a, n$  = constantes dos modelos matemáticos.

#### e) Caracterização dos pós

Para análise de rendimento teórico foi calculado a razão entre a massa do pó obtida após a secagem e a massa da espuma antes da secagem, conforme Equação 7.

$$\text{Rendimento (\%)} = (m_{\text{pó}}/m_{\text{espuma}}) \times 100 \quad (7)$$

Onde:

$m_{\text{pó}}$  - massa do pó;

$m_{\text{espuma}}$  - massa da espuma.

A atividade de água foi determinada através de pesagem de 0,5 g do material em pó de cada experimento e posterior leitura realizada por medição direta no medidor de atividade de água Novasina LabMaster-aw à temperatura de 30 °C. O procedimento foi realizado em triplicata para cada experimento.

#### f) Análise Estatística

Para análise estatística dos resultados utilizou-se o programa Statistica<sup>®</sup>7.0 para os cálculos dos principais efeitos e interações das variáveis independentes (concentração do agente espumante, tempo de agitação e temperatura de secagem) sobre as variáveis dependentes (estabilidade das espumas, atividade de água dos pós, rendimento teórico e tempo de secagem) e determinação dos efeitos significativos.

Para análises dos modelos matemáticos, a análise de regressão não linear, foi realizada pelo método de Gauss-Newton com o auxílio do programa Statistica<sup>®</sup>7.0. Para avaliar o modelo que melhor reproduziu os dados das cinéticas, foi verificado o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e erro padrão da estimativa ( $S$ ).

### 3.2.2 Estudo II - Caracterização da matéria-prima e secagem da polpa do cacau por camada de espuma (*Foam-mat Dryng*) (*blend 2*)

As análises para caracterização da matéria-prima e processo de secagem foram realizadas nos Laboratórios de Química de Alimentos (Departamento de Tecnologia de Alimentos), Termodinâmica e Bioengenharia (Departamento de Engenharia Química) e Bromatologia (Departamento de Nutrição) da Universidade Federal da Paraíba *Campus* João Pessoa – PB.

#### 3.2.2.1 Caracterização da matéria-prima

##### a) Composição centesimal aproximada

Para análise da composição centesimal aproximada e valor calórico do *blend 2*, utilizou-se procedimentos estabelecidos no Estudo I (3.2.1.1 – item a) (PEREIRA et al., 2012; IAL, 2008; AOAC, 2005).

##### b) Características físicas

Para análise de cor, utilizou-se colorímetro digital (CR-400, Konica Minolta Sensing®) com determinação da escala CIE  $L^* a^* b^*$ , no qual  $L^*$  define a luminosidade ( $L^* = 0$  preto e  $L^* = 100$  branco),  $a^*$  e  $b^*$  são representativos da cromaticidade ( $+a^*$  vermelho e  $-a^*$  verde,  $+b^*$  amarelo e  $-b^*$  azul). Assim, a partir destes parâmetros, foram avaliadas as coordenadas cilíndricas  $C^*$  e  $H^*$ , sendo que  $C^*$  define o croma e  $H^*$  o ângulo de tom, conforme metodologia descrita por Cavalcante et al. (2017).

Para análise da densidade da polpa, utilizou-se procedimentos estabelecidos no Estudo I (3.2.1.1 – item b) (CÉSAR, PAOLI e ANDRADE, 2004).

##### c) Características físico-químicas e químicas

Quanto as análises para acidez titulável, potencial hidrogeniônico (pH), teor de sólidos solúveis e Ratio (SS/AT), utilizou-se procedimentos estabelecidos no Estudo I (3.2.1.1 – item c) (IAL, 2008; AOAC, 2005).

O teor de açúcares foi avaliado através da diluição da amostra em 5 mL de água ultrapura, homogeneizada em ultraturrax e filtrada em filtro de seringa com poros de 0,45  $\mu\text{m}$  de diâmetro

e de 0,20 $\mu$ m. O extrato foi utilizado para a determinação do perfil de açúcares determinado por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência – HPLC (VARIAN, Waters, Califórnia, USA), equipado com sistema isocrático de solvente, válvula "Rheodyne" com alça de 20  $\mu$ l; acoplado com uma coluna Agilent Hi-Plex Ca (7,7 x 300 mm, 8  $\mu$ ), a temperatura de 85 °C, detector de índice de refração (VARIAN) e Software de processamento GALAXIE Chromatography Data System (BALL, 2008; SCHNEIDER, GERBI e REDOGLIA, 1987).

A atividade de água foi determinada por leitura direta no analisador de atividade de água Novasina LabMaster-aw em que as amostras foram colocadas em cápsulas e posteriormente acondicionadas no aparelho para confirmação da leitura.

Para determinação da atividade antioxidante da polpa de cacau, utilizou-se o extrato aquoso testado em concentração de 0,2 g mL<sup>-1</sup> e as absorvâncias medidas em espectrofotômetro UV-Vis (Quimis, São Paulo, Brasil). A porcentagem de inibição de cada radical (DPPH\*, ABTS<sup>\*+</sup>) e do poder redutor do íon ferroso (FRAP) foram calculados utilizando os valores de absorvância do controle (branco) e de cada amostra suas respectivas diluições ao final da reação (ANIBARRO-ORTEGA et al., 2019; MOREIRA et al., 2014).

A capacidade sequestradora do radical DPPH\* da polpa de cacau e suas respectivas diluições foi determinada pela metodologia de Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995). Uma alíquota de 0,1 mL do extrato de polpa e suas diluições foi adicionada em tubos de ensaio seguidos de 3,9 mL do radical DPPH\* em metanol. Uma solução controle foi preparada utilizando etanol. Após homogeneização, foi realizada a leitura nos tempos 0, 15, 30, 45 e 60 min em que os tubos foram mantidos em repouso e protegidos da luz, produzindo um decréscimo da absorvância em 515 nm até o tempo de 30 min, em triplicata, e os resultados expressos em % de inibição do DPPH\*.

A capacidade sequestradora do radical ABTS<sup>\*+</sup> da polpa de cacau e suas respectivas diluições foi determinada pela metodologia de Re et al. (1999). Uma alíquota de 30  $\mu$ L do extrato de polpa de cacau e suas respectivas diluições foi adicionada em tubos de ensaio seguidos de 3,0 mL do radical ABTS<sup>\*+</sup>. Uma solução controle foi preparada utilizando etanol. Após homogeneização, foi realizada a leitura após 6 min em que os tubos foram mantidos em repouso e protegidos da luz, produzindo um decréscimo da absorvância em 734 nm, em triplicata, e os resultados expressos em % de inibição do ABTS<sup>\*+</sup>.

O poder redutor férrico da polpa de cacau e suas respectivas diluições foi medido pelo método descrito por Benzie e Strain (1999). Uma alíquota de 100  $\mu$ L do extrato de polpa de cacau e suas respectivas diluições foi adicionada a 3,4 mL de reagente FRAP. Após homogeneização, os ensaios em triplicata foram mantidos a 37 °C por 30 min. Uma solução

controle foi preparada utilizando etanol. A atividade redutora da amostra e suas respectivas diluições, em reduzir o ferro ( $\text{Fe}^{3+}$ ) à forma ferrosa ( $\text{Fe}^{2+}$ ) foi verificada a 593 nm, com base na curva padrão de sulfato ferroso ( $R^2 = 0,9984$ ), obtida na faixa de 0 a 2000  $\mu\text{M mL}^{-1}$  para controle e os resultados foram expressos % poder redutor (FRAP).

#### d) Análise Estatística

Os resultados obtidos foram oriundos de 3 repetições para cada análise desenvolvida e posteriormente foram submetidos à análise estatística descritiva utilizando médias e desvios padrão.

### 3.2.2.2 Secagem da polpa do cacau (*blend 2*) por camada de espuma

#### a) Testes iniciais para secagem da polpa do cacau

A amostra utilizada nesta etapa foi a polpa (*blend*) dos frutos do cacau dos genótipos PS1319.2005 e PS1319.2006. Diferente do processo realizado anteriormente, tornou-se necessária a adição de alguns componentes auxiliares para o processo de secagem, uma vez que a amostra não correspondeu de maneira satisfatória para a obtenção do produto em pó com o uso apenas do agente espumante utilizado no Estudo I (entrecasca do juá em pó).

Assim, realizou-se 11 testes iniciais com a finalidade de obter condições adequadas para secagem da polpa do cacau (*blend 2*). Nos testes foram avaliadas as variáveis descritas na Tabela 4.

**Tabela 4.** Variáveis avaliadas nos testes para secagem da polpa do cacau (*blend 2*) por camada de espuma.

TESTES	Agente		Temperatura de secagem (°C)
	espumante/estabilizante (%)	Agente carreador de secagem (%)	
01	Portogel (4%)	---	70
02	Juá (4%)	---	70
03	Juá (5%)	---	70
04	Portogel (5%)	Maltodextrina (15%)	70
05	Juá (5%)	Maltodextrina (15%)	70
06	Portogel (3%)	Maltodextrina (5%)	50
07	Portogel (4%)	Maltodextrina (10%)	50
08	Portogel (3%)	Maltodextrina (10%)	60
09	Juá (3%)	Maltodextrina (10%)	60
10	Portogel (7%)	Maltodextrina (20%)	80
11	Juá (7%)	Maltodextrina (20%)	80

Realizou-se também testes com o amido de milho como agente carreador de secagem com diferentes concentrações, agentes espumantes/estabilizantes, adição de prebiótico (FOS) em concentração fixa de 5% e temperatura de secagem a 105 °C/24 horas com o intuito de conferir a possibilidade de secagem do material em estudo (Tabela 5).

**Tabela 5.** Variáveis avaliadas nos testes para secagem da polpa do cacau (*blend 2*).

TESTES	Agente espumante/estabilizante (%)	Agente carreador de secagem (%)
01	Juá (5%)	Amido (5%)
02	Juá (5%)	Amido (10%)
03	Juá (5%)	Amido (15%)
04	Juá (5%)	Amido (20%)
05	Juá (5%)	Amido (25%)
06	Juá (5%)	Amido (30%)
07	Portogel (5%)	Amido (5%)
08	Portogel (5%)	Amido (10%)
09	Portogel (5%)	Amido (15%)
10	Portogel (5%)	Amido (20%)
11	Portogel (5%)	Amido (25%)
12	Portogel (5%)	Amido (30%)

Conforme os resultados obtidos nos testes realizados, selecionou-se a melhor condição de secagem para obtenção da polpa de cacau em pó pelo processo de secagem por camada de espuma.

Os resultados foram avaliados quanto à estabilidade das espumas, capacidade de incorporação de ar (*over run*), rendimento teórico de secagem, atividade de água dos pós obtidos e tempo de secagem, conforme descrições anteriores (Estudo I).

#### b) Análise Estatística

Os resultados obtidos foram provenientes de 3 repetições para cada análise desenvolvida e posteriormente foram submetidos à análise estatística utilizando médias e desvios padrão.

### 3.2.3 Estudo III – Secagem por camada de espuma da polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.) adicionada de prebióticos

As análises para caracterização da matéria-prima e processo de secagem foram realizadas nos Laboratórios de Química de Alimentos (Departamento de Tecnologia de Alimentos), Termodinâmica e Bioengenharia (Departamento de Engenharia Química) e Bromatologia (Departamento de Nutrição) da Universidade Federal da Paraíba *Campus* João Pessoa.

Conforme os resultados obtidos e avaliados nas etapas anteriores (Estudos I e II), realizou-se a seleção da melhor condição de secagem para obtenção da polpa em pó.

Desse modo, para desenvolvimento do Estudo III utilizou-se a polpa do cacau proveniente dos genótipos PS1319.2005 e PS1319.2006 (*blend* 2) nas condições de secagem conforme descritas na Tabela 6.

**Tabela 6.** Variáveis utilizadas para a secagem da polpa do cacau.

Variáveis fixadas	
Polpa do cacau ( <i>blend</i> )	PS1319.2005 + PS1319.2006
Agente carreador de secagem	Maltodextrina (15%)
Agente emulsificante/estabilizante	Portogel (5%)
Temperatura de secagem	70 °C
Tempo de agitação	8 min

#### a) Obtenção da espuma

Para o preparo das espumas da polpa do cacau, utilizou-se como agente emulsificante o Portogel (DuPorto<sup>®</sup>) e como agente carreador de secagem a Maltodextrina DE15 Glocber<sup>®</sup>1905 (Ingredion).

Neste estudo avaliou-se a utilização de ingredientes funcionais do tipo prebióticos para possibilidade de elaboração de um produto em pó com potencialidade funcional. Os prebióticos utilizados foram: Fruto-oligossacarídeos (FOS) (FOSVITA<sup>®</sup>-VITAFOR) e Inulina (Oficial Farma<sup>®</sup>), ambos ingredientes adquiridos na forma em pó.

Para obtenção da espuma, realizou-se a homogeneização da polpa com os agentes citados anteriormente (Tabela 6) e prebióticos, conforme condições estabelecidas no planejamento experimental.

A mistura foi submetida à agitação constante e processada em batedeira Planetária Deluxe SX80 da marca Arno a velocidade máxima durante tempo fixo de 8 min. As espumas foram obtidas conforme as condições fixadas e com variações nas concentrações dos diferentes ingredientes prebióticos (FOS e Inulina) (Figura 12).

**Figura 12.** Amostras de polpa do cacau *in natura* (A) e espuma obtida (B).



**Fonte:** Arquivo pessoal.

#### b) Planejamento Experimental

Os experimentos foram realizados de acordo com Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR)  $2^2 + 6$  pontos centrais  $+ 2^2$  ( $2^k = 2 \times 2 = 4$ ), totalizando 14 ensaios experimentais (RODRIGUES e IEMMA, 2005) conforme modelo quadrático da Equação 8.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 C_{(FOS)} + \beta_2 C_{(Inulina)} + \beta_3 C_{(FOS)} C_{(Inulina)} + \beta_4 (C_{(FOS)})^2 + \beta_5 (C_{(Inulina)})^2 \quad (8)$$

Onde,  $Y$  são as respostas (rendimento teórico e tempo de secagem, atividade de água, umidade e solubilidade dos pós);  $\beta_1$  e  $\beta_2$  são os coeficientes de regressão linear;  $\beta_3$  é a interação da regressão;  $\beta_4$  e  $\beta_5$  são os coeficientes estrela;  $C_{(FOS)}$  e  $C_{(Inulina)}$  são as variáveis independentes (diferentes concentrações de FOS e Inulina).

Nas Tabelas 7 e 8 são apresentados os valores codificados e reais das variáveis independentes e a matriz do planejamento experimental, respectivamente.

**Tabela 7.** Valores codificados e reais das variáveis independentes.

Variáveis independentes	Níveis				
	$-\alpha$	-1	0	1	$+\alpha$
$C_{FOS}$ (%)	0,00	1,70	5,85	10,00	11,70
$C_{Inulina}$ (%)	0,00	1,70	5,85	10,00	11,70

$C_{FOS}$  = Concentração do prebiótico – Fruto-oligossacarídeo;

$C_{Inulina}$  = Concentração do prebiótico – Inulina.

**Tabela 8.** Matriz do planejamento experimental (DCCR).

Experimentos	% FOS	% Inulina
01	-1 (1,70)	-1 (1,70)
02	+1 (10,0)	-1 (1,70)
03	-1 (1,70)	+1 (10,0)
04	+1 (10,0)	+1 (10,0)
05	0 (5,85)	0 (5,85)
06	0 (5,85)	0 (5,85)
07	0 (5,85)	0 (5,85)
08	0 (5,85)	0 (5,85)
09	0 (5,85)	0 (5,85)
10	0 (5,85)	0 (5,85)
11	$-\alpha$ (0,00)	0 (5,85)
12	$+\alpha$ (11,7)	0 (5,85)
13	0 (5,85)	$-\alpha$ (0,00)
14	0 (5,85)	$+\alpha$ (11,7)

$C_{FOS}$  = Concentração do prebiótico – Fruto-oligossacarídeo;

$C_{Inulina}$  = Concentração do prebiótico – Inulina.

### c) Características físicas e físico-químicas das espumas

A estabilidade das espumas foi determinada de acordo com a técnica descrita por Karim e Wai (1999) em que o volume drenado de 20 g da espuma foi determinado a cada intervalo de 10 min, durante período de 90 min, sistema esse mantido nas temperaturas de secagem dos experimentos (70 °C). O procedimento foi realizado em triplicata para cada experimento.

A determinação da densidade da espuma foi realizada pela relação da massa e do volume ocupado pela mesma a temperatura ambiente ( $25 \pm 1$  °C) (ARAÚJO et al., 2017, BROCK et al., 2008) com os resultados obtidos conforme Equação 2 (Estudo I).

Com os dados obtidos da massa específica da polpa e da espuma, determinou-se o percentual de expansão volumétrica das espumas (Equação 3 – Estudo I) (FEITOSA et al., 2017).

Para analisar a capacidade de incorporação de ar (*over run*) foi avaliado o volume da polpa dos frutos do cacau em um béquer e o volume final após ser submetida à rigorosa agitação (espuma). O cálculo para porcentagem de incorporação de ar foi utilizada a Equação 4 (Estudo I).

A análise do teor de umidade foi realizada por método gravimétrico através da secagem direta de 5 g da amostra em estufa a 105 °C por 24 h (AOAC, 2005).

A atividade de água foi determinada por leitura direta no analisador de atividade de água Novasina LabMaster-aw em que as amostras de espumas foram colocadas em cápsulas, posteriormente acondicionadas no aparelho para confirmação da leitura.

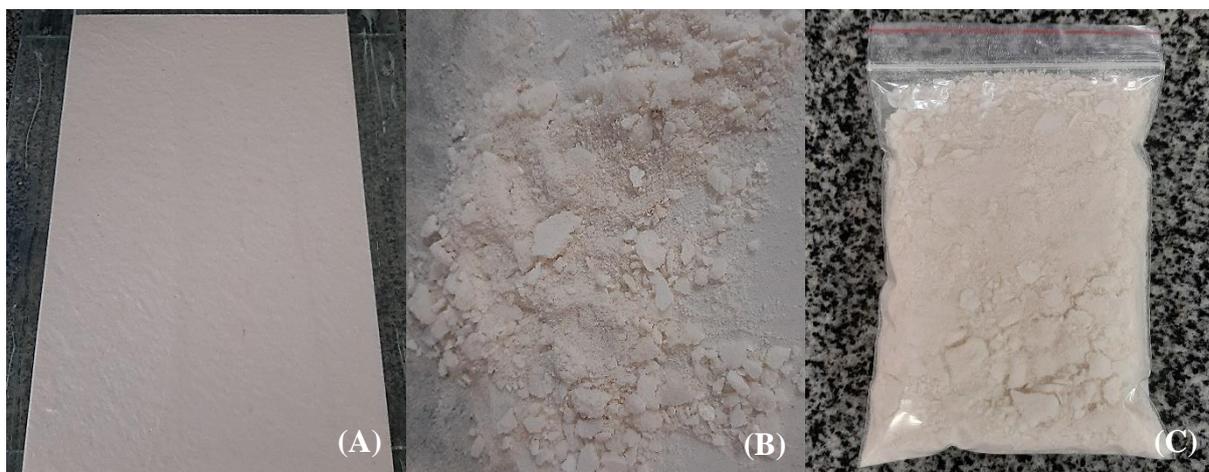
### d) Secagem da polpa do cacau por camada de espuma (*foam-mat drying*)

A espuma foi espalhada em bandeja de alumínio contendo molde de vidro com espessura fixa da camada de espuma de 0,5 cm. Posteriormente, realizou-se a pesagem em balança semi-analítica, marca Shimadzu modelo ATY224, posteriormente, colocou-se em estufa com circulação e renovação de ar modelo Lucadema 82/480 na temperatura de 70 °C.

Para análise do tempo de secagem, realizou-se pesagens com intervalos de tempos variando entre 10, 15, 20, 30 e 60 min até não ocorrer variações na massa do sistema e o peso permanecer constante a temperatura do ar de secagem.

Conforme procedimento realizado no Estudo I (item d), o produto desidratado foi removido da bandeja, acondicionado em sacos plásticos de fechamento hermético e armazenados em sistema de dessecador, a fim de evitar absorção de umidade (Figura 13).

**Figura 13.** Espuma da polpa do cacau em bandeja (A); produto desidratado (B) e produto em pó acondicionado em embalagem plástica de polietileno (C).



**Fonte:** Arquivo pessoal.

#### e) Caracterização dos pós

Para análise de rendimento teórico foi calculado a razão entre a massa do pó obtida após a secagem e a massa da espuma antes da secagem, conforme Equação 7 (Estudo I).

A determinação do índice de solubilidade em água (IAS) foi realizada conforme metodologia de Cano-Chauca et al. (2005) com adaptações, onde em tubos Falcon foram adicionados 0,5 g do pó e 50 mL de água destilada, em seguida a solução foi agitada em Vórtex (Even®) e centrifugada por 5 min a 4500 rpm. Posteriormente, retirou-se 12,5 mL do sobrenadante e colocou-se em placas de Petri, previamente taradas e pesadas, levadas para estufa à temperatura de 105 °C até que fosse evaporado todo o líquido (período de 3 horas para o material em estudo). O ISA foi calculado através da Equação 9.

$$\% \text{ Solubilidade} = [ ((m_{\text{residual}} - m_{\text{tara}}) * V_{\text{solução}}) / (V_{\text{alíquota}} * m_{\text{amostra}}) ] * 100 \quad (9)$$

Onde:

$m_{\text{residual}}$  - massa residual obtida após evaporação (g);

$m_{\text{tara}}$  - massa da placa de Petri vazia (g);

$V_{\text{solução}}$  - volume total da solução (mL);

$V_{\text{alíquota}}$  - volume da alíquota submetido à secagem (mL);

$m_{\text{amostra}}$  - massa inicial da amostra (g).

Para análise do tempo de reidratação dos pós, adicionou-se 2 g do material a 50 mL de água destilada a 26 °C. A mistura foi agitada com o auxílio de agitador magnético Vórtex (Even®) e barra de agitação a 500 rpm. O tempo necessário para completa reidratação do material foi registrado (GOULA e ADAMOPOULOS, 2008; GOULA e ADAMOPOULOS, 2005) e os resultados expressos em segundos.

Para caracterização físico-química das amostras, realizou-se análise do teor de acidez titulável através de método titulométrico com solução padronizada de NaOH 0,1 N e os resultados expressos em g de ácido cítrico por 100 g da amostra (IAL, 2008); potencial hidrogeniônico (pH) através de método potenciométrico com medidor de pH da marca Del Lab® (modelo DLA – PH), previamente calibrado com solução tampão de pH 4,0 e 7,0 (IAL, 2008); teor de sólidos solúveis, avaliado por método refratométrico com leituras em refratômetro de bancada digital (modelo LAB WYA2s®) e os resultados expressos em °Brix (AOAC, 2005), sendo necessária a realização de diluições 1:10 para análises de pH e teor de sólidos solúveis. Para análise do ratio, realizou-se a divisão direta do teor de sólidos solúveis pela acidez total titulável da amostra e para determinação da atividade de água ( $A_w$ ), realizou-se leitura por medição direta no analisador de atividade de água Novasina LabMaster-aw® a 30 °C em que as amostras foram colocadas em cápsulas e acondicionadas no aparelho para realização da leitura. A determinação do teor de umidade foi realizada por método gravimétrico através da secagem direta de 2 g da amostra em estufa a 105 °C por 24 horas (AOAC, 2005).

Para análise de coloração dos pós, utilizou-se colorímetro digital (CR-400, Konica Minolta Sensing®) com determinação da escala CIE  $L^* a^* b^*$ , no qual  $L^*$  define a luminosidade ( $L^* = 0$  preto e  $L^* = 100$  branco),  $a^*$  e  $b^*$  são representativos da cromaticidade ( $+a^*$  vermelho e  $-a^*$  verde,  $+b^*$  amarelo e  $-b^*$  azul). Assim, a partir destes parâmetros, foram avaliadas as coordenadas cilíndricas  $C^*$  e  $H^*$ , sendo que  $C^*$  define o Croma e  $H^*$  o ângulo de tom Hue, conforme metodologia descrita por Cavalcante et al. (2017).

#### f) Análise Estatística

Os resultados obtidos foram avaliados através de triplicatas das análises desenvolvidas, posteriormente, submetidos à análise estatística descritiva de médias e desvios padrão. A análise de variância (ANOVA) e Teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) foram aplicados para estabelecer as diferenças significativas existentes entre os valores médios dos experimentos para as análises desenvolvidas.

Foram realizados os cálculos dos principais efeitos e interações das variáveis independentes (concentrações dos prebióticos – FOS e Inulina) sobre as variáveis dependentes (rendimento teórico e tempo de secagem, atividade de água, umidade e solubilidade dos pós) e determinação dos efeitos significativos.

Todas as análises estatísticas foram realizadas e avaliadas com o auxílio do programa Statistica®7.0.

### 3.2.4 Estudo IV- Estudo das propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos

As análises para avaliação das propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau em pó adicionada de prebióticos foram realizadas nos Laboratórios de Química de Alimentos (Departamento de Tecnologia de Alimentos), Termodinâmica e Bioengenharia (Departamento de Engenharia Química), Bromatologia (Departamento de Nutrição) e Materiais e Estruturas (Departamento de Engenharia Civil e Ambiental) da Universidade Federal da Paraíba *Campus* João Pessoa.

Conforme os resultados obtidos no processo de secagem por camada de espuma da polpa do cacau adicionada de prebióticos (Estudo III), realizou-se a seleção da melhor condição de secagem conforme variáveis respostas obtidas (rendimento teórico, tempo de secagem, atividade de água, umidade e solubilidade dos pós).

Desse modo, para desenvolvimento do Estudo IV utilizou-se o experimento de secagem com as condições apresentadas na Tabela 9.

**Tabela 9.** Condições do experimento selecionado para secagem da polpa do cacau adicionada de prebióticos.

Variáveis fixadas	
Polpa do cacau ( <i>blend</i> )	PS1319.2005 + PS1319.2006
Agente carreador de secagem	Maltodextrina (15%)
Agente emulsificante/estabilizante	Portogel (5%)
FOS	10%
Inulina	10%
Temperatura de secagem	70°C
Tempo de agitação	8 min

No presente estudo, utilizou-se como método comparativo (branco) para secagem em camada de espuma, o processo de secagem por liofilização. Assim, realizou-se a liofilização da polpa *in natura* e da polpa nas condições citadas na Tabela 9 com exceção do agente emulsificante (Portogel<sup>®</sup>) por ser utilizados especificamente para o processo de secagem por camada de espuma.

Para a secagem das amostras por liofilização, utilizou-se o liofilizador modelo L101, marca Liotop<sup>®</sup>, Brasil, que consiste basicamente de uma câmara de secagem acrílica cilíndrica e transparente.

Foram preparados dois grupos de amostras para liofilização, sendo elas: polpa *in natura* e polpa adicionada de agente carreador de secagem (Maltodextrina DE15 – 15%) e ingredientes funcionais (Inulina 10% e Fruto-oligossacarídeos 10%).

As amostras foram distribuídas em recipientes plásticos e congeladas em freezer a -15 °C por 24 h. Em seguida, o material congelado foi levado ao liofilizador o qual encontrava-se previamente ligado, sob os seguintes parâmetros de processamento: Temperatura (-50°C); Pressão (100 mmHg) e vácuo (215 Vca).

O processo de secagem por liofilização durou 24 h e transcorrido o tempo, as amostras foram trituradas manualmente com o auxílio de almofariz e pistilo.

Os produtos desidratados foram acondicionados em sacos plásticos de polietileno de baixa densidade com fechamento hermético (zip lock<sup>®</sup>) e identificados. As amostras em pós foram armazenadas em recipientes hermeticamente fechados, envolvidos com papel alumínio e em sistema de dessecador para evitar a absorção de água para posterior realização de análises (Figura 14).

**Figura 14.** Polpa do cacau *in natura* liofilizada (A) e polpa do cacau adicionada de prebióticos liofilizada (B).



**Fonte:** Arquivo pessoal.

#### a) Características físico-químicas

As amostras analisadas foram a polpa *in natura* liofilizada, polpa adicionada de prebióticos liofilizada e polpa em pó adicionada de prebióticos submetida a secagem por camada de espuma.

Para caracterização físico-química (acidez titulável, potencial hidrogênico, teor de sólidos solúveis e  $A_w$ ) utilizou-se procedimentos metodológicos conforme descrição no Estudo III (3.2.3. – item e). Assim como, descrições para avaliação da cor através de colorímetro digital com determinação da escala CIE  $L^* a^* b^*$  e avaliação das coordenadas cilíndricas Croma e Hue.

#### b) Propriedades tecnológicas

A densidade aparente dos pós foi calculada de acordo com o procedimento descrito por Dehghannya et al. (2019) com adaptações. Para desenvolvimento da análise, transferiram-se 2 g da amostra em pó para uma proveta graduada de 10 mL e anotou-se o volume ocupado. Posteriormente, determinou-se a densidade compactada batendo-se a proveta (50 vezes) sob uma superfície e registrou-se o volume final.

As densidades (aparente e compactada) foram calculadas conforme Equação 10 e os resultados expressos em g/mL.

$$\rho = m / v \quad (10)$$

Onde:

$\rho$  - densidade (aparente ou compactada) (g/mL);

$m$  - massa da amostra (g);

$v$  - volume total que o pó ocupou na proveta no início (densidade aparente) e no final (densidade compactada) (mL).

A densidade absoluta foi determinada com o auxílio de picnômetro a 25 °C, conforme método descrito por Dehghannya et al. (2019) com os resultados expressos em g/mL.

A porosidade intragranular das amostras de pós foram calculadas conforme Equação 11.

$$\mathcal{E} = [ 1 - (\rho_{ap} / \rho_{abs}) ] \times 100 \quad (11)$$

Onde:

$\mathcal{E}$  – porosidade intragranular (%);

$\rho_{ap}$  – densidade aparente (g/mL);

$\rho_{abs}$  – densidade absoluta (g/mL).

A fluidez e coesividade das amostras em pó foram analisadas por meio do índice de Carr e da razão de Hausner conforme metodologias descritas por Dehghannya et al. (2019) e Jinapong, Supphantharika e Jamnong (2008), calculadas segundo as Equações 12 e 13.

$$IC = 100 \times [ (\rho_{comp.} - \rho_{apa.}) / \rho_{comp.} ] \quad (12)$$

$$HR = \rho_{comp.} / \rho_{apa} \quad (13)$$

Onde:

$IC$  - índice de Carr (%);

$HR$  - razão de Hausner;

$\rho_{comp.}$  - densidade compactada (g/mL);

$\rho_{apa.}$  - densidade aparente (g/mL).

Para a avaliação dos resultados de qualidade da polpa em pó quanto a fluidez e coesividade, observou-se os valores obtidos em conformidade com as Tabelas 10 e 11.

**Tabela 10.** Classificação da fluidez do pó com base no índice de Carr (IC).

IC (%)	Fluidez
<15	Muito boa
15-20	Boa
20-35	Médio
35-45	Ruim
>45	Muito ruim

**Fonte:** Jinapong, Supphantharika e Jamnong (2008).

**Tabela 11.** Classificação da coesividade do pó com base na razão de Hausner (RH).

RH	Coesividade
<1,2	Baixa
1,2-1,4	Intermediária
>1,4	Alta

**Fonte:** Jinapong, Supphantharika e Jamnong (2008).

Para análise do tempo de reidratação dos pós, adicionou-se 2 g do material a 50 mL de água destilada a 26 °C. A mistura foi agitada com o auxílio de agitador magnético Vórtex (Even®) e barra de agitação a 500 rpm. O tempo necessário para completa reidratação do material foi registrado (GOULA e ADAMOPOULOS, 2008; GOULA e ADAMOPOULOS, 2005) e os resultados expressos em segundos.

Realizou-se também a avaliação das isotermas de adsorção nos pós da polpa de cacau adicionadas de prebióticos e submetidas aos processos de secagem por camada de espuma e liofilização. Para a obtenção das isotermas de adsorção utilizou-se o equipamento Termoconstanter Novasina TH-200 e método estático-indireto conforme Cavalcante et al. (2017), Crapiste e Rotstein (1982) ambas metodologias adaptadas para desenvolvimento do presente estudo. Pesou-se 0,5 g da amostra em cápsula de plástico pesadas e acondicionou-se em dessecador contendo água destilada a fim de criar um ambiente saturado. Posteriormente, a cada 30 min foi determinada e atividade de água nas temperaturas de 15, 30 e 45 °C. Em seguida, as cápsulas foram pesadas para verificação do ganho de água (umidade). Os dados experimentais da atividade de água ( $A_w$ ) e umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) foram ajustados a modelos matemáticos, conforme descritas na Tabela 3 (Estudo I - 3.2.1.2 - d). A qualidade do ajuste dos dados experimentais a cada modelo matemático foi avaliada pelo coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e erro padrão de estimativa ( $S$ ).

Os valores de umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) foram determinados através da Equação 5 (Estudo I - 3.2.1.2 - d).

A análise térmica (TG) foi realizada no analisador termogravimétrico modelo Q-50 (TA-Instruments) com os parâmetros: taxa de aquecimento de 10 °C.min<sup>-1</sup>, temperatura final de 600 °C e fluxo de Nitrogênio de 50,0 mL.min<sup>-1</sup>. A massa da amostra (experimento 4) foi de 10 mg (MEDEIROS, 2016).

### c) Propriedades microestruturais

A configuração dos pós da polpa do cacau adicionada de prebióticos foi analisada através de microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo Quanta 450 marca FEI® com aumento de 100, 500 e 1000 vezes do tamanho das amostras com barras de 500, 100 e 50 µm.

Inicialmente, os pós foram aderidos em porta espécimes metálicos (stubs) com uma fita adesiva de dupla face condutora convencional (fita de carbono). Posteriormente, as amostras foram colocadas em uma câmara metalizadora para que ocorresse o recobrimento de ouro e examinadas em microscópio eletrônico de varredura que operou com 5.00 KV.

#### d) Análise Estatística

Os resultados obtidos foram avaliados através de 3 repetições das análises desenvolvidas, posteriormente, submetidos à análise estatística descritiva de médias e desvios padrão. A análise de variância (ANOVA) e Teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) foram aplicados para estabelecer as diferenças significativas existentes entre os valores médios para as propriedades físico-químicas e tecnológicas em diferentes condições de secagem da polpa do cacau. Os dados foram analisados através do programa Statistica<sup>®</sup>7.0.

Para análises dos modelos matemáticos, a análise de regressão não linear, foi realizada pelo método de Gauss-Newton, com o auxílio do programa Statistica<sup>®</sup>7.0. Para avaliar o modelo que melhor reproduziu os dados das isotermas, foi verificado o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e erro padrão da estimativa ( $S$ ).

### 3.2.5 Estudo V- Efeito da polpa do cacau em pó adicionada de prebióticos no crescimento de micro-organismos indicadores de propriedades funcionais

As análises para avaliação do efeito da polpa do cacau em pó adicionada de prebióticos no crescimento de micro-organismos indicadores de propriedades funcionais foram realizadas nos Laboratórios de Microbiologia de Alimentos (Departamento de Nutrição) da Universidade Federal da Paraíba *Campus* João Pessoa.

Conforme os resultados obtidos no processo de secagem por camada de espuma da polpa do cacau adicionada de prebióticos (Estudo III), realizou-se a seleção da melhor condição de secagem conforme variáveis respostas (rendimento teórico, tempo de secagem, atividade de água, umidade e solubilidade dos pós) e posteriormente, a amostra foi avaliada quanto ao efeito funcional.

#### a) Micro-organismos

Foram utilizados três isolados probióticos denominados *Lactobacillus acidophilus* LA-05<sup>®</sup>, *Lactobacillus casei* LAFTI<sup>®</sup> L-26 e *Bifidobacterium animalis* subsp. *lactis* BB-12<sup>®</sup>, os quais foram usados separadamente como micro-organismos teste.

O cultivo dos isolados foi realizado em caldo de Man, Rogosa e Sharpe (MRS) a temperatura de 37 °C por período de 20 – 24 h. Posteriormente, centrifugados (4.500 rpm, 15 min, 4 °C), lavados e ressuspensos em solução salina (NaCl 8,5 g/L) para obter uma suspensão com contagens de aproximadamente 7 log UFC/mL. MRSa e MRSb (agar e caldo) usados para cultivo de *B. lactis* BB-12 foram suplementados com L-cisteína·HCl (0,5 g/L).

Realizou-se incubação anaeróbica nos experimentos com probióticos e para o preparo do inóculo entérico misto utilizou-se *Escherichia coli* ATCC 8739 e *E. coli* ATCC 11775. Os isolados passaram por cultivo separadamente em caldo de infusão cérebro-coração (BHI) a temperatura de 37 °C por período de 18 a 20 h e foram centrifugados (4.500 rpm, 15 min, 4 °C), lavados e ressuspensos em solução salina estéril (DUARTE et al., 2017).

#### b) Digestão *in vitro* e preparo do meio de cultivo

A amostra foi submetida a digestão *in vitro* para ser transformada por soluções em um material com características semelhantes às que atingem o cólon humano segundo metodologia proposta por Lacerda Massa et al. (2020). A solução da amostra digerida final foi transferida

para um tubo de diálise de celulose regenerada e dialisada contra NaCl 0,01 M a  $5 \pm 0,5$  °C para remoção de monossacarídeos. Após 18 h, os fluidos dialisados foram substituídos e o processo continuou por 2 h (Figura 15). Posteriormente, a amostra digerida dialisada foi congelada a -18 °C, liofilizada a temperatura  $-55 \pm 2$  °C com pressão de vácuo <138 mmHg e velocidade de liofilização 1 mm/h por 12 a 14 h em liofilizador (Liotop, São Paulo, Brasil), embalados em sacos metalizados e armazenados a  $4 \pm 0,5$  °C.

**Figura 15.** Processo de diálise.



**Fonte:** Arquivo pessoal.

Um meio MRS com fonte de carbono modificada foi utilizado para avaliar o crescimento probiótico, assim, utilizou-se como tratamentos as condições citadas na Tabela 12.

**Tabela 12.** Tratamentos utilizados para avaliação do efeito prebiótico.

Tratamentos	Condições
MRS - Controle	FOS (2,16g), inulina (2,16g) e maltodextrina (3,25g)
MRS com glicose	20g/L
MRS com amostra digerida	20g/L

### c) Determinação de pontuações da atividade prebiótica

Realizou-se a transferência da suspensão prebiótica para meio MRS nas condições dos tratamentos citados anteriormente. Paralelamente, a mistura entérica foi homogeneizada em caldo M9 nas condições citadas (Tabela 12).

No tempo zero (após a homogeneização) e após 48 h de incubação (37 °C), uma alíquota de 1 mL de meio de cultivo foi diluída em série (1:9) em solução salina estéril. Uma alíquota de 100 µL de cada diluição foi semeada em MRS para enumeração da mistura prebiótica e entérica, respectivamente, e incubada a 37 °C por 24 h.

A pontuação de atividade prebiótica foi calculada com a fórmula: Pontuação de atividade prebiótica = [(probiótico log UFC/mL em prebiótico em 48 h – probiótico log UFC/mL em prebiótico em 0 h)/(probiótico log UFC/mL em glicose em 48 h – probiótico log UFC/mL em glicose em 0 h)] – [(log entérico UFC/mL em prebiótico em 48 h – log entérico UFC/mL em prebiótico em 0 h)/(log entérico UFC/mL em glicose em 48 h – log entérico UFC/mL em glicose em 0 h)] (LACERDA MASSA et al., 2020).

### d) Medições de atividades metabólicas probióticas

Realizou-se a enumeração de contagens viáveis de probióticos nos tempos através da homogeneização da suspensão prebiótica com meio MRS nas condições citadas (Tabela 12). Nos tempos 0, 6, 12, 24 e 48 h de incubação (37 °C) realizou-se diluições em séries (1:9) em solução salina e semeadura em meio MRS, seguida de incubação (37 °C / 24 h). Os resultados foram expressos como log UFC/mL (ALBUQUERQUE et al., 2020; LACERDA MASSA et al., 2020).

Os meios de cultivos foram avaliados através da medição de pH, teores de açúcares (glicose e frutose) e ácidos graxos de cadeia curta (ácido acético, propiônico e butírico) analisados nos tempos zero, após 24 e 48 h de cultivo (LACERDA MASSA et al., 2020).

### e) Análise Estatística

Os experimentos foram feitos em triplicata em três ocasiões diferentes, as quais incluem 3 tratamentos, 3 tempos e 3 probióticos. Os resultados foram expressos em média ± desvio padrão. Os dados foram submetidos ao teste t de Student ou análise de variância (ANOVA) seguido do teste de Tukey, usando  $p < 0,05$ , usando o software Statistica<sup>®</sup>7.0.

## REFERÊNCIAS

- ALBUQUERQUE, T. M. R.; BORGES, C. W. P.; CAVALCANTI, M. T.; LIMA, M. S., MAGNANI, M.; SOUZA, E. L. Potential prebiotic properties of flours from different varieties of sweet potato (*Ipomoea batatas* L.) roots cultivated in Northeastern Brazil. **Food Bioscience**, v. 36, n. 100614, p. 01-13, 2020.
- AFOAKWA, E. O.; KONGOR, J. E.; TAKRAMA, J. F.; BUDU, A. S. Changes in acidification, sugars and mineral composition of cocoa pulp during fermentation of pulp pre-conditioned cocoa (*Theobroma cacao*) beans. **International Food Research Journal**, v. 20, n. 3, p. 1215-1222, 2013.
- AFOAKWA, E. O.; PATERSON, A. Cocoa fermentation: Chocolate flavour quality. **Encyclopedia of biotechnology in agriculture and food**. U.K: Taylor & Francis Publishing Inc, p. 457–468, 2010.
- AFOAKWA, E. O.; QUAO, J.; TAKRAMA, J.; BUDU, A. S.; SAALIA, F. K. Influence of pulp preconditioning and fermentation on fermentative quality and appearance of Ghanaian cocoa (*Theobroma cacao*) beans. **International Food Research Journal**, v. 19, n. 1, p. 127–133, 2012.
- AKPINAR, E.K. Determination of suitable thin layer drying curve model for some vegetables and fruits. **Journal of Food Engineering**, v.73, n. 01, p.75-84, 2006.
- AL JUHAIMI, F.; USLU, N.; BOZKURT, D.; GHAFOR, K.; BABIKER, E. E.; OZCAN, M. M. Effects of oven and microwave drying on phenolic contents and antioxidant activities in four apple cultivars. **Quality Assurance and Safety of Crops & Foods**, v. 08, n. 01, p. 51-55, 2016.
- ALEXANDRE, R. S.; CHAGAS, K.; MARQUES, H. I. P.; COSTA, P. R.; CARDOSO FILHO, J. Caracterização de frutos de clones de cacauzeiros na região litorânea de São Mateus, ES. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola**, v. 19, n. 08, p. 785-790, 2015.
- AMIGO-BENAVENT, M.; NITRIDE, C.; BRAVO, L.; FERRANTI, P.; DEL CASTILLO, M. D. Stability and Bioactivity of a Bowman-Birk Inhibitor in Orange Juice during Processing and Storage. **Food & Function**, v. 04, n. 07, p. 1051-1060, 2013.
- AÑIBARRO-ORTEGA, M.; PINELA, J.; BARROS, L.; ĆIRIĆ, A.; SILVA, S. P.; COELHO, E.; MOCAN, A.; CALHELHA, R.; SOKOVIĆ, M.; COIMBRA, M. A.; FERREIRA, I. C. F. R. Compositional features and bioactive properties of aloe vera leaf (Fillet, mucilage, and rind) and flower. **Antioxidants**, v. 8, n. 10, p. 01-22, 2019.

ANVOH, K. Y. B.; ZORO BI, A.; GNAKRI, D. Production and characterization of juice from mucilage of cocoa beans and its transformation into marmalade. **Pakistan Journal of Nutrition**, v. 08, n. 02, p. 129-133, 2009.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of analysis of AOAC International**. 18. ed. Washington: AOAC, 2005.

ARAÚJO, C. S.; MACEDO, L. L.; VIMERCATI, W. C.; SARAIVA, S. H.; OLIVEIRA, N. A.; TEIXEIRA, L. J. Q. Cinética de secagem de acerola em leito de espuma e ajuste de modelos matemáticos. **Brazilian Journal Food Technology**, v. 20, n. 01, p. 01-09, 2017.

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. 04, n. 01, p. 1450-1458, 2011.

BALASUBRAMANIAN, S.; PARIDHI, G.; BOSCO, J. D.; KADAM, D. M. Optimization of Process Conditions for the Development of Tomato Foam by Box Behnken Design. **Journal of Food and Nutrition Sciences**. v. 3, n. 1, p. 925-930, 2012.

BALL, S. **Analysis of carbohydrates, alcohols, and organic acids**: Agilent Hi-Plex Columns for Superior Resolution of Organic Acids in Wine, Estados Unidos- USA, p. 48-50, 2008.

BALLADARES, C.; CHÓEZ-GUARANDA, I.; GARCÍA, J.; SOSA, D.; PÉREZ, S.; GONZÁLEZ, J. E.; VITERI, R.; BARRAGÁN, A.; QUIJANO-AVILÉS, M.; MANZANO, P. Physicochemical characterization of *Theobroma cacao* L. sweatings in Ecuadorian coast. **Journal Food and Agriculture**, v. 28, n. 10, p. 741-745, 2016.

BARROS, D. M.; SILVA, A. P. F.; MOURA, D. F.; MEDEIROS, S. M. F. R. S.; CAVALCANTI, I. D. L.; SILVA, J. H. L.; LEITE, A. R. F.; SANTOS, J. M. S.; MELO, M. A.; COSTA, J. O.; SILVA, G. M.; OLIVEIRA, G. B.; ROCHA, T. A.; COSTA, M. P.; PADILHA, A. C. B. S.; FERREIRA, S. A. O.; FONTE, R. A. B. Principais Técnicas de Conservação dos Alimentos. **Brazilian Journal of Desenvolpente**, v. 06, n. 01, p. 806-821, 2020.

BARROS, D. M.; SILVA, J. H. L.; LEITE, A. R. F.; FREITAS, T. S.; SILVA, M. M.; COSTA, M. P.; DINIZ, M. A.; FERREIRA, S. A. O.; MELO, N. S.; RIBEIRO, A. N. S.; ROCHA, T. A.; BARBOSA, T. S. L.; MELO, C. C.; MACHADO, E. K. S.; SANTOS, J. A. S.; SANTOS, J. M. S.; PONTES, A. K. A. A importância do consumo de probióticos e

prebióticos para a saúde: uma revisão. **Brazilian Applied Science Review**, v. 6, n. 01, p. 54-63, 2022.

BECKETT, S. T. **Industrial chocolate manufacture and use**. London: Chapman and Hall, 2009. p. 720.

BENKOVIĆ, M.; PIZETA, M.; TUŠEK, A. J.; JURINA, T.; KLJUSURIĆ, J. G.; VALINGER, D. Optimization of the foam mat drying process for production of cocoa powder enriched with peppermint extract, **LWT - Food Science and Technology**, v. 115, n. 01, p. 01-10, 2019.

BENZIE, I., STRAIN, J. Ferric reducing/antioxidant power assay: direct measure of total antioxidant activity of biological fluids and modified version for simultaneous measurement of total antioxidant power and ascorbic acid concentration. **Methods in Enzymology**, Academic Press, v. 299, p.15-27. 1999.

BOJACÁ, A. F. C.; MUÑOZ, M. C. G.; SALAMANCA, A. M. C.; ROJAS, G. H. C.; TARAZONA-DÍAZ, M. P. Study of the physical and chemical changes during the maturation of three cocoa clones, EET8, CCN51, and ICS60. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 13, p. 5910-5917, 2019.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT - Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25-30, 1995.

BROCK, J.; NOGUEIRA, M. R.; ZAKRZEWSKI, C.; CORAZZA, F. C.; CORAZZA, M. L.; OLIVEIRA, J. V. Determinação experimental da viscosidade e condutividade térmica de óleos vegetais. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 03, p. 564-570, 2008.

CACAU CANTAGALO. 2018. Disponível em: < <https://www.cacaucantagalo.com/>>. Acesso em: 30 de julho de 2018.

CALÇARÃO, L. M. T. **Enriquecimento de polpas de frutos em inulina: polpas prebióticas**. 2012. 78 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Alimentar). Instituto Superior de Agronomia – Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2012.

CALIGIANI, A.; MARSEGLIA, A.; PRANDI, B.; PALLA, G.; SFORZA, S. Influence of fermentation level and geographical origin on cocoa bean oligopeptide pattern. **Food Chemistry**, v. 211, p. 431-439, 2016.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 06, n. 04, p. 420 – 428, 2005.

CARVALHO, G. G. P.; GARCIA, R.; PIRES, A. J. V.; PREIRA, O. G.; AZEVEDO, J. A. G.; CARVALHO, B. M. A.; CAVALI, J. Valor nutritivo de silagens de capim elefante emurcheado ou com adição de farelo de cacau. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 36, n. 5, p. 1495-1501, 2007.

CAVALCANTE, C. E. B.; RODRIGUES, S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. Evaluation of the drying parameters os soursop pul power obtained by drying in a spray dryer. **Brazilian Jornal of Food Technology**, v. 20, n. 01, p. 01-08, 2017.

CÉSAR, J.; PAOLI, M.; ANDRADE, J. C. **A determinação da densidade de sólidos e líquidos**. Chemkeys – Universidade Estadual de Campinas / Instituto de Química, 2004.

CRAPISTE, G.H.; ROTSTEIN, E. Prediction of Sorptional Equilibrium Data for StarchContaining Foodstuffs. **Journal Food Science**, v. 47, p. 1501-1507, 1982.

DANG, Y. K.; NGUYEN, H. V. Effects of maturity at harvest and fermentation conditions on bioactive compounds of cocoa beans. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 74, n. 1, p. 54-60, 2019.

DEGHANNYA, J.; POURAHMAD, M.; GHANBARZADEH, B.; GHAFARI, H. A multivariable approach for intensification of foam-mat drying process: Empirical and three-dimensional numerical analyses. **Chemical Engineering & Processing: Process Intensification**, v. 135, n. 01, p. 22-41, 2019.

DONATTI, J. K.; SOUSA, M. V. F.; PAIXÃO, M. V. S.; REZENDE, J. A.; SOUSA, J. M.; SOUSA, A. H. N.; LOCATELLI, A. R.; SANTOS, T. L. Use of the “Cocoa Honey” by-product for the production of fermented alcoholic beverage. **Brazilian Journal of Development**, v. 07, n. 06, p. 57956-57970, 2021.

DOSSIÊ. **Conservação de alimentos**. Food Ingredients Brasil: São Paulo, 2012. Disponível em: <[http://revistafi.com.br/upload\\_arquivos/201606/2016060607896001464976217.pdf](http://revistafi.com.br/upload_arquivos/201606/2016060607896001464976217.pdf)> Acesso em 01 de fevereiro de 2022.

DUARTE, A. A. M.; MOSTARADA, C.; IRIGOYEN, M. C.; RIGATTO, K. A single dose of dark chocolate increases parasympathetic modulation and heart rate variability in healthy subjects. **Revista de Nutrição**, v. 29, n. 6, p. 765-773, 2016.

EFRAIM, P.; ALVES, A. B.; JARDIM, D. C. P. Polifenóis em cacau e derivados: teores, fatores de variação e efeito na saúde. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 14, n. 3, p. 181-201, 2011.

EL-SALAM, E. A. E. A.; ALI, A. M.; HAMMAD, K. S. Foaming process optimization, drying kinetics and quality of foam mat dried papaya pulp. **Journal of Food Science and Technology**, v. 58, n. 04, p. 1449-1461, 2021.

ESPINOSA-GARCIA, J. A.; URESTI-GIL, J.; VÉLEZ-IZQUIERDO, A.; MOCTEZUMA-LÓPEZ, G.; INURRETA-AGUIRRE, H. D.; GÓNGORAGONZÁLES, S. F. Productividad y rentabilidad potencial Del cacao (*Theobroma cacao* L.) en el trópico mexicano. **Revista Mexicana de Ciencias Agrícolas**, v. 6, n. 5, p. 1051-1063, 2015.

FEITOSA, R. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; LIMA, F. C. S.; OLIVEIRA, E. N. A. Drying and characterization of myrtle pulp. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 21, n. 12, p. 858-864, 2017.

FERNANDES, R. V. B.; QUEIROZ, F. BOTREL, D. A.; ROCHA, V. V.; SOUZA, V. R.; LIMA, C. F. Estudo da adição de albumina e da temperatura de secagem nas características de polpa de tomate em pó. **Ciências Agrárias**, v. 35, n. 3, p. 1267-1278, 2014.

FERRÃO, A. M. A.; BRAGA, L. M. M.; POZZER, C. E. **Os Perímetros Irrigados do Baixo Jaguaribe no estado do Ceará [Brasil]: uma experiência referencial de projeto territorial sustentável**. 2014. Disponível em: <<https://journals.openedition.org/confins/9725>>. Acesso em: 10 de novembro de 2020.

FERRONATO, D. **O cacau, a joia negra**. 2020. Disponível em: <<https://www.ferronatochocolatesfinos.com.br/post/o-cacau-a-joia-negra>>. Acesso em 10 de janeiro de 2022.

FRANCK, A.; BOSSCHER, D. **Inulin**. In: CHO, S.S.; SAMUEL, P. (Eds.) *Fiber ingredients: food application and health benefits*. Boca Raton: CRC Press, p. 41-60, 2009.

FRANCO, T. S.; PERUSSELLO, C. A.; ELLENDERSEN, L. N.; MASSON, M. L. Effect of process parameters on foam mat drying Kinetics of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) and Thin-layer drying modeling of experimental data. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, n. e12264, p. 01-10, 2015.

FREITAS, B. S. M.; CAVALCANTE, M. D.; CAGNIN, C.; SILVA, R. M.; PLÁCIDO, G. R.; OLIVEIRA, D. E. C. Physical-chemical characterization of yellow mombin (*Spondias mombin* L.) foam-mat drying at different temperatures. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 22, n. 6, p. 430-435, 2018.

GARCIA, R. L.; OLIVEIRA, M. A. M.; CORDEIRO, M. N.; SERPA, D. Estudo experimental da secagem de alimentos: balanço térmico em um mini-secador de baixo custo. **Caderno Brasileiro de Ensino de Física**, v. 38, n. 01, p. 405-421, 2021.

GARCÍA-MUÑOZ, M. C.; TARAZONA-DÍAZ, M. P.; MENESES-MARENTES, N. A.; GONZÁLES-SARMIENTO, G.; PINEDA-GUERRERO, A. S.; GÓMEZ-URIBE, G. E. Development of color guides to evaluate the maturity of cacao clones by digital by digital image processing. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, v. 51, n. e69621, p. 01-06, 2021.

GAZOLA, M. B.; PEGORINI, D.; LIMA, V. A.; RONCATTI, R.; TEIXEIRA, S. D.; PEREIRA, E. A. Elaboração e caracterização de bebidas à base de extrato hidrossolúvel de soja com polpa de pitanga, amora e mirtilo. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 34, n. 02, p. 01-14, 2016.

GIBSON, G. R.; HUTKINS, R.; SANDERS, M. E.; PRESCOTT, S. L.; REIMER, R. A.; SALMINEN, S. J.; SCOTT, K.; STANTON, C.; SWANSON, K. S.; CANI, P. D.; VERBEKE, K.; REID, G. The International Scientific Association for Probiotics and Prebiotics (ISAPP) consensus statement on the definition and scope of prebiotics. **Nature Reviews - Gastroenterology & Hepatology**, v. 14, p. 491-502, 2017.

GONZAGA, B. B. N.; COELHO, B. E. S.; SOUZA, K. S. M.; ARAÚJO, S. G.; DUARTE, V. M.; SILVA, L. F. M. Production and quality of pineapple juice with mint power by foam-mat drying. **Comunicata Scientiae Horticultural Journal**, v. 12, n. 01, p. 01-07, 2021.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. **Powder properties. Drying Technology**, v. 26, n. 06, p. 726-737, 2008.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air. II. The effect on powder properties. **Journal of Food Engineering**, v. 66, n. 01, p. 35-42, 2005.

GRANATO, D.; BARBA, F. J.; KOVAČEVIĆ, D. B.; LORENZO, J. M.; CRUZ, A. G.; PUTNIK, P. Functional Foods: Product Development, Technological Trends, Efficacy Testing, and Safety. **Annual Review of Food Science and Technology**, v. 11, n. 1, p. 3.1-3.26, 2020.

GRANATO, D.; NUNES, D. S.; BARBA, F. J. An integrated strategy between food

chemistry, biology, nutrition, pharmacology, and statistics in the development of functional foods: a proposal. **Trends Food Science Technology**, v. 62, n. 1, p. 13–22, 2017.

GUIRLANDA, C. P.; SILVA, G. G.; TAKAHASHI, J. A. Cocoa honey: Agro-industrial waste or underutilized cocoa by-product?. **Future Foods**, v. 4, n. 100061, p. 01-10, 2021.

HAASE, T. B.; SCHWEIGGERT-WEISZ, U.; ORTNER, E.; ZORN, H.; NAUMANN, S. Aroma properties of cocoa fruit pulp from diferente origins. **Molecules**, v. 26, n. 7618, p. 01-12, 2021.

HERNÁNDEZ, M. P. L.; NÚÑEZ, J. C.; GÓMEZ, M. S. H.; TOVAR, M. D. L. Physicochemical and microbiological dynamics of the fermentation of the CCN51 cocoa material in three maturity stages. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 41, n 03, p. 01-13, 2019.

IAL. Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análises de alimentos**/Coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea. 1ª ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1020 p.

IOANONNE, F.; MATTIA, C. D.; GREGORIO, M.; SERGI, M.; SERAFINI, M.; SACCHETTI, G. Flavanols, proanthocyanidins and antioxidant activity changes during cocoa (*Theobroma cacao* L.) roasting as affected by temperature and time of processing. **Food Chemistry**, v. 174, n. 1, p. 256-262, 2015.

IZLI, N.; İZLI, G.; TASKIN, O. Influence of diferente drying techniques on drying parameters of mango. **Food Science and Technology**, v. 37, n. 04, p. 604-612, 2017.

JANGAM, S. V.; LAW, C. L.; MUJUMDAR, A. S. **Drying of Foods, Vegetables and Fruits**. 2010. Disponível em: <<https://www.arunmujumdar.com/file/Publications/books/Drying%20of%20Foods%20Vegetables%20and%20Fruits%20Volume%201.pdf>>. Acesso em: 01 de outubro de 2018.

JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 84, n. 02, p. 194-205, 2008.

JOHN, O. D.; PEEREZ, R. D.; PANCHAL, S. K.; BROWN, L. Tropical foods as functiona foods for metabolic syndrome, **Food & Function**, v. 11, n. 8, p. 6946-6960, 2020.

KARIM, A. A.; WAI, C. C. Foam-mat drying of starfruit (*Averrhoa carambola* L.) purée. Stability and air drying characteristics. **Food Chemistry**, v. 64, n. 03, p. 337-343, 1999.

KHODIFAD, B. C.; KUMAR, N. Foaming properties of custard apple pulp and mathematical modelling of foam mat drying. **Journal of Food Science and Technology**, v. 57, n. 02, p. 526-536, 2020.

KONGOR, J. E.; HINNEH, M.; DE WALLE, D. V.; AFOAKWA, E.O.; BOECKX, P.; DEWETTINCK, K. Factors influencing quality variation in cocoa (*Theobroma cacao*) bean flavor profile – A review. **Food Research International**, v. 82, n. 1, p. 44-52, 2016.

LACERDA MASSA, N. M.; MENEZES, F. N. D. D.; ALBUQUERQUE, T. M. R.; OLIVEIRA, S. P. A.; LIMA, M. S.; MAGNANI, M.; SOUZA, E. L. Effects of digested jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba* (Vell.) Berg) by-product on growth and metabolism of *Lactobacillus* and *Bifidobacterium* indicate prebiotic properties. **LWT - Food Science and Technology**, v. 131, n. 01, p. 01-08, 2020.

LAMSAL, B. P. Production, Health Aspects and Potential Food Uses of Dairy Prebiotic Galactooligosaccharides. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 92, n. 10, p. 2020–2028, 2012.

LANGRISH, T.A.G.; PREMARAJAH, R. Antioxidant capacity of spray-dried plant extracts: Experiments and simulations. **Advanced Powder Technology**, v. 24, n. 4, p. 771-779, 2013.

LEE, C. L.; CHANG, C. C.; KUO, H. W.; CHENG, W. Pectin of cacao pod husk, an efficient immunostimulant for white shrimp, *Litopenaeus vannamei*. **Fish & Shellfish Immunology**, v. 107, parte A, p. 357-366, 2020.

LEONARDI, J. G.; AZEVEDO, B. M. Métodos de conservação de alimentos. **Revista Saúde em Foco**, ed. 10, p. 01-11, 2018.

LI, T.S.; SULAIMAN, R.; RUKAYADI, Y.; RAMLI, S.; RUKAYADI, Y. Effect of gum arabic concentrations on foam properties, drying kinetics and physicochemical properties of foam mat drying of cantaloupe. **Food Hydrocolloids**, v. 116, 106492, p. 01-55, 2021.

LORDAN, C.; THAPA, D.; ROSS, R. P.; COTTER, P. D. Potential for enriching next generation health-promoting gut bacteria through prebiotics and other dietary components. **Gut Microbes**, v. 11, n. 01, p. 01-20, 2020.

LUVIÁN-MORALES, J.; VARELA-CASTILLO, F. O.; FLORES-CISNEROS, L.; CETINA-PÉREZ, L.; CASTRO-EGUILUZ, D. Functional foods modulating inflammation and metabolismo in chronic diseases: a systemic review. **Critical reviews in food Science and Nutrition**, p. 1 – 22, 2021. Disponível em: <<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/33506690/>>. Acesso em: 10 de janeiro de 2021.

MACEDO, L. L.; VIMERCATI, W. C.; ARAÚJO, C. S. Fructooligosaccharides: nutritional, technological and sensory aspects. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 23, n. e2019080, p. 01-09, 2020

MANSILLA, L. **La Inulina y su importancia en lechones destetados**, 2020. Disponível em < <https://www.engormix.com/porcicultura/articulos/inulina-importancia-lechones-destetados-t46383.htm>>. Acesso 05 de fevereiro de 2022.

MANSO, J.; MENA, M. L.; YÁÑEZ-SEDEÑO, P.; PINGARRÓN, J. M. Bioenzyme amperometric biosensor using gold nanoparticle-modified electrodes for the determination of inulin in foods. **Analytical Biochemistry**, v. 375, n. 1, p. 345-353, 2008.

MARQUES, G. M. R.; ARRUDA, R. S.; SILVA, A. A. L. Secagem de caldo de cana em leito de espuma e caracterização físico-química do produto. **Brazilian Journal of Food Research**, v. 07, n. 02, p. 16-29, 2016.

MATOS, J. D. P.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; SILVA, L. P. F. R.; SILVA, S. N.; MORAES, M. S.; SANTOS, F. S.; RODRIGUES, L. M. S.; GOUVEIA, J. P. G. Drying in foam mato f mixed pulp of jambolan (*Syzygium cumini* L.) and acerola (*Malpighia emarginata* D.C.): effect of additives and temperature. **Australian Journal of Crop Science**, v. 16, n. 01, p. 121-127, 2022.

MEDEIROS, M. L.; LANNES, S. C. S. Propriedades físicas de substitutos do cacau. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 1, p. 243-253, 2010.

MEERSMAN, E.; STRUYF, N.; KYOMUGASHO, C.; KERMANI, Z. J.; SANTIAGO, J. S.; BAERT, E.; HEMDANE, S.; VRANCKEN, G.; VERSTREPEN, K. J.; COURTIN, C. M.; HENDRICHX, M.; STEENSELS, J. Characterization and Degradation of Pectic Polysaccharides in Cocoa Pulp. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, n. 01, p. 9726-9734, 2017.

MENDONZA-VARGAS, L.; JIMÉNEZ-FORERO, J.; NIÑO-RAMÍREZ, M. Evaluación de la pectina extraída enzimáticamente a partir de las cáscaras del fruto de cacao (*Theobroma cacao* L.). **Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica**, v. 20, n. 01, p. 131-138, 2017.

MENON, A.; STOJCESKA, V.; TASSOU, S. A. A systematic review on the recente advances of the energy efficiency improvements in non-conventional food drying Technologies. **Trends in Food Science & Technology**, v. 100, p. 67-76, 2020.

MILLER, G. L. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. **Analytical Chemistry**, v. 31, n. 03, p. 426-428, 1959.

MIRANDA, A. F.; KUBOTA, T. A.; POLIZELI, A. G.; CRUZ, L. F.; SILVA, R. C.; BRASIL, L. S. N. S. Pitaya jam enriched with cocoa fermentation exudate. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 9, p. 64305-64312, 2020.

MIRANDA, A. F.; TORO, M. The optimization of beneficiation of cacao (*Theobroma cacao* L). **Multidisciplinary Journal**, v. 08, n. 02, p. 01-18, 2020.

MOREIRA, M. F., CAVALCANTE, J. A.; COSTA, N. A.; SILVA, M. F. R. Obtaining the powder of the bark from *Ziziphus Joazeiro* Mart. by foam-mat drying. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 12, p. 01-15, 2021.

MOREIRA, V. S.; REBOUÇAS, T. N. H.; MORAES, M. O. B.; JOSÉ, A. R. S.; SILVA, M. V. Atividade antioxidante de urucum (*Bixa orellana* L.) *in natura* e encapsulado. **Revista Iberoamericana de Tecnología Postcosecha**, v. 15, n. 02, p. 201-209, 2014.

MOURA, M. **Estudo aponta viabilidade de produção de cacau no semi-árido**. 2015. Disponível em: < <http://atarde.uol.com.br/economia/noticias/1671876-estudo-ponta-viabilidade-de-producao-de-cacau-no-semi-arido> >. Acesso em: 02 de agosto de 2018.

MUTANDA, T.; MOKOENA, M. P.; OLANIRAN, A. O.; WILHELMI, B. S.; WHITELEY, C. G. Microbial enzymatic production and applications of short-chain fructooligosaccharides and inulooligosaccharides: recent advances and current perspectives. **Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology**, v. 41, n. 06, p. 893-906, 2014.

NASROLLAHZADEH, M.; SAJADI, S. M.; ROSTAMI-VARTOONI, A.; BAGHERZADEH, M. Green synthesis of Pd/CuO nanoparticles by *Theobroma cacao* L. seeds extract and their catalytic performance for the reduction of 4-nitrophenol and phosphine-free Heck coupling reaction under aerobic conditions. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 448, n. 15, p. 106-113, 2015.

NEGREIROS, J. K. S.; CAVALCANTE, J. A.; BONFIM, K. S.; VASCONCELOS, L. F. S.; MOREIRA, M. F.; COSTA, N. A.; SILVA, P. B.; PEREIRA, T. S. **Obtenção do pó do juá**

*(Ziziphus joazeiro)* através da secagem em camada de espuma. Pedido de Depósito de Patente, BR 1020170233448, Universidade Federal da Paraíba, 2017.

NETO, B. A. M.; BONOMO, R. C. F.; FONTAN, R. C. I.; FERREIRA, A. C. R.; GONÇALVES, G. R. F.; MELLO, D. L. N. Physical chemical characterization and thermophysical properties of cocoa honey. **Revista de Gestão e Inovação Tecnológica**, v. 06, n. 01, p. 2944-2953.

NETO, B. A. M.; CARVALHO, E. A.; PONTES, K. V.; BARRETTO, W. S.; SACRAMENTO, C. K. Chemical, physico-chemical and sensory characterization of mixed açai (*Euterpe oleracea*) and cocoa's honey (*Theobroma cacao* L.) jellies. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 35, n. 2, p. 587-593, 2013.

OBA GASRONOMIA. 2018. Disponível em: < <https://obagastronomia.com.br/cacaucomo-aproveitar/>>. Acesso em: 17 de julho de 2018.

OLIVEIRA, R. L.; SILVA, M. F.; SILVA, S. P.; ARAÚJO, A. C. V.; CAVALCANTI, J. V. F. L.; COVERTI, A.; PORTO, T. S. Fructo-oligosaccharides production by an *Aspergillus aculeatus* commercial enzyme preparation with fructosyltransferase activity covalently immobilized on Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-chitosan-magnetic nanoparticles. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 150, p. 922-929, 2020.

PASSOS, L. M. L.; PARK, Y. K. Frutooligossacarídeos: implicações na saúde humana e utilização em alimentos. **Ciência Rural**, v.33, n.2, p385-390, 2003.

PEREIRA, A. A. R.; LUSNE, A. P. I. Probióticos e prebióticos na prevenção e tratamentos de doenças. **Revista Brasileira Multidisciplinar**, v. 22, n. 03, 2019.

PEREIRA, M. C.; STEFFENS, R. S.; JABLONSKI, A.; HERTZ, P. F.; RIOS, A. O.; VIZZOTO, M.; FLÓRES, S. H. Characterization and Antioxidant Potential of Brazilian Fruits from the Myrtaceae Family. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 12, n. 1, p. 3061-3067, 2012.

PIMENTEL, T. C.; MADRONA, G. S.; PRUDENCIO, S. H. Probiotic Clarified Apple Juice with Oligofructose or Sucralose as Sugar Substitutes: Sensory Profile and Acceptability. **LWT - Food Science and Technology**, v. 62, n. 01, p. 838-846, 2015.

PIMENTEL, T. R.; SILVA, Y. F. Cacau e suas múltiplas identidades: uma revisão integrativa. **Revista Turydes: Turismo y Desarrollo**, v. 12, n. 27, 2019.

RATTI, C.; KUDRA, T. Drying of foamed biological materials: opportunities and challenges. **Drying Technology**, v. 24, n. 9, p. 1101-1108, 2006.

RE, R.; PELEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A.; PANNALA, A.; YANG, M.; RICEEVANS, C. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology & Medicine**, v.26, n. 09, p.1231-1237, 1999.

REGES, B. M.; MAIA, A. M.; SARMENTO, D. H. A.; SILVA, M. S.; SANTOS, S. M. L.; DAMACENO, M. N. Quality variables for technological application of cacao clones from the Brazilian semiarid region. **Brazilian Journal of Agricultural and Environmental Engineering**, v. 25, n. 03, p. 203-208, 2021.

REZENDE, E. S. V.; LIMA, G. C.; NAVES, M. M. V. Dietary fibers as beneficial microbiota modulators: A proposed classification by prebiotic categories. **Nutrition**, v. 89, n. 111217, p. 01-09, 2021.

RIBEIRO, T. A.; PEREIRA, I. O.; QUEIROZ, R. C. S.; ROCHA, S. A. S. Development and physicochemical characterization of mixed fruit pulp with different concentrations of cocoa and Açaí. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 8, p. 80716-80728, 2021.

RINALDI, M. M.; COSTA, A. M. Vida útil de polpa de frutos de *Passiflora cincinnata* CV. BRS Sertão forte congelada. **Agrotropica**, v. 33, n. 02, p. 131-142, 2021.

ROBERFROID, M. **Inulin**: a fructan. In: ROBERFROID, M. Inulin-type fructans: functional food ingredients. Boca Raton: CRC, p. 39-60, 2005.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos – Uma Estratégia Sequencial de Planejamentos**. Campinas: Casa do Pão Editora, 2005. 325p.

ROJAS, K. E.; GARCÍA, M. C.; CERÓN, I. X.; ORTIZ, R. E.; TARAZONA, M. P. Identification of potential maturity indicators for harvesting cacao. **Heliyon**, v. 06, n. e03416, 2020.

RUSCONI, M.; CONTI, A. *Theobroma cacao* L., the food of the Gods: a scientific approach beyond myths and claims. **Pharmacol Research**, v. 61, n. 01, p. 5–13, 2010.

SANCHO; R. A. S.; PASTORES, G. M. Alimentos funcionais: a revolução silenciosa na alimentação. **Revista Processos Químicos**, v. 10, n. 19, p. 13-24, 2016.

SANGAMITHRA, A.; VENKATACHALAM, S.; SWAMY, G. J.; KUPPUSWAMY, K. Foam mat drying of food materials: A review. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 39, n. 1, p. 3165–3174, 2015.

SANTOS FILHO, A. L.; FREITAS, H. V.; RODRIGUES, S.; ABREU, V. K. G.; LEMOS, T. O.; GOMES, W. F.; NARAIN, N.; PEREIRA, A. L. F. Production and stability of probiotic cocoa juice with sucralose as sugar substitute during refrigerated storage. **LWT - Food Science and Technology**, v. 99, p. 71–378, 2019.

SANTOS, C. O.; BISPO, E. S.; SANTANA, L. R. R.; CARVALHO, R. D. S. Use of “cocoa honey” (*Theobroma cacao* L.) for diet jelly preparation: an alternative technology. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 36, n. 3, p. 640-648, 2014.

SANTOS, T. C.; ROCHA, T. J. O.; OLIVEIRA, A. C.; FILHO, G. A.; FRANCO, M. *Aspergillus Níger* como produtor de enzimas celulolíticas a partir farelo de cacau (*Theobroma cacao* L.). **Arquivos do Instituto Biológico**, v. 80, n. 1, p. 65-71, 2013.

SCHNEIDER, V. GERBI, AND M. REDOGLIA. A Rapid HPLC Method for Separation and Determination of Major Organic Acids in Grape Musts and Wines. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 38, n. 02, p. 151-155, 1987.

SILVA FILHO, E. D.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; GUIMARAES, M. Cinética de secagem em camada de espuma da polpa da manga cv. Haden. **Comunicata Scientiae**, v.7, n. 3, p. 354-361, 2016.

SILVA, A. B. S.; SILVA, E. G.; RIGO, L.; OLIVEIRA, M. P.; LOSS, R. A.; GUEDES, S. F.; PAULA, J. M.; GERALDI, C. A. Q. Técnicas de secagem de frutas: uma revisão. **Scientific Electronic Archives**, v.14, n.10, p. 85-105, 2021.

SILVA, H. G. O.; PIRES, A. J. V.; SILVA, F. F.; VELOSO, C. M.; CARVALHO, G. G. P.; CEZÁRIO, A. S.; SANTOS, C. C. Farelo de cacau (*Theobroma cacao* L.) e torta de dendê (*Elaeis guineensis*, Jacq) na alimentação de cabras em lactação: consumo e produção de leite. **Revista Brasileira de Zootecnia**, v. 34, n. 5, p. 1786-1794, 2005.

SILVA, I. M.; RABELO, M. C.; RODRIGUES, S. Cashew Juice Containing Prebiotic Oligosaccharides. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 9, p. 2078-2084, 2012.

SINGH, R. S.; SINGH, R. P.; KENNEDY, J. F. Recent insights in enzymatic synthesis of fructooligosaccharides from inulin. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 85, p. 565-572, 2016.

SODRÉ, G. A.; MARROCOS, P. C. L.; SARMENTO, D. H. A. **Cultivo do cacau irrigado no estado do Ceará**. 2016. Disponível em: <file:///C:/Users/NOTE/Downloads/manual%20janeiro%20%20%202017\_formatadofial%20(4).pdf>. Acesso em: 04 de julho de 2018.

SOUZA, C. A. S.; DIAS, L. A. S.; AGUILAR, M. A. G. **Cacau: do plantio à colheita**. 1 ed. Viçosa, MG: Editora UFV, p. 9-40, 2016.

SOUZA, F. R.; OLIVEIRA, J. S. T.; SILVA, D. P.; OLIVEIRA, M. G.; NEVES, D. D.; SILVA, W. E.; STAMFORD, T. C. M. **Biopolímeros na indústria de alimentos: do aproveitamento de resíduos agroindustriais a produção de biopolímeros**. In: Silvani Verruck (Org.), *Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos*. Guarajá, SP: Científica Digital, 2021.

SOUZA, P. A.; MOREIRA, L. F.; SARMENTO, D. H. A.; COSTA, F. B. **Exotic Fruits Reference Guide**. In: Rodrigues S, Silva EO and Brito ES (eds), *Cacau Theobroma cacao*. Elsevier: Academic Press, p. 69-76, 2018.

SUSANTI, D. Y.; SEDIAWAN, W. B.; FAHRURROZI, M.; HIDAYAT, M. Foam-mat drying in the encapsulation of red sorghum extract: Effects of xanthan gum addition on foam properties and drying kinetics. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 20, n. 04, p. 270-279, 2021.

TEODORO, N. X.; PEREIRA, A. M. S.; SANTOS, K. M. O.; BURITI, F. C. A. Aplicação da biotecnologia na produção e desenvolvimento de alimentos funcionais: uma revisão. **Digital Librany of Journals**, v. 37, n. 1, p. 1-21, 2021.

VALLE, R. R. M. **Ciência, tecnologia e manejo do cacau**. Brasília, DF: MAPA, 2012. p. 688.

VÁSQUEZ, Z. S.; CARVALHO NETO, D. P.; PEREIRA, G. V. M.; VANDENBERGHE, L. P. S.; OLIVEIRA, P. Z.; TIBURCIO, P. B.; ROGEZ, H. L. G.; NETO, A. G.; SOCCOL, C. Biotechnological approaches for cocoa waste management: A review. **Waste Management**, v. 90, n. 01, p. 72-83, 2019.

VENIAL, L. R.; ALEXANDRE, R. S.; CAMATA, H.; LOPES, J. C.; ZANOTTI, R. F.; FERREIRA, A.; AGUILAR, M. A. G. Biometria e armazenamento de sementes de genótipos de cacaueiros. **Pesquisa Florestal Brasileira**, v. 37, n. 89, p. 39-46, 2017.

VESTER BOLER, B. M.; HERNOT, D. C.; BOILEAU, T. W.; BAUER, L. L.; MIDDELBOSS, I. S.; MURPHY, M. R.; SWANSON, K. S.; FAHEY JR, G. C. Carbohydrates blended with polydextrose lower gas production and short-chain fatty acid production in an in vitro system. **Nutrition Research**, v. 29, n. 09, p. 631-639, 2009.

WCF (WORLD COCOA FOUNDATION). **Cocoa Market Update**. 2014. Disponível em: <<http://worldcocoafoundation.org/wp-content/uploads/Cocoa-Market-Update-as-of-4-1-2014.pdf>>. Acesso em: 18 de julho de 2018.

YEMN, E. W.; WILLIS, A. J. The estimation of carbohydrate in plant extracts by anthrone. **Biochemical Journal**, v. 57, n. 03, p. 508-515, 1954.

## 4 RESULTADOS

Os resultados dos experimentos realizados estão apresentados em forma de artigos científicos e patente.

ARTIGO I: Avaliação da composição nutricional, caracterização e correlação dos parâmetros de qualidade da polpa de cacau. (Research, Society and Development Journal - **publicado**);

PATENTE: “Processo para obtenção do pó da polpa do cacau”, sob número BR 10 2019 025711-3;

ARTIGO 2: Effect of juá inner bark on drying of cocoa pulp (*Theobroma cacao* L.) by foam-mat drying (Food Science and Technology International – **submetido**);

ARTIGO 3: Efeito de processos de secagem nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos.

**4.1 Artigo 1:**

Avaliação da composição nutricional, caracterização e correlação dos parâmetros de qualidade da polpa de cacau.

(Research, Society and Development Journal)

## **Avaliação da composição nutricional, caracterização e correlação dos parâmetros de qualidade da polpa do cacau**

**Evaluation of nutritional composition, characterization and correlation of pulp quality parameters of cocoa**

**Evaluación de la composición nutricional, caracterización y correlación de los parámetros de calidad de la pulpa de cacau**

Recebido: 00/01/2022 | Revisado: 00/01/2022 | Aceito: 00/01/2022 | Publicado: 00/01/2022

### **Raimunda Valdenice da Silva Freitas**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9240-2810>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: valdenice2006@yahoo.com.br

### **Flávio Luiz Honorato da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1307-3324>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: flavioluizh@yahoo.com.br

### **Josilene de Assis Cavalcante**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1179-1576>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: josy\_cavalcante@yahoo.com.br

### **Iasmyn Irenny de Souza Costa**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1772-7735>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: iasmynsouzacosta@hotmail.com

### **Diógenes Henrique Abrantes Sarmento**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3157-8951>

UNIVALE – União dos Agronegócios no Vale do Jaguaribe, Brasil

E-mail: dabrantes01@yahoo.com.br

### **Renata Chastinet Braga**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6630-2835>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte, Ceará, Brasil

E-mail: rchastinet@ifce.edu.br

### **Felipe Sousa da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1166-8474>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte, Ceará, Brasil

E-mail: fesosi2005@gmail.com

### **Mayra Cristina Freitas Barbosa**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7079-8271>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte, Ceará, Brasil

E-mail: mayracristinaf@gmail.com

### **Esiana de Almeida Rodrigues**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9673-2190>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte, Ceará, Brasil

E-mail: esiana.rodrigues@ifce.edu.br

### **Resumo**

O objetivo deste trabalho foi avaliar a composição nutricional, caracterizar e correlacionar os parâmetros de qualidade da polpa do cacau. A amostra analisada foi a polpa dos frutos do cacaueiro dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005, denominada comercialmente de *blend*. Foram avaliadas a composição centesimal aproximada, valor calórico, características físicas, físico-químicas, químicas e correlação dos parâmetros analisados. A polpa apresentou baixo valor calórico (56,19 Kcal), alto teor de sólidos solúveis (20,40°Brix), ratio (32,45) e potássio (128,61mg/100g). Além de correlações muito forte ( $r \pm 0,91$  a  $\pm 1,00$ ) e forte ( $r \pm 0,71$  a  $\pm 0,90$ ) ao nível de 5% de significância entre as características ratio, sólidos solúveis, Aw, açúcares totais, amido, densidade e vitamina C. A amostra apresenta potencial de utilização para desenvolvimento de produtos alimentícios, pois contém importante composição centesimal, resultados expressivos para o teor de sólidos solúveis, ratio, açúcares totais e redutores e valor calórico relativamente baixo, podendo ser adicionada em dietas, suplementação alimentar, como também em processamentos tecnológicos.

**Palavras-chave:** *Blend*; CCN 51; CEPEC 2005; *Theobroma cacao* L.

### Abstract

The objective of this work was to evaluate the nutritional composition, to characterize and to correlate the quality parameters of the pulp of cacao. The sample analyzed was the pulp of two cocoa fruits, two genotypes CCN51 and CEPEC 2005, commercially called blend. Approximate centesimal composition, caloric value, physical, chemical and physical-chemical characteristics and correlation of the analyzed parameters were evaluated. The pulp showed low caloric value (56.19 Kcal), high content of soluble solids (20.40°Brix), ratio (32.45) and potassium (128.61mg/100g). In addition to very strong ( $r \pm 0.91$  to  $\pm 1.00$ ) and strong ( $r \pm 0.71$  to  $\pm 0.90$ ) correlations at the 5% level of significance between the ratio characteristics, soluble solids, Aw, total sugars, starch, density and vitamin C. The sample it presents potential for use for development of food products, as it contains an important centesimal composition, expressive results for the soluble solids content, ratio, total and reducing sugars and relatively low caloric value, and can be added in diets, food supplementation, as well as in technological processing.

**Keywords:** *Blend*; CCN 51; CEPEC 2005; *Theobroma cacao* L.

### Resumen

El objetivo de este trabajo fue evaluar la composición nutricional, caracterizar y correlacionar los parámetros de calidad de la pulpa de cacao. La muestra analizada fue pulpa de frutos de cacao de los genotipos CCN51 y CEPEC 2005, comercialmente llamado blend. Se evaluó la composición próxima aproximada, valor calórico, características físicas, físico químicas y químicas y correlación de los parámetros analizados. La pulpa presentó bajo valor calórico (56,19 Kcal), alto contenido de sólidos solubles (20,40°Brix), ratio (32,45) y potasio (128,61mg/100g). Además de correlaciones muy fuertes ( $r \pm 0.91$  a  $\pm 1.00$ ) y fuertes ( $r \pm 0.71$  a  $\pm 0.90$ ) al nivel de significancia del 5% entre las características relación, sólidos solubles, Aw, azúcares totales, almidón, densidad y vitamina C. La muestra tiene potencial para ser utilizada para el desarrollo de productos alimenticios, ya que contiene una composición próxima importante, resultados expresivos para el contenido de sólidos solubles, proporción, azúcares totales y reductores y valor calórico relativamente bajo, y puede ser agregado a dietas, alimentos suplementación, así como en el procesamiento tecnológico.

**Palabras clave:** Mezcla; CCN 51; CEPEC 2005; *Theobroma cacao* L.

## 1. Introdução

O cacau é uma planta pertencente à Família *Malvaceae*, gênero *Theobroma*, nativo da América do Sul e Central (Brunetto et al., 2020; Souza et al., 2018).

O cacau (*Theobroma cacao* L.) é considerado cultura de grande importância para a economia, embora apresente diferentes opções de utilização, a sua principal aplicabilidade industrial está direcionada para a produção de chocolate. Desse modo, as sementes do cacau são ingredientes importantes na indústria de alimentos, uma vez que, produtos do cacau com suas características originais são bastante solicitados no mercado. A singularidade destes produtos pode estar associada ao sabor específico e composição que podem ser afetados por alguns fatores, como: variedades, origem, métodos de processamento e suas interações (Febrianto & Zhu, 2020).

O processamento do cacau gera quantidade significativa de resíduos, principalmente durante a etapa de pós-colheita através da quebra dos frutos e na extração da polpa, antes da etapa de fermentação. Dentre os principais resíduos obtidos estão a casca, a polpa e o mel do cacau (Ruesgás-Ramón et al., 2020).

Dos resíduos citados pode-se destacar a polpa dos frutos do cacau, considerada um alimento rico em açúcares fermentáveis e elevada acidez, devido principalmente à presença de ácidos orgânicos e ainda pode ser uma importante fonte energética destinada ao processamento de novos produtos, como: geleias, sucos, doces, entre outros (Santos et al., 2014; Neto et al., 2013). Assim, considerada um dos principais subprodutos, a mucilagem do cacau (polpa) é um líquido doce e viscoso que envolve os grãos na vagem (Afolabi et al., 2015).

Diante do exposto, fazem-se necessárias informações sobre o aproveitamento de subprodutos do processamento dos frutos do cacau, compressão do valor nutricional e caracterização da matéria-prima que podem determinar a qualidade e o valor comercial, como também direcionamento ao setor industrial. Assim, torna-

se de grande importância o desenvolvimento de pesquisas que busquem o conhecimento das características gerais da polpa dos frutos do cacau de modo a subsidiar a industrialização, influenciar em possíveis contribuições para melhoria do processamento e aproveitamento deste subproduto.

Contudo isso, esta pesquisa teve como objetivo avaliar a composição nutricional, caracterizar e correlacionar os parâmetros de qualidade da polpa do cacau.

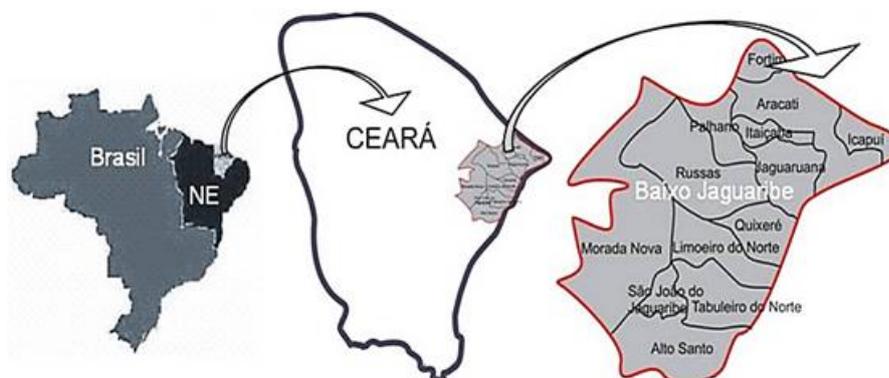
## 2. Metodologia

A metodologia experimental utilizada no presente estudo foi baseada em pesquisa descritiva, cuja pesquisa laboratorial avaliando os resultados de uma série de análises envolve métodos quantitativos (Pereira et al., 2018).

### 2.1 Obtenção das amostras

As polpas de genótipos do cacau analisadas foram provenientes do processo de despulpamento de frutos do cultivo no Baixo Jaguaribe – CE (Brasil), nas Unidades de Observação e Demonstrativas de fazenda localizada no Lote 7 do Perímetro Irrigado Tabuleiro de Russas no Município de Russas – CE (Brasil) com latitude  $04^{\circ}56'25''\text{S}$ , longitude  $37^{\circ}58'33''\text{W}$  e altitude de 20 m (Figura 1).

**Figura 1.** Imagem representativa do mapa do Brasil (à esquerda), estado do Ceará (ao centro) e localização esquemática do Baixo Jaguaribe com as cidades constituintes (à direita).



**Fonte:** Ferrão, Braga e Pozzer (2014).

### 2.2 Amostras avaliadas

Foram analisadas polpas de frutos do cacau dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005, denominadas comercialmente de *blend*, obtido pela mistura dos genótipos citados nas proporções de 70% e 30%, respectivamente (Figura 2).

As amostras foram adquiridas em pacotes de 500 g e congeladas, sendo obtidos 8 pacotes comerciais, totalizando 4.000 g de amostras; as quais foram selecionadas de maneira aleatória após o processo de despulpamento dos frutos.

**Figura 2.** Amostras de polpas (*blends*) congeladas (A) e descongeladas (B) utilizadas na presente pesquisa.



**Fonte:** Arquivo pessoal.

### 2.3 Local de execução da pesquisa

A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Termodinâmica da Universidade Federal da Paraíba – PB (Brasil) e no Laboratório de Química de Alimentos do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Campus Limoeiro do Norte – CE (Brasil).

As amostras foram transportadas em caixas térmicas sob condições de refrigeração, proteção da luz, envolvidas em papel alumínio e armazenadas sob conservação até o momento de realização das análises.

### 2.4 Análises laboratoriais

Foram realizadas análises para avaliação da composição centesimal aproximada, características físicas, físico-químicas e químicas das polpas (*blends*) de frutos do cacauero conforme descritas a seguir.

#### 2.4.1 Composição centesimal aproximada

Para análise da composição centesimal aproximada, realizou-se avaliação do teor de umidade por método gravimétrico através da secagem direta da amostra em estufa (Heraeus Instruments UT-12) a 105°C (AOAC, 2005). A determinação do teor de cinzas foi realizada por método gravimétrico com incineração do material em forno tipo mufla (ElektroTherm LM 312-10) a 550°C (AOAC, 2005). Para quantificação de lipídios totais utilizou-se o método Bligh e Dyer, através de pesagem da amostra com posterior acréscimo de metanol, clorofórmio e água destilada (IAL, 2008).

As amostras foram analisadas quanto ao teor de proteínas de acordo com o método Kjeldahl que consiste na determinação do nitrogênio total. O fator de conversão utilizado para a obtenção de proteínas foi de 6,38, multiplicado pelo valor de nitrogênio total (AOAC, 2005). A concentração total de carboidratos foi calculada por diferença e o cálculo do valor calórico da amostra foi realizado através da soma das porcentagens de proteína bruta e carboidratos totais, multiplicados pelo fator 4 (cal/g) somado ao teor de lipídios totais, multiplicados pelo fator 9 (cal/g) (Pereira et al., 2012).

#### 2.4.2 Características físicas

Para análise das características físicas, as amostras foram avaliadas quanto a coloração da polpa com auxílio de um colorímetro digital de bancada cujas leituras foram realizadas no sistema de cor CieLab ( $L^*$ ,  $a^*$  e

b\*), sendo L\* a luminosidade, a\* a transição da cor verde (-a\*) para o vermelho (+a\*) e b\* a transição da cor azul (-b\*) para a cor amarela (+b\*). A densidade da polpa integral foi determinada através de método picnométrico a temperatura de 25°C, o qual consiste na medida da massa em relação ao volume da amostra (Rinaldi & Costa, 2021; Silva Filho, 2012).

#### 2.4.3 Características físico-químicas e químicas

O teor de acidez total titulável foi determinado através de método titulométrico com solução padronizada de NaOH 0,1N e os resultados expressos em g de ácido cítrico por 100 g da amostra (IAL, 2008); potencial hidrogeniônico (pH) através de método potenciométrico com medidor de pH da marca Hanna Instruments®, previamente calibrado com solução tampão de pH 4,0 e 7,0 (IAL, 2008); teor de sólidos solúveis, avaliado por leituras em refratômetro de bancada por método refratométrico com os resultados expressos em °Brix (AOAC, 2005); ratio, através da divisão direta do teor de sólidos solúveis pela acidez total titulável da amostra; teor de vitamina C avaliado por método titulométrico, através de pesagem da amostra com posterior diluição em ácido oxálico, titulação do extrato com solução de Tillmans como indicador e resultado final expresso em mg de ácido ascórbico por 100g da amostra (IAL, 2008). Enquanto que, para determinação da Atividade de água (Aw), realizou-se leitura por medição direta no analisador de atividade de água Novasina LabMaster-aw® em que as amostras foram colocadas em cápsulas, posteriormente, acondicionadas no aparelho para realização da leitura.

A determinação do teor de sólidos totais foi realizada por método gravimétrico e para sólidos insolúveis totais a amostra foi diluída em água quente por 15 minutos, seguida de filtração a vácuo e lavagem com água quente (Gazola et al., 2016; IAL, 2008). O teor de amido foi determinado por hidrólise ácida através do método doseado com reagente DNS (3,5- Dinitro – Salicílico) com medida colorimétrica realizada em espectrofotômetro (AOAC, 2005; Miller, 1959).

Para análise do teor de açúcares redutores utilizou-se método com reagente DNS (3,5- Dinitro – Salicílico) com leitura (do extrato preparado) em espectrofotômetro a 540nm (Miller, 1959). Enquanto a quantificação de Açúcares Solúveis Totais foi realizada através de método com Antrona que consiste na hidrólise pelo ácido sulfúrico concentrado e quando aquecido com hexoses sofre uma reação de condensação formando um produto de coloração verde com posterior leitura em espectrofotômetro a 620nm (Yemn & Willis, 1954).

Para determinação do perfil mineral da polpa (*blend*) do cacau, realizou-se secagem da amostra em estufa a 105°C/24 horas com posterior tratamento com ácido nítrico, perclórico e água deionizada. O teor de elementos minerais da amostra digerida foi determinado por espectrofotometria de absorção de chama atômica (ICE 3300 Thermo Scientific) para quantificar os macronutrientes: Nitrogênio (N), Fósforo (P), Potássio (K) e Magnésio (Mg) e os seguintes micronutrientes: Ferro (Fe), Zinco (Zn), Cobre (Cu), Manganês (Mn) e Boro (B), com exceção do Fósforo (P), que foi medido em espectrofotômetro (FEMTO 600 Plus) a 420 nm (AOAC, 2005). Os resultados foram convertidos de base seca para base úmida e expressos em mg por 100 g da amostra.

#### 2.5 Análise Estatística

Os resultados obtidos foram avaliados através de 5 repetições para cada análise desenvolvida, posteriormente, submetidos à análise estatística de médias e desvios padrão.

Para análise da Correlação de Pearson, utilizou-se os coeficientes de todas as características avaliadas (com exceção do teor de minerais) a fim de avaliar possíveis correlações das características na qualidade da

amostra em estudo ao nível de 5% de significância. O programa Statistica<sup>®</sup>7.0 foi usado para todas as análises estatísticas.

### 3. Resultados e Discussão

#### 3.1 Composição centesimal aproximada

Na Tabela 1 são apresentados os resultados referentes à composição centesimal aproximada da polpa de frutos do cacau comercializada na forma de *blend*.

**Tabela 1.** Composição centesimal aproximada da polpa de frutos do cacau.

<b>Características avaliadas</b>	<b>Menor valor</b>	<b>Média</b>	<b>Maior valor</b>
Umidade (g/100g)	85,45	85,71 ± 0,50	86,60
Cinzas (g/100g)	0,32	0,33 ± 0,01	0,35
Lipídios (g/100g)	0,02	0,05 ± 0,02	0,07
Proteínas (g/100g)	0,45	0,49 ± 0,04	0,55
Carboidratos (g/100g) *	12,48	13,45 ± 0,55	13,83
Valor calórico (kcal) **	52,99	56,19 ± 1,79	57,08

**Fonte:** Autores.

\*Os carboidratos totais foram calculados por diferença: 100 – (% umidade + % cinzas + % proteína bruta + % lipídios totais).

\*\*O valor calórico da amostra foi calculado pela soma das porcentagens de proteína bruta e carboidratos totais multiplicados pelo fator 4 (Cal/g) somado ao teor de lipídios totais multiplicados pelo fator 9 (Cal/g).

Observou-se valor médio de 85,71g/100g para umidade da polpa do cacau, resultado esse bastante visível durante manipulação da amostra em análise. Por se tratar de um *blend* comercial, o produto é composto pelas polpas dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005, as quais apresentam características próprias e distintas, como elevado teor de umidade e aspecto aquoso, conforme apresentado na Figura 3.

**Figura 3.** Polpa (*blend*) de frutos do cacauero com destaque ao teor de umidade da amostra.



**Fonte:** Arquivo pessoal.

Em pesquisa avaliando a composição de diferentes genótipos de cacau, verificou-se resultados próximos ao valor encontrado no presente estudo, porém, foram analisadas polpas dos genótipos isoladamente. Para o genótipo CCN51 e CEPEC 2005 os valores de umidade foram de 78,77g/100g e 81,53g/100g, respectivamente (Moreira et al., 2020). Frutos pertencentes ao gênero *Theobroma*, como é o caso do cacau e cupuaçu, podem apresentar teor de umidade da polpa de aproximadamente 83g/100g (Pugliese et al., 2013).

Para análise de cinzas verificou-se que a amostra apresentou valor médio de 0,33g/100g. Sousa et al. (2020) ressaltam que este parâmetro pode ser influenciado por alguns fatores edafoclimáticos, tais como o índice pluviométrico e condições do solo podendo ocorrer grandes variações. Portanto, os elementos minerais podem se apresentar na cinza sob a forma de óxidos, sulfatos, fosfatos, silicatos e cloretos, conforme as condições de incineração e composição do alimento. Assim, a cinza obtida não é necessariamente a mesma composição da matéria mineral presente no alimento, pois pode ocorrer volatilização ou alguma interação entre os constituintes da amostra (IAL, 2008).

Para o teor de lipídios, o *blend* apresentou valor médio de 0,05g/100g e para o parâmetro teor de proteínas o valor médio obtido (0,49g/100g), o qual encontra-se próximo aos valores obtidos em um mix de açúcar e cacau que foi de 0,44g/100g a 0,54g/100g de proteínas (Neto et al., 2013). Estudo caracterizando a polpa de cupuí (*Theobroma subincanum* mart.) apresentou valor de 1,04g/100g para proteína total da polpa (Lira et al., 2020).

Para o teor de carboidratos totais, verificou-se valor médio de 13,45g/100g. Os carboidratos são considerados componentes vastos e com diversas distribuições entre os alimentos.

O valor calórico total médio encontrado para a amostra em análise foi de 56,19 Kcal, considerado inferior ao valor encontrado para polpa de cupuí (*Theobroma subincanum* mart.) que foi de 80,24 Kcal (Lira et al., 2020). Desse modo, a polpa de frutos do cacauero comercializada na forma de *blend* apresentou valor calórico relativamente baixo favorecendo a inserção desta matéria-prima no desenvolvimento de produtos alimentícios, podendo ser incluída em cardápios diários sem impactos negativos em dietas para controle de peso corporal.

### 3.2 Características físicas

Na Tabela 2 são apresentados os resultados referentes à avaliação das coordenadas de cor, conforme os valores L\*, a\* e b\*; e densidade da polpa dos frutos do cacauero.

**Tabela 2.** Parâmetro L\*, coordenadas cromáticas a\*, b\* e densidade da polpa de frutos do cacauero.

Características	Menor valor	Média	Maior valor
Luminosidade (L*) <sup>(1)</sup>	58,23	62,80 ± 2,99	66,30
Vermelho (a*) <sup>(2)</sup>	4,82	5,71 ± 0,54	6,23
Amarelo (b*) <sup>(3)</sup>	13,85	14,52 ± 0,62	15,53
Densidade (kg/m <sup>3</sup> )	1029,90	1033,29 ± 2,27	1036,28

**Fonte:** Autores.

<sup>(1)</sup> L\*: luminosidade;

<sup>(2)</sup> a\*: transição da cor verde (-a\*) para vermelha (+a\*);

<sup>(3)</sup> b\*: transição de azul (-b\*) para amarelo (+b\*).

Observou-se maiores valores para o parâmetro L\* (62,80) e b\* (14,52) indicativo de coloração amarela clara. Em análise de cor da polpa de cupuí (*Theobroma subincanum* mart.), os autores identificaram valores de 54,98 para Luminosidade (L\*), 0,7 para intensidade de vermelho (+a\*) e 38,97 para intensidade de amarelo (+b\*) (Lira et al, 2020). Resultados esses divergentes aos valores obtidos para a polpa dos frutos do cacauero, embora o parâmetro Luminosidade de ambas as pesquisas tenha apresentado características mais próximas.

A polpa analisada (*blend*) apresentou valor médio de densidade de 1033,29kg/m<sup>3</sup>. Ressalta-se que alguns fatores como o teor de umidade, sólidos solúveis, fibras e demais componentes presentes na amostra podem influenciar em possíveis alterações nas características físicas da polpa.

### 3.3 Características físico-químicas e químicas

Na Tabela 3 são apresentados os resultados referentes à caracterização físico-química e química da polpa de frutos do cacauero comercializada na forma de *blend*.

**Tabela 3.** Características físico-químicas e químicas da polpa de frutos do cacauero.

Características	Menor valor	Média	Maior valor
Acidez Total Titulável (g/100g)	0,62	0,63 ± 0,01	0,64
pH	3,92	3,93 ± 0,01	3,94
Sólidos Solúveis (°Brix)	19,60	20,40 ± 0,75	21,60
Ratio (SS/AT)	30,62	32,45 ± 1,26	34,12
Vitamina C (mg/100g)	16,61	16,67 ± 0,09	16,82
Atividade de Água	0,96	0,97 ± 0,00	0,97
Sólidos Totais (g/100g)	14,50	14,53 ± 0,02	14,56
Sólidos Ins. em água (g/100g)	0,81	0,99 ± 0,14	1,17
Amido (g/100g)	1,40	1,82 ± 0,46	2,60

Açúcares Redutores (g/100g)	9,14	11,61 ± 1,60	12,97
Açúcares Totais (g/100g)	14,13	16,80 ± 2,62	21,07

**Fonte:** Autores.

Verificou-se que para a característica acidez total titulável a amostra apresentou resultado médio de 0,63g/100 g de ácido cítrico. O Regulamento Técnico para fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para polpa de cacau estabelece um valor mínimo de acidez total de 0,7g/100g (Brasil, 2018). A amostra analisada apresentou resultado inferior ao padrão mínimo estabelecido, possivelmente devido ao grau de maturação dos frutos durante a colheita.

O pH da polpa dos frutos do cacau foi de 3,93 estando em conformidade com o Regulamento Técnico que estabelece um valor mínimo de pH de 3,40 (Brasil, 2018). Bojacá et al. (2019) avaliando características físicas e químicas de clones de cacau, observaram que o clone CCN51 apresentou resultado de pH variando de 4,46 a 3,28 para os estádios imaturo e maturo, respectivamente. Os autores ressaltam que características como pH e acidez titulável podem ser afetadas por alguns fatores, tais como o tipo de clone avaliado e estágio de maturação.

Para o teor de sólidos solúveis, observou-se valor médio de 20,40°Brix, resultado esse em conformidade com o Regulamento Técnico que estabelece valor mínimo de 14,00°Brix (Brasil, 2018).

O teor de sólidos solúveis é considerado uma medida indireta de açúcares em frutos podendo indicar o seu grau de maturidade e quantidade de sólidos ou compostos solúveis em água (açúcares, ácidos, vitaminas, fenólicos e pectinas) que podem estar dissolvidos no suco ou na polpa. Assim, a medição do teor de sólidos solúveis não representa o teor exato de açúcares presentes na amostra, devido principalmente, influência de outras substâncias dissolvidas, embora os açúcares sejam os compostos mais representativos podendo constituir até 90% dos sólidos solúveis (Chitarra & Chitarra, 2005).

Características como teor de sólidos solúveis e cor são parâmetros importantes e comumente usados como indicadores de maturação dos frutos. No entanto, os frutos do cacau apresentam uma ampla variação quanto ao teor de açúcares em diferentes estádios de maturação dificultando o uso desta característica como indicativo de maturação. Além disso, fatores como condições ambientais, composição do solo, disponibilidade de água e práticas culturais poderão influenciar para que a conversão do amido ocorra de forma rápida ou lenta (Bojacá et al., 2019).

Em pesquisa realizada sobre análise de equivalência substancial em frutos de três espécies *Theobroma*, sendo elas: *T. grandiflorum*, *T. bicolor* e *T. cacao*, através da composição química e do perfil proteico foi possível observar que o teor de sólidos solúveis totais não apresentou grandes diferenças entre as espécies, embora *T. cacao* tenha apresentado valor ligeiramente superior (13,9 °Brix) e *T. bicolor* e *T. grandiflorum* apresentaram valores de 12,2 e 12,4 °Brix, respectivamente (Pérez-Mora, Jorin-Novo & Melgarejo, 2018).

Para a característica ratio, observou-se que a amostra analisada apresentou valor médio de 32,45, sendo o ratio considerado importante indicativo do sabor dos frutos, definido através da relação entre os açúcares solúveis, ou seja, a doçura e a quantidade de ácidos livres presentes nas frutas.

Os açúcares solúveis presentes nas frutas associados aos ácidos orgânicos são responsáveis pela doçura e pelo *flavor*, e quando combinados adequadamente compondo os polissacarídeos estruturais também podem influenciar na textura. Através da avaliação do ratio é possível verificar o equilíbrio de açúcares existentes, uma vez que, altos valores podem indicar adequado grau de maturação (Chitarra & Chitarra, 2005) e vantagens no processamento tecnológico.

O teor médio de vitamina C para o *blend* de cacau analisado foi de 16,67mg de ácido ascórbico/100 g de polpa. Para este parâmetro a legislação brasileira vigente não estabelece valores fixos (Brasil, 2018).

Durante o processamento das polpas, redução considerável no teor de ácido ascórbico pode ocorrer, pois reações oxidativas no processo de separação da polpa e semente, como também as aplicações de tratamentos térmicos, como exemplo a pasteurização, podem influenciar na diminuição do teor de vitamina C na polpa fresca. Em pesquisa realizada para avaliação de compostos na polpa e semente de cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) foram obtidos maiores teores de ácido ascórbico (102mg/100g) em polpas frescas de cupuaçu quando comparadas as polpas comercializadas congeladas (11 mg/100g) (Pugliese et al., 2013).

Na avaliação da Atividade de água (Aw) do *blend* verificou-se valor médio de 0,97. Valores de Aw podem variar de 0 a 1 e, assim como a polpa de frutos do cacau, na maioria dos alimentos frescos a atividade de água é superior a 0,95 (Aquino et al., 2019). Moreira et al. (2020) avaliando a Aw em polpas de diferentes genótipos de cacau obtiveram valores variando de 0,94 a 0,98.

Para os sólidos totais do *blend* de cacau, verificou-se valor de 14,53g/100g em conformidade ao Regulamento Técnico que estabelece um valor mínimo de 14,50g/100g de polpa (Brasil, 2018).

O valor médio de sólidos insolúveis em água encontrado na polpa (*blend*) dos frutos do cacau foi de 0,99g/100g. Resultado esse associado à quantidade de sólidos em suspensão que permaneceu no papel filtro durante a etapa final da análise, já que, as polpas são consideradas partículas sólidas insolúveis em solução aquosa contendo sólidos solúveis, dentre eles podendo-se destacar os açúcares e os ácidos orgânicos.

Em relação ao teor de amido, observou-se valor médio de 1,82 g/100g. Ressalta-se que o teor de amido pode apresentar variações durante o processo de amadurecimento dos frutos.

Quanto ao teor de açúcares foram observados resultados médios de 11,61g/100g e 16,80g/100g para açúcares redutores e açúcares totais, respectivamente. Para o teor de açúcares totais, o Regulamento Técnico dos Padrões de Identidade e Qualidade da polpa de cacau estabelece um valor mínimo de 10g/100g (Brasil, 2018). Assim, a amostra analisada apresentou atendimento ao valor mínimo estabelecido pela legislação brasileira vigente, no entanto, para a característica açúcares redutores a legislação não apresenta um valor fixo. Ressalta-se que o teor de açúcares totais pode ser considerado uma importante vantagem tecnológica quando a matéria-prima é destinados ao processamento ou consumo *in natura*.

Para a avaliação do perfil mineral do *blend*, verificou-se a presença de macronutrientes e micronutrientes de importância na composição da alimentação humana (Tabela 4).

**Tabela 4.** Perfil mineral da polpa (*blend*) de frutos do cacau.

Perfil Mineral (mg/100g)											
Macronutrientes (mg/100g)						Micronutrientes (mg/100g)					
N	P	K	Ca	Mg	S	Fe	Zn	Cu	Mn	B	Na
1,14	7,57	128,61	L.Q.*	12,86	7,43	0,07	0,08	0,10	0,12	0,47	L.Q.*

**Fonte:** Autores.

\* L.Q.: Limite de quantificação do método.

Dentre os macronutrientes determinados, o maior valor obtido foi para potássio (128,61mg/100g) e ordem crescente nos valores de macronutrientes da seguinte forma: Ca<N<S<P<Mg<K.

Em relação aos micronutrientes determinados, verificou-se que a polpa analisada apresentou baixas concentrações, principalmente para ferro (0,07mg/100g) e zinco (0,08mg/100g) com a seguinte ordem crescente de micronutrientes determinados: Na<Fe<Zn<Cu<Mn<B.

Em pesquisa desenvolvida para avaliação de possíveis alterações na composição mineral da polpa do cacau durante a fermentação das sementes, os autores observaram que os minerais mais abundantes na polpa fresca foi cálcio, potássio e sódio com valores de 316,92mg/100g, 255,12mg/100g e 103,26mg/100g, respectivamente. Além disso, o zinco foi o mineral com menor concentração (1,04mg/100g) enquanto que o ferro e magnésio apresentaram valores apreciáveis de 4,26mg/100g e 32,52mg/100g, respectivamente (Afoakwa et al., 2013).

Os elementos inorgânicos podem ser diferenciados devido diversos fatores, dentre eles o clima, solo, cultivo, variedades, armazenamento, entre outros. O conhecimento do teor de minerais nos alimentos é considerado de grande importância, pois há uma constante necessidade de reposição mineral em uma alimentação saudável.

### 3.4 Correlação de Pearson

A partir dos dados obtidos das características avaliadas na qualidade da polpa (blend) de frutos do cacau foi possível obter os coeficientes de correlação de Pearson conforme apresentados na Tabela 5 com exceção do perfil mineral.

Assim, para efeito e interpretação dos resultados para coeficientes de correlação, pode-se considerar correlação muito forte ( $r \pm 0,91$  a  $\pm 1,00$ ), forte ( $r \pm 0,71$  a  $\pm 0,90$ ), média ( $r \pm 0,51$  a  $\pm 0,70$ ) e fraca ( $r \pm 0,31$  a  $\pm 0,50$ ) (Guerra & Oliveira, 1999).

Para as correlações de Pearson entre as características da polpa, observou-se correlação significativa e não significativa ao nível de 5% com obtenção de interação significativa para os pares ratio x teor de sólidos solúveis (SS) ( $r=0,9077$ ;  $p=0,033$ ), Atividade de água (Aw) x densidade (D) ( $r=-0,9943$ ;  $p=0,001$ ), açúcares totais (Aç. T.) x teor de sólidos solúveis (SS) ( $r=0,9088$ ;  $p=0,033$ ), açúcares totais (Aç. T) x ratio ( $r=0,9181$ ;  $p=0,028$ ), teor de amido (A) x densidade (D) ( $r=0,8998$ ;  $p=0,037$ ), teor de amido (A) x Atividade de água (Aw) ( $r=-0,9310$ ;  $p=0,022$ ) e teor de amido (A) x vitamina C (Vit. C) ( $r=0,9257$ ;  $p=0,024$ ). Resultados esses indicativos de que as variáveis avaliadas apresentaram correlação muito forte ( $r \pm 0,91$  a  $\pm 1,00$ ) e forte ( $r \pm 0,71$  a  $\pm 0,90$ ) tanto negativas, quanto positivas. Enquanto que, as demais correlações foram consideradas não significativas ao nível de 5%.

Diante do exposto, verificou-se correlação significativa e negativa de intensidade muito forte entre as coordenadas Aw e densidade da polpa ( $r=-0,9943$ ), indicativo de que quanto maior o valor de atividade de água do produto, menor será a densidade do mesmo; e correlação entre o teor de amido e Aw ( $r=-0,9310$ ), expressando que, para um maior teor de amido, menor será proporcionalmente a atividade de água.

Para a correlação entre os pares de características ratio e teor de sólidos solúveis ( $r=0,9077$ ); açúcares totais e teor de sólidos solúveis ( $r=0,9088$ ), observou-se correlação significativa positiva forte, indicativo que maior o valor de ratio analisado na amostra maior será o teor de sólidos solúveis já que, o valor de ratio é obtido através da relação entre os teores de sólidos solúveis e acidez titulável. Assim, à medida que a fruta amadurece, o valor do ratio tende a aumentar devido ao equilíbrio de ácidos orgânicos e açúcares (Castro et al., 2015).

Em concordância ao citado anteriormente, observou-se correlação significativa positiva de interação muito forte para açúcares totais e ratio ( $r=0,9181$ ), uma vez que, quanto maior a concentração de açúcares totais na amostra, maior será o valor do ratio com influência no aspecto sensorial do produto por ser um importante indicativo de flavor que favorece a disponibilidade da amostra a possíveis processamentos.

Para as características teor de amido e densidade da polpa ( $r=0,8998$ ) ocorreu correlação significativa positiva de intensidade forte, assim, maior o teor de amido na amostra, maior será a densidade.

Verificou-se correlação significativa positiva muito forte para o teor de amido e vitamina C ( $r = 0,9257$ ) ocorrendo possível aumento no teor de vitamina C à medida que a amostra apresenta alto teor de amido. Vale-se destacar que, a redução no teor de amido durante a maturação dos frutos é uma importante modificação metabólica que proporciona aumento no teor de açúcares solúveis por meio do processo de hidrólise do amido, além de ocorrer também o acúmulo de ácidos orgânicos.

**Tabela 5.** Estimativas dos coeficientes de correlação de Pearson entre as características: cor da polpa através dos parâmetros luminosidade, coordenada verde/vermelho e coordenada azul/vermelho (L\*; a\* e b\*); densidade (D); acidez total titulável (AT); sólidos solúveis (SS); potencial hidrogênio (pH); relação SS/AT (RATIO); sólidos totais (ST); sólidos insolúveis (SI); atividade de água (Aw); Vitamina C (Vit. C); açúcares totais (Aç. T.); açúcares redutores (Aç. R.) e amido (A.).

	L*	a*	b*	D.	AT	SS	pH	R	ST	SI	Aw	Vit. C	Aç. T.	Aç. R.	A.
L*	1														
a*	-0,5950	1													
b*	0,4176	0,0688	1												
D.	0,5567	-0,1572	-0,0759	1											
AT	-0,2929	-0,2295	-0,4730	-0,6903	1										
SS	0,2079	-0,7505	0,2273	-0,1761	0,0552	1									
pH	0,5672	0,1847	0,1886	0,4165	-0,1527	-0,6681	1								
R	0,3201	-0,6044	0,4107	0,1279	-0,3687	<b>0,9077</b>	-0,5553	1							
ST	-0,6230	0,8044	-0,3637	0,2214	-0,3440	-0,6716	0,0000	-0,4828	1						
SI	-0,7742	-0,0271	0,4358	-0,6845	0,0891	0,6472	-0,7459	0,5628	-0,2651	1					
Aw	-0,4709	0,1241	0,1532	<b>-0,9943</b>	0,6807	0,1889	-0,3535	-0,1117	-0,2961	0,6796	1				
Vit.C	-0,1806	0,3865	-0,4375	0,7102	-0,5536	-0,4914	0,1149	-0,2254	0,8208	-0,5608	-0,7720	1			
Aç. T.	0,2821	-0,7751	0,0356	0,2054	-0,1707	<b>0,9088</b>	-0,6103	<b>0,9181</b>	-0,4670	0,3695	-0,2103	-0,1102	1		
Aç. R.	-0,8276	0,4849	-0,7641	-0,0642	0,1506	-0,3896	-0,3691	-0,4284	0,8063	-0,1258	-0,0376	0,6214	-0,2328	1	
A.	0,1603	0,1908	-0,1730	<b>0,8998</b>	-0,7684	-0,3249	0,2240	0,0207	0,6007	-0,5626	<b>-0,9310</b>	<b>0,9257</b>	0,0733	0,2911	1

Fonte: Autores.

Nota: Os valores que apresentam correlações significativas para  $\alpha = 5\%$  estão destacados na tabela.

#### 4. Considerações Finais

A polpa (*blend*) analisada apresenta potencial de utilização para o desenvolvimento de produtos alimentícios devido sua importante composição centesimal, resultados expressivos para o teor de sólidos solúveis, ratio, açúcares totais e redutores e valor calórico relativamente baixo, podendo ser adicionada em dietas e suplementos alimentares.

Para a correlação de Pearson, os resultados mostraram a existência de correlações significativas variando de muito forte ( $r \pm 0,91$  a  $\pm 1,00$ ) a forte ( $r \pm 0,71$  a  $\pm 0,90$ ). Isso permite o uso de avaliações simples, como a correlação de Pearson para estimar possíveis correlações entre os parâmetros de qualidade da polpa de cacau comercializada na forma de *blend*.

A polpa de cacau é uma importante matéria-prima a ser direcionada aos processos tecnológicos para o desenvolvimento de produtos alimentícios e aproveitamento deste subproduto resultante do beneficiamento do cacau. Desse modo, podendo proporcionar um maior valor agregado aos derivados dos frutos do cacau, dentre eles a polpa que é uma fonte alternativa para a agricultura.

Contudo isso, torna-se de grande importância o desenvolvimento de pesquisas futuras direcionadas a utilização da polpa do cacau em processamentos tecnológicos e, posterior avaliação da aceitação dos produtos elaborados sob o ponto de vista dos consumidores, a fim de proporcionar um maior aproveitamento e aplicação dessa matéria-prima na produção de alimentos.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES/FAPESQ (FAPESQ) – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior e Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Paraíba (Brasil) pela concessão de bolsa de apoio à pesquisa; Universidade Federal da Paraíba (Brasil) e Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia *Campus* Limoeiro do Norte (Brasil) por todo suporte técnico dos laboratórios para o desenvolvimento da pesquisa.

#### Referências

- Afoakwa, EO; Kongor, JE; Takrama, JF; Budu, AS (2013). Changes in acidification, sugars and mineral composition of cocoa pulp during fermentation of pulp pre-conditioned cocoa (*Theobroma cacao*) beans. *International Food Research Journal*, 20 (03), 1215-1222.
- Afolabi, MO; Ibitoye, WO; Agbaje, AF (2015). Evaluation of Nutritional and Sensory Properties of Cocoa Pulp Beverage Supplemented with Pineapple Juice. *Journal of Food Research*, 04 (06), 58-61.
- Aquino, CM; Moreira, LF; Mendes, AHL; Santos, ML; Monte, ALS (2019). Avaliação físico-química e microbiológica de açaí (*Euterpe oleracea*) congelado pronto para o consumo comercializado em Limoeiro do Norte – Ceará. *Biota Amazônia*, 09 (03), 35-40.
- Association of Official Analytical Chemists (2005). *Official Methods of Analysis of AOAC International*. 18th ed. Gaithersburg, MD, USA: AOAC International, 2005.
- Bojacá, AFC; Muñoz, MCG; Salamanca, AMC; Rojas, GHC; Tarazona-Díaz, MP (2019). Study of the physical and chemical changes during the maturation of three cocoa clones, EET8, CCN51 and ICS60. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99 (13), 5910-5917.
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (2018). *Padrões de Identidade e Qualidade de Suco e Polpa de Fruta. Instrução Normativa nº49 de 26 de setembro de 2018*. <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/producao-vegetal/legislacao-1/biblioteca-de-normas-vinhos-e-bebidas/instrucao-normativa-no-49-de-26-de-setembro-de-2018.pdf/view>.
- Brunetto, MDR; Galignani, M; Orozo, W; Clavijo, S; Delgado, Y; Ayala, C; Zambrano, A (2020). The effect of fermentation and roasting on free amino acids profile in Criollo cocoa (*Theobroma cacao* L.) grown in Venezuela. *Brazilian Journal Food Technology*, 23 (e2019150), 1-12.
- Castro, TMN; Zamboni, PV; Dovadoni, S; Cunha Neto, A; Rodrigues, LJ (2015). Parâmetros de qualidade de polpas de frutas congeladas. *Revista Instituto Adolfo Lutz*, 74 (4), 426-436.

- Chitarra, MIF & Chitarra, AB (2005). *Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio*. 2. ed. Lavras: UFLA, 785 p.
- Febrianto, NA & Zhu, F (2020). Changes in the Composition of Methylxanthines, Polyphenols and Volatiles and Sensory Profiles of Cocoa Beans from the Sul 1 Genotype Affected by Fermentation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 68 (32), 8658-8675.
- Ferrão, AMA; Braga, LMM; Pozzer, CE (2014). *Os Perímetros Irrigados do Baixo Jaguaribe no estado do Ceará [Brasil]: uma experiência referencial de projeto territorial sustentável*. <https://journals.openedition.org/confins/9725>.
- Gazola, MB; Pegorini, D; Lima, VA; Roncatti, R; Teixeira, SD; Pereira, EA (2016). Elaboração e caracterização de bebidas à base de extrato hidrossolúvel de soja com polpa de pitanga, amora e mirtilo. *Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos*, 34 (02), 1-14.
- Guerra, NB & Olivera, AV (1999). Correlação entre o perfil sensorial e determinações físicas e químicas do abacaxi cv. 'Pérola'. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 21 (01), 32-35.
- Instituto Adolfo Lutz (2008). *Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análises de alimentos*. 4ª ed. (1ª Edição digital), 1020p.
- Lira, NR; Santos, EF; Santos, DN; Bezerra, PGF; Lima, DES (2020). Caracterização físico-química e centesimal do cupuí (*Theobroma subincanum* mart.). *Brazilian Journal of Development*, 06 (03), 15798 – 15813.
- Miller, GL (1959). Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. *Analytical Chemistry*, 31 (03), 426-428.
- Moreira, LF; Souza, PA; Costa, FB; Vieira, JN; Ribeiro, WS; Braga, RC; Sales, GNB; Vieira, NRS (2020). Physical and chemical characterization of *Theobroma cacao* pulp produced in the mesorregião do Jaguaribe, Ceará, Brazil. *Research, Society and Development*, 09 (07), 1-18.
- Neto, BAM; Carvalho, EA; Pontes, KV; Barretto, WS; Sacramento, CK (2013). Chemical, physico-chemical and sensory characterization of mixed açai (*Euterpe oleracea*) and cocoa's honey (*Theobroma cacao* L.) jellies. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 35 (02), 587-593.
- Pereira AS; Shitsuka, DM; Parreira, FJ; Shitsuka, R (2018). *Metodologia da pesquisa científica*. [e-book]. [https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/15824/Lic\\_Computacao\\_Metodologia-Pesquisa-Cientifica.pdf?sequence=1](https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/15824/Lic_Computacao_Metodologia-Pesquisa-Cientifica.pdf?sequence=1).
- Pereira, MC; Steffens, RS; Jablonski, A; Hertz, PF; Rios, AO; Vizzoto, M; Flôres, SH (2012). Characterization and Antioxidant Potential os Brazilian Fruits from the Myrtaceae Family. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60 (12), 3061-3067.
- Pérez-Mora, W; Jorin-Novo, JV; Melgarejo, LM (2018). Substantial equivalence analysis in fruits from three *Theobroma* species through chemical composition and protein profiling. *Food Chemistry*, 240 (01), 496-504.
- Pugliese, AG; Tomas-Barberan, FA; Truchado, P; Genovese, MI (2013). Flavonoids, Proanthocyanidins, Vitamin C, and Antioxidant Activity of *Theobroma grandiflorum* (Cupuassu) Pulp and Seeds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61 (11), 2720-2728.
- Rinaldi, MM; Costa, AM (2021). Vida útil de polpa de frutos de *Passiflora cincinnata* CV. BRS Sertão forte congelada. *Agrotrópica*, 33 (2), 131-142.
- Ruesgas-Ramón, M; Suárez-Quiroz, ML; González-Ríos, O; Baréa, B; Cazals, G; Figueroa-Espinoza, MC; Durand, E (2020). Biomolecules extraction from coffee and cocoa by-and co-products using deep eutectic solvents. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 100 (1), 81-91.
- Santos, CO; Bispo, ES; Santana, LRR; Carvalho, RDS (2014). Use of "cocoa honey" (*Theobroma cacao* L.) for diet jelly preparation: an alternative technology. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 36 (03), 640-648.
- Silva Filho, ED (2012). *Obtenção e avaliação da qualidade da polpa da manga cv. Haden em pó, pelo método secagem em camada de espuma*. 249p. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.
- Souza, PA; Moreira, LF.; Sarmiento, DHA; da Costa, F. B. Cacau - *Theobroma cacao*. In: Rodrigues, S; Silva, EO; BRITO, ES. (Org). *Frutas exóticas*. (2018). Fortaleza – CE: Elsevier, p. 69-76.
- Sousa, YA; Borges, MA; Viana, AFS; Dias, AL; Sousa, JJV; Silva, BA; Silva, SKR; Aguiar, FS (2020). Avaliação físico-química e microbiológica de polpas de frutas congeladas comercializadas em Santarém – PA. *Brazilian Journal of Food Technology*, 23 (e2018085), 1-10.
- Yemn, EW & Willis, AJ (1954). The estimation of carbohydrate in plat extracts by anthrone. *Biochemical Journal*, 57 (03), 508-515.

**4.2 Artigo 2:**

Effect of juá inner bark on drying of cocoa pulp (*Theobroma cacao* L.)

by foam-mat drying

(Food Science and Technology International - **SUBMETIDO**)

**Effect of juá inner bark on drying of cocoa pulp (*Theobroma cacao* L.) by foam-mat drying**

Raimunda Valdenice da Silva Freitas<sup>1\*</sup>, Flávio Luiz Honorato da Silva<sup>1</sup>, Josilene de Assis Calvacante<sup>1</sup>, Iasmyn Irenny de Souza Costa<sup>1</sup>, Diógenes Henrique Abrantes Sarmiento<sup>2</sup>,  
Tatyana Patrício de Albuquerque Coutinho<sup>1</sup>

<sup>(1)</sup> Federal University of Paraíba, Campus I - Loteamento Cidade Universitária, 58051-900, João Pessoa, PB, Brazil. E-mail: valdenice2006@yahoo.com.br, flavioluizh@yahoo.com.br, josy\_cavalcante@yahoo.com.br, iasmynsouzacosta@hotmail.com, tatypatricicoutinho@gmail.com

<sup>(2)</sup> UNIVALE - União dos Agribusiness in Vale do Jaguaribe, Travessa Vicente Veloso, 491, 62900-000, Russas, CE, Brazil. E-mail: dabrantes01@yahoo.com.br

\* Corresponding author: Federal University of Paraíba, Campus I - Loteamento Cidade Universitária, 58051-900, João Pessoa, PB, Brazil. E-mail: valdenice2006@yahoo.com.br, telephone: +55 88 99767-9278.

## Abstract

The present work aimed to evaluate the effect of juá inner bark on the drying of cocoa pulp (*Theobroma cacao* L.) by foam-mat drying. The analyzed sample was the cocoa *blend* obtained by mixing the pulps of CCN51 and CEPEC 2005 genotypes. The experiments were carried out in a 2<sup>3</sup> complete factorial design + 3 central points, totaling 11 experiments, with the following independent variables: foaming agent concentration (3, 4 and 5%); stirring time (4, 5 and 6 minutes) and drying temperature (50, 60 and 70°C). The experiment carried out under conditions of maximum foaming agent concentration – juá inner bark powder (5%), stirring time (6 minutes) and minimum drying temperature (50°C) provided foam with better stability, while experiment under maximum drying conditions (5% of foaming agent, 6 minutes and 70°C) showed shorter drying time (180 minutes), favorable to processing. The powders obtained showed average theoretical yield of 19.49% and water activity below 0.4. Juá inner bark presented important function as foaming agent for cocoa pulp, providing the formation of aerated foams and obtaining powders with favorable theoretical yield.

## Keywords

*Blend*, foaming agent, stability, yield, *Theobroma cacao* L.

## INTRODUCTION

Cacao tree (*Theobroma cacao* L.) is an important commercial crop with intense economic significance worldwide, originating from Central and South America and belonging to class *Magnoliopsida*, order *Malvales*, family *Malvaceae*, genus *Theobroma* and species *Cacao* (Souza et al., 2018; Kongor et al., 2016; Afoakwa et al., 2011).

Cocoa is considered the main fruit of the genus *Theobroma* due to the great importance of seeds for the production of chocolate (Kongor et al., 2016). However, during fruit processing, some by-products are generated, including bark and pulp, which constitute two thirds of the fruit weight, resulting in problems of disposal and exploitation of the discarded material (Lee et al., 2020).

Specific pulp characteristics, such as the high moisture percentage associated with accelerated enzymatic activity, can increase the perishability of these products, making their storage, distribution and transport difficult. Thus, dehydration processes to obtain powdered products can increase stability by significantly reducing water activity and, consequently, minimizing physical, chemical and microbiological changes during storage (Franco et al., 2015).

One of the processes most used for conservation and extension of shelf life of plant products is the drying process. Among current drying methods, the foam-mat drying method stands out, considered a simple and low-cost process that uses foaming agents and/or stabilizers to produce a stable foam. This method uses low temperatures and shorter dehydration time due to greater contact area exposed to air with faster removal of water from the product, thus obtaining a porous and easily rehydrated product (Silva Filho et al., 2016; Hardy and Jideani, 2015).

Many foods may naturally contain soluble proteins and/or monoglycerides that facilitate the production of foams when submitted to agitation. However, when produced, they may present unsatisfactory characteristics for drying. Therefore, the addition of foaming and stabilizing agents becomes necessary (Sankat and Castaigne, 2004).

Several studies have been developed using the foam-mat drying process for fruits and vegetables with different foaming/stabilizing agents, highlighting sugarcane juice using combinations of Emustab<sup>®</sup>, Superliga neutra<sup>®</sup> additives and calcium carbonate at temperatures of 50, 60 and 70°C (Marques, Arruda e Silva, 2016); papaya pulp using egg white (5-20%), xanthan gum (0-0.5%) and different stirring times (5-20 minutes) (El-Salam; Ali and Hammad, 2021); pineapple juice with mint through the use of Superliga neutra<sup>®</sup> and Emustab<sup>®</sup> additives under 15-minute stirring time with drying temperatures of 60, 70 and 80°C (Gonzaga et al., 2021); red sorghum extract through encapsulation with gum arabic, whey and xanthan gum (Susanti et al., 2021), among others.

However, in addition to commercial foaming/stabilizing agents, natural products can also present favorable characteristics for the formation of foams for drying, among them products from juá plant (*Ziziphus joazeiro* Mart.) such as juá inner bark powder.

Moreira et al. (2021) evaluated juá inner bark powder by foam-mat drying and pointed out that the product obtained showed characteristics that make it a good foaming agent, since it has saponins, which can provide the formation of stable foams without the need for the addition of commercial foaming agents.

In view of the above, this study aimed to evaluate the effect of juá inner bark on the drying of cocoa pulp (*Theobroma cacao* L.) by foam-mat drying.

## **MATERIAL AND METHODS**

### **Raw material**

Cocoa fruit pulps of CCN51 and CEPEC 2005 genotypes, commercially called *blend*, obtained by mixing CCN51 and CEPEC 2005 genotypes in the proportions of 70% and 30%,

respectively, were analyzed.

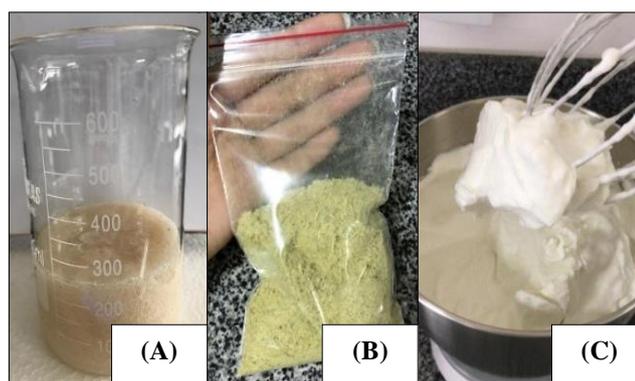
Pulps (*blends*) analyzed came from the pulping process of fruits grown in Baixo Jaguaribe – CE, in the Observation and Demonstration Units of a farm located in Lot 7 of the “Tabuleiro de Russas” Irrigated Perimeter in the Municipality of Russas - CE, Brazil, at coordinates 04°56 '25”S, 37°58'33”W and altitude of 20 m a.s.l.

The research was developed at the Laboratory of Thermodynamics, Department of Chemical Engineering, Federal University of Paraíba – PB, Brazil.

### Production of foams

For the production of foams, juá inner bark powder (*Ziziphus joazeiro* Mart.) was used as foaming agent (Negreiros et al., 2017).

The cocoa pulp and the juá inner bark powder were stirred and processed in an Arno Planetária Deluxe SX80 mixer at maximum and constant speed set for the production of foams (Figure 1A, B, C).



**Figure 1.** Cocoa pulp (A); Juá inner bark powder (B); Cocoa pulp foam (C).

### Complete Factorial Experimental Design

Drying cocoa pulp (*blend*) by the foam-mat drying method was carried out according to a complete 23 factorial experimental design with 3 replicates at the central point in a total of 11 experiments (Rodrigues and Iemma, 2005).

The independent variables analyzed in the process were defined as: foaming agent concentration - juá inner bark powder; stirring time and drying temperature, while dependent variables were: foam stability, water activity ( $A_w$ ) of powders obtained, theoretical yield and drying time.

Tables 1 and 2 present the coded and real values of independent variables and the complete factorial experimental design matrix, respectively.

**Table 1.** Coded and real values of independent variables evaluated in the drying of cocoa pulp.

Independent variables	Levels		
	-1	0	1
C <sub>juá</sub> (%)	3	4	5
t <sub>ag</sub> (min)	4	5	6
T (°C)	50	60	70

C<sub>juá</sub> = Foaming agent concentration– Juá inner bark powder;

t<sub>ag</sub> = Stirring time;

T = Drying temperature.

**Table 2.** 2<sup>3</sup> factorial design matrix + 3 central points for drying cocoa pulp.

Experiment	Independent variables		
	C <sub>juá</sub> (%)	t <sub>ag</sub> (min)	T (°C)
1	-1 (3)	-1 (4)	-1 (50)
2	+1 (5)	-1 (4)	-1 (50)
3	-1(3)	+1 (6)	-1 (50)
4	+1(5)	+1 (6)	-1 (50)
5	-1 (3)	-1 (4)	+1 (70)
6	+1 (5)	-1 (4)	+1 (70)
7	-1(3)	+1 (6)	+1 (70)
8	+1(5)	+1 (6)	+1 (70)
9	0 (4)	0 (5)	0 (60)
10	0 (4)	0 (5)	0 (60)
11	0 (4)	0 (5)	0 (60)

C<sub>juá</sub> = Foaming agent concentration– Juá inner bark powder;

t<sub>ag</sub> = Stirring time;

T = Drying temperature.

## Characterization of foams

### Stability

The stability of foams was determined according to technique described by Karim and Wai (1999) in which the drained volume of 20 g of foam was determined at every 10-minute interval, during a period of 90 minutes, maintaining the drying temperatures of experiments (50°C, 60°C and 70°C). The procedure was performed in triplicate for each experiment.

### **Density**

Foam density was determined by the ratio of mass and volume occupied by it at room temperature ( $25 \pm 1^\circ\text{C}$ ) (Araújo et al., 2017, Brock et al., 2008) with results obtained according to Equation 1.

$$\rho = m / V \quad (1)$$

Where:

$\rho$  - sample density (specific mass) ( $\text{kg}/\text{m}^3$ );

$m$  - product mass (kg);

$V$  - beaker volume (mL).

### **Volumetric expansion**

With data obtained from the specific mass of pulp and foam, the volumetric expansion percentage of foams was determined (Equation 2) (Feitosa et al., 2017).

$$\text{Expansão (\%)} = ((1/\rho_{\text{foam}} - 1/\rho_{\text{pulp}})/(1/\rho_{\text{pulp}})) \cdot 100\% \quad (2)$$

Where:

$\rho_{\text{pulp}}$  - cocoa fruit pulp density (specific mass) ( $\text{kg}/\text{m}^3$ );

$\rho_{\text{foam}}$  - foam density (specific mass) ( $\text{kg}/\text{m}^3$ ).

### **Air incorporation capacity (*Over run*)**

To determine the air incorporation capacity (*Over run*), the pulp volume was evaluated before and after being submitted to rigorous stirring for foam formation. To calculate the air incorporation percentage, Equation 3 was used.

$$\text{Over run (\%)} = (V_{\text{foam}} - V_{\text{pulp}})/V_{\text{pulp}} \cdot 100\% \quad (3)$$

Where:

$V_{\text{foam}}$  - volume after stirring (mL);

$V_{\text{pulp}}$  - initial pulp volume (mL).

### **Drying of cocoa pulp by foam-mat drying**

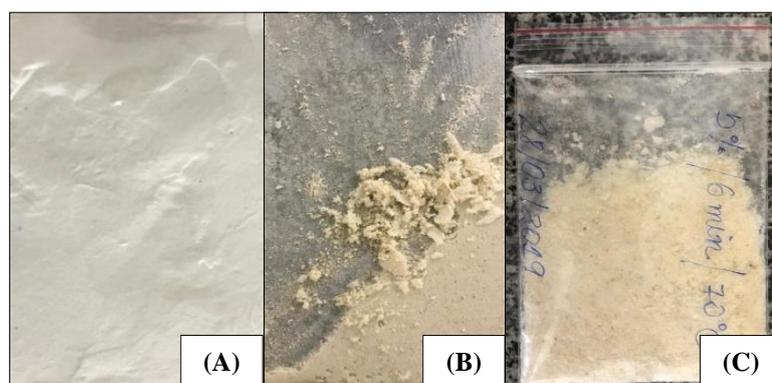
The foam was spread on an aluminum tray with fixed foam layer thickness of 0.5 cm, a

value determined through preliminary tests with the aid of a glass tray mold with fixed thickness (Figure 2A).

The tray with the foam was weighed on a Shimadzu semi-analytical scale model ATY224, and placed in an oven with air circulation and renewal, model Lucadema 82/480 at the desired temperature, following the experimental design matrix.

To analyze the drying time, weighing was carried out with time intervals of 10, 15, 20, 30 and 60 minutes until there was no more variation in the mass of the system and the weight remained constant at the drying air temperature.

The dehydrated product was removed from the tray with the aid of a spatula (Figure 2B), packed in polyethylene plastic bags with hermetic closure (zip lock<sup>®</sup>), identified and stored in airtight container with silica gel (Figure 2C).



**Figure 2.** Cocoa pulp foam in tray (A); Dehydrated product (B) Powdered product packed in polyethylene plastic bags (C).

## Characterization of powders

### Theoretical drying yield

For theoretical yield analysis, the ratio between the powder mass obtained after drying and the foam mass before drying was calculated, according to Equation 4.

$$\text{Yield (\%)} = (m_{\text{powder}}/m_{\text{foam}}) \times 100 \quad (4)$$

Where:

$m_{\text{powder}}$  - powder mass (g);

$m_{\text{foam}}$  - foam mass (g).

### Powder water activity

The water activity was determined by weighing 0.5 g of the powder material from each experiment and then reading directly using Novasina LabMaster-aw water activity meter at temperature of 30°C. The procedure was performed in triplicate for each experiment.

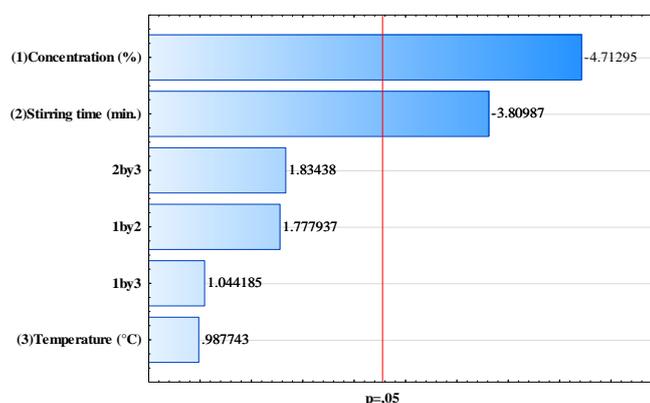
### Statistical analysis

For the statistical analysis of results, the Statistica<sup>®</sup>7.0 software was used to calculate the main effects and interactions of independent variables (foaming agent concentration, stirring time and drying temperature) on the dependent variables (foam stability, powder water activity, theoretical yield and drying time) and determination of significant effects.

## RESULTS AND DISCUSSION

### Foam stability

For the stability analysis, it was observed that there was significant interaction ( $p < 0.05$ ) for variables foaming agent concentration (juá inner bark powder) and stirring time, as shown in Figure 3.

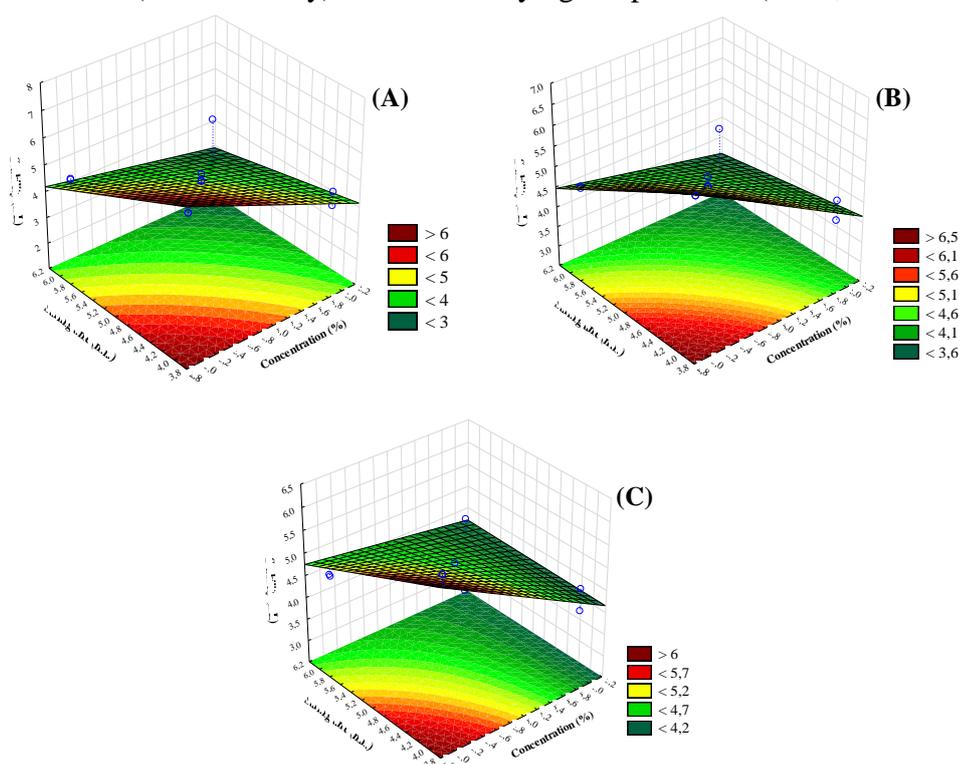


**Figure 3.** Pareto diagram for the stability of cocoa pulp foams.

According to Figure 3, it was verified that of independent variables evaluated, the foaming agent concentration and the stirring time interacted significantly in a 95% confidence interval in the foam stability. The results obtained for interactions showed negative signs (-4.71295 and -3.80987) indicating that higher foaming agent concentration and stirring time, the lower drained volume during the analysis period (90 minutes) and, consequently, the high foam stability.

The use of higher foaming agent concentrations favors foam formation due to the presence of saponins (Moreira et al., 2021). Thus, it can provide high foaming power to the mixture, consequently, making foam with more aerated and stable characteristics during processing at different drying temperatures (60, 70 and 80°C).

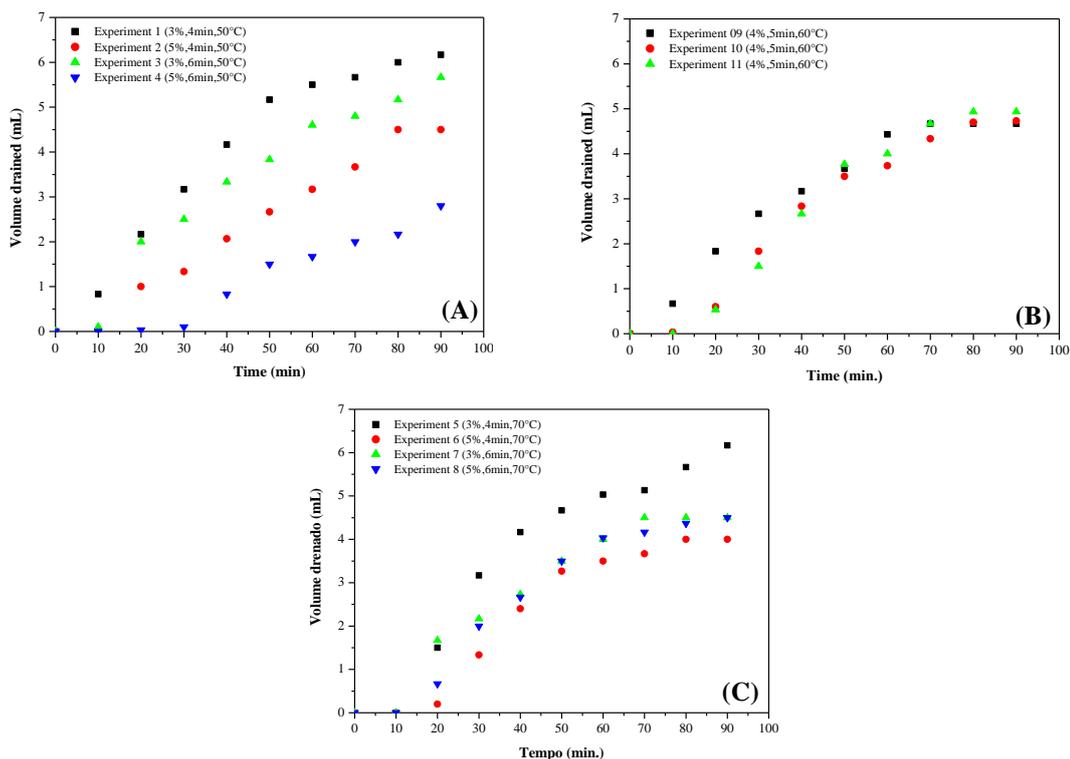
Figure 4 (A, B, C) shows the response surface of independent variables in relation to dependent variable (foam stability) at different drying temperatures (50°C, 60°C and 70°C).



**Figure 4.** Response surface for variable foam stability at drying temperatures of 50°C (A), 60°C (B) and 70°C (C).

The results demonstrate that drying temperatures do not have direct and significant effect on stability of foams obtained, even though submitted to different temperatures, foams showed similar behavior.

Figure 5 (A, B, C) shows curves for volumes drained from cocoa pulp foams with “juá inner bark powder” foaming agent as a function of the analysis time (90 minutes) for the different experimental conditions (Table 2).



**Figure 5.** Stability of cocoa pulp foams for drying temperatures of 50°C (A), 60°C (B) and 70°C (C).

It was found that over the analysis time (90 minutes), the conditions that formed less stable foams were those of experiments with foaming agent concentration equal to 3%, due to the greater volume drained at the end of the analysis period. It is worth mentioning that foam stability corresponds to the inverse of the drained volume, so the greater the drained volume, the more unstable the foam.

Regarding experiments carried out, the change in drying temperature did not significantly affect the final value of drained liquid, so that there was no effect of temperature on the minimum factorial conditions ( $C = 3\%$  and  $t_{ag} = 4$  min). However, under maximum factorial conditions ( $C = 5\%$  and  $t_{ag} = 6$  min), the foam obtained showed better stability at lower temperature (50 °C) with drained volume loss of 2.8 mL.

Given the above, the emulsion stability is one of the most important physical attributes in the evaluation of foam quality (Muthukumaran, Ratti and Raghavan, 2008), although this characteristic can be directly influenced by the agents used in the stirring process and time for foam formation.

### Density, volumetric expansion and air incorporation capacity

Table 3 shows density values, volumetric expansion percentage and air incorporation capacity of foams obtained for different foaming agent concentrations and stirring time conditions.

**Table 3.** Density, volumetric expansion and air incorporation values of cocoa pulp foams.

Experimental conditions	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Volumetric expansion (%)	Air incorporation (%)
Pulp	0.9048	-	-
C <sub>juá</sub> =3% and t <sub>ag</sub> =4 min	0.1424	535.39	500.00
C <sub>juá</sub> =3% and t <sub>ag</sub> =6 min	0.1418	538.08	500.00
C <sub>juá</sub> =5% and t <sub>ag</sub> =4 min	0.1217	643.47	660.00
C <sub>juá</sub> =5% and t <sub>ag</sub> =6 min	0.1393	549.53	820.00
C <sub>juá</sub> =4% and t <sub>ag</sub> =5 min	0.1405	543.99	733.33

C<sub>juá</sub> = Foaming agent concentration – Juá inner bark powder;

t<sub>ag</sub> = Stirring time.

According to Table 3, it was observed that the foam obtained with foaming agent concentration equal to 5% and stirring time of 4 minutes had lower density value (0.1217g/cm<sup>3</sup>), while for foam formed with lower foaming agent concentration (3%) and same stirring time (4 min), the density obtained showed higher result (0.1418 g/cm<sup>3</sup>). Thus, the increase in the foaming agent concentration possibly influences the decrease in the foam density in the same stirring time.

Azizpour et al. (2013) reported that lower density values are desirable during processing because they can facilitate and accelerate the diffusion of water through the foam, reducing the drying time for the material under analysis.

Associated with result obtained for density, it was found that for the volumetric expansion analysis, the foam with the lowest density reached the highest expansion (634.47%), as a result of greater air incorporation and retention. On the other hand, the lower foaming agent concentration (3%) reduced the volumetric expansion in the same stirring time (4 minutes) (Table 3).

Moreira et al. (2021) evaluated the density of foams with juá inner bark (*Ziziphus joazeiro* Mart.) and observed higher volumetric expansion values for lower density values.

It should be noted that the foaming power of the juá inner bark used in the present study can be attributed to the constituents of the juá tree, namely: betulinic acid, oleamolic acid, starch, phosphoric anhydride, caffeine, cellulose, carbohydrates, calcium oxide, protein, mineral salts, vitamin C and saponin (Dantas et al., 2014).

For the air incorporation capacity of foams, which refers to the volume of air introduced in a solution, it was observed that foam under maximum conditions ( $C_{\text{juá}}=5\%$  and  $t_{\text{ag}}=6$  min) presented the highest value (820%). On the other hand, experiments using lower foaming agent concentration (juá inner bark powder) ( $C_{\text{juá}}=3\%$  and  $t_{\text{ag}}=4$  min;  $C_{\text{juá}}=3\%$  and  $t_{\text{ag}}=6$  min) showed lower value in both (500%) (Table 3).

Although juá inner bark presents characteristic signs related to the presence of saponins, after the drying process of the material at temperatures above  $40^{\circ}\text{C}$ , it is not possible to identify their presence due to the characteristic of sensitivity to high temperatures, making the risk of degradation greater (Moreira et al., 2021).

In the present study, temperatures of  $50$ ,  $60$  and  $70^{\circ}\text{C}$  were used for the cocoa pulp foam-mat drying process, which could possibly influence the degradation of saponins present in the final product (powder).

### Cocoa pulp drying and drying time

Through preliminary tests, it was found that fresh cocoa pulp does not have foaming characteristics and did not favorably react to foam formation with foaming agents and commercial stabilizers.

Thus, tests were carried out using juá inner bark powder as foaming agent. It was observed that it favored processing because it provided aerated foams and characteristics that facilitated the dehydration step with subsequent production of brittle powders, without strong odor and with color similar to fresh pulp (Figure 6).



**Figure 6.** Cocoa pulp powder obtained by the foam-mat drying process.

Table 4 shows the final drying time of the material, which varied from 180 to 360 minutes and the theoretical drying yield (17.96% to 23.90%), according to the analyzed experimental conditions (Table 4).

**Table 4.** Theoretical drying yield and drying time values of cocoa pulp.

Experiment number	Dependent variables	
	RT (%)	t <sub>f</sub> (min)
1	19.75	360
2	19.85	330
3	18.53	260
4	19.75	220
5	17.96	300
6	19.92	220
7	18.36	250
8	19.08	180
9	19.25	210
10	18.08	200
11	23.90	230

RT = Theoretical drying yield (%);

t<sub>f</sub> = Final drying time (minutes).

The highest yield obtained was 23.90% for experiment 11 (C = 4%; t<sub>ag</sub> = 5 min; T = 60°C) and the lowest was 17.96% for experiment 5 (C = 3%; t<sub>ag</sub> = 4 min; T = 70°C), thus, providing greater yield of the dehydrated material under the conditions of higher foaming agent concentration (juá inner bark powder).

Among experiments, the shortest drying time was verified for experiment referring to the maximum point (C = 5%, t<sub>ag</sub> = 6min T = 70°C) with final drying time of 180 minutes, while the longest drying time was for experiment under minimum conditions (C = 3%, t<sub>ag</sub> = 4 min, T = 50°C) of the planning (360 minutes).

The evaluation of the drying time to obtain powder products is considered a point of great importance, since the shorter the time required for drying the material, the more favorable the processing.

Thus, it was verified that higher foaming agent concentrations provided the formation of foam with aerated structures and greater air incorporation and when submitted to maximum drying temperature of 70°C, the process occurred more quickly (180 minutes) when compared to the same conditions; however, at temperature of 50°C (220 minutes).

Souza et al. (2021) found that drying times of 600, 360 and 240 minutes were required for the drying of umbu pulp per foam layer at temperatures of 60, 70 and 80°C, respectively. Pê et al. (2016) obtained drying time per foam layer of persimmon pulp of 120 minutes so that the evaluated formulations reached equilibrium in terms of water content in the processing.

The foam-mat drying process is a simple and efficient technique that requires lower temperatures and drying time when compared to other methods due to the greater surface area exposed to heated air, thus accelerating the process of removing water and obtaining a porous and easy-to-rehydrate product (Rajkumar et al., 2007).

In the current literature, studies make use of commercial foaming agents and stabilizers; however, the use of juá inner bark powder as foaming agent is an innovative alternative and still lacking literature bases when directed to food products.

### Water activity

Table 5 shows water activity data ( $A_w$ ) of powders obtained in the cocoa pulp drying process.

**Table 5.** Water activity values of cocoa pulp powders.

Experiment number	Dependent variable
	$A_w$
1	0.39±0.004
2	0.27±0.005
3	0.27±0.002
4	0.27±0.004
5	0.27±0.002
6	0.24±0.009
7	0.29±0.003

8	0.27±0.038
9	0.26±0.019
10	0.26±0.018
11	0.25±0.000

---

Aw = Water activity.

It was found that samples presented results ranging from 0.24 for experiment 6 (C = 5%;  $t_{ag} = 4$  min; T = 70°C) to 0.39 for experiment 1 (C = 3%;  $t_{ag} = 4$  min; T = 50°C).

According to Ordóñez (2005), water activity (Aw) is important for foods due to its influence on the shelf life of products. Thus, high Aw may be indicative of the existence of more free water for biochemical reactions and, consequently, reduced shelf life.

The values presented in Table 5 show that powders obtained are in adequate conditions for storage and conservation, since food products with Aw lower than 0.6 are considered microbiologically stable and the occurrence of deterioration is induced by chemical reactions and not by microorganisms (Quek, Chok and Swedlund, 2007).

Gomes, Almeida and Oliveira (2017) evaluated the drying of acerola pulp by foam-mat drying and found that the Aw of powders showed mean values of 0.33; 0.31 and 0.27 at drying temperatures of 60, 70 and 80°C, respectively.

No significant interactions ( $p < 0.05$ ) were observed for independent variables analyzed and dependent variables Aw of powders, theoretical yield and drying time.

## CONCLUSIONS

Juá inner bark presented important function as foaming agent for cocoa pulp, providing the formation of aerated foams with good stability under conditions of higher concentration (5%), stirring time (6 min) and lower drying temperature (50 °C), although the temperatures evaluated (50, 60 and 70°C) did not have a direct and significant influence on foam stability.

In addition, the powdered product obtained showed favorable theoretical yield (17.96 to 23.90%), low drying time (180 to 360 minutes) and Aw below 0.4.

Thus, the drying of cocoa pulp by foam-mat drying was presented as a good alternative to obtain its powder form, in addition to the use of this by-product from the processing of cocoa fruits.

## ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank the Federal University of Paraíba (Brazil) for all the technical support provided by professionals and laboratories for the development of this research.

## DECLARATION OF CONFLICTING INTERESTS

The authors declare that there is no conflict of interest.

## FINANCING

The authors would like to thank the support from CAPES/FAPESQ (FAPESQ) – Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel and Research Support Foundation of the state of Paraíba, Brazil (process number 88887.272220/2018-00) for the granting of scholarships.

## REFERENCES

- Afoakwa EO, Quao J, Takrama J, Budu AS and Saalia FK (2011) Chemical composition and physical quality characteristics of Ghanaian cocoa beans as affected by Pulp pre-conditioning and fermentation. *Journal of Food Science and Technology* 50(6): 1097-1105.
- Araújo CS, Macedo LL, Vimercati WC, Saraiva SH, Oliveira NA and Teixeira LJQ (2017) Cinética de secagem de acerola em leito de espuma e ajuste de modelos matemáticos. *Brazilian Journal Food Technology*, 20(1): 1-9.
- Azizpour M, Mohebbi M, Khodaparast MHH and Varidi M (2013) *Foam-mat drying of shrimp: characterization and drying kinetics of foam. Agricultural Engineering International: CIGR Journal* 15(3): 159-165.
- Brock J, Nogueira MR, Zakrzewski C, Corazza FC, Corazza ML and Oliveira JV (2008) Determinação experimental da viscosidade e condutividade térmica de óleos vegetais. *Ciência e Tecnologia de Alimentos* 28(3): 564-570.
- Dantas FCP, Tavares MLR, Targino MS, Costa AP (2014) *Ziziphus joazeiro* Mart. – *Rhamnaceae*: características biogeoquímicas e importância no bioma Caatinga. *Revista Principia* 1(25): 51-57.
- El-Salam EAEA, Ali AM and Hammad KS (2021) Foaming process optimization, drying kinetics and quality of foam mat dried papaya pulp. *Journal of Food Science and Technology* 58(4): 1449-1461.

- Feitosa RM, Figueirêdo RMF, Queiroz AJM, Lima FCS and Oliveira ENA (2017) Drying and characterization of myrtle pulp. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental* 21(12): 858-864.
- Franco TS, Perussello CA, Ellendersen LN and Masson ML (2015) Effect of process parameters on foam mat drying Kinetics of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) and Thin-layer drying modeling of experimental data. *Journal of Food Process Engineering* 40(1): 1-10.
- Gonzaga BBN, Coelho BES, SouzaKSM, Araújo SG, Duarte VM and Silva LFM (2021) Production and quality of pineapple juice with mint power by foam-mat drying. *Comunicata Scientiae Horticultural Journal* 12 (1): 1-7.
- Hardy Z and Jideani VA (2015) *Foam-mat Drying Technology: A Review*. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 57(12): 2560-2572.
- Karim AA and Wai CC (1999) *Foam-mat drying* of starfruit (*Averrhoa carambola* L.) purée. Stability and air drying characteristics. *Food Chemistry* 64(3): 337-343.
- Kongor JE, Hinneh M, Walle DV, Afoakwa EO, Boeckx P and Dewettinck K (2016) Factors influencing quality variation in cocoa (*Theobroma cacao*) bean flavour profile — A review. *Food Research International* 82(1): 44-52.
- Lee CL, Chang CC, Kuo HW and Cheng W (2020) Pectin of cacao pod husk, an efficient immunostimulant for white shrimp, *Litopenaeus vannamei*. *Fish & Shellfish Immunology* 107(1): 357-366.
- Marques GMR, Arruda RS and SILVA AAL (2016) Secagem de caldo de cana em leito de espuma e caracterização físico-química do produto. *Brazilian Journal of Food Research* 7(2): 16-29.
- Moreira MF, Cavalcante JÁ, Costa NA and Silva MFR (2021) Obtaining the powder of the bark from *Ziziphus Joazeiro* Mart. by foam-mat drying. *Research, Society and Development* 10(12): 1-15.
- Muthukumaran A, Ratti C and Raghavan VGS (2008) Foam-mat freeze drying of egg white and mathematical modeling. Part I: Optimization of egg white foam stability. *Drying Technology* 26(4): 508-512.
- Negreiros JKS, Cavalcante JÁ, Bonfim KS, Vasconcelos LFS, Moreira MF, Costa NA, Silva PB and Pereira TS (2017) Obtenção do pó do juá (*Ziziphus joazeiro*) através da secagem em camada de espuma. *Pedido de Depósito de Patente*, BR 1020170233448, Universidade Federal da Paraíba.
- Ordóñez Pereda JÁ (2005) *Tecnologia de alimentos – volume 1 – Componentes dos alimentos e processos*. Porto Alegre: Artmed.

- Pê PR, Carneiro GG, Pê FR, Castro DS, Silva DRS and Marques LF (2016) Secagem de polpa de caqui pelo método de camada de espuma. *Holos* 4(32): 77-85.
- Quek SY, Chok NK and Swedlund P (2007) The physicochemical properties of spray-dried watermelon powder. *Chemical Engineering and Processing* 46(5): 386-392.
- Rajkumar P, Kailappan R, Viswanathan R and Raghavan GSV (2007) Drying characteristic of foamed Alphonso mango pulp in a continuous type foam mat dryer. *Journal of Food Engineering* 79(4): 1452-1459.
- Rodrigues MI and Iemma AF (2005) *Planejamento de Experimentos e Otimização de Processos – Uma Estratégia Sequencial de Planejamentos*. Campinas: Casa do Pão Editora.
- Sankat CK and Castaigne F (2004) Foaming and drying behaviour of ripe bananas. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 37(5): 517-525.
- Silva Filho ED, Figueiredo RMF, Queiroz AJM and Guimaraes MKA (2016) Cinética de secagem em camada de espuma da polpa da manga cv. Haden. *Comunicata Scientiae* 7(3): 354-361.
- Souza LMR, Canuto MFCS, Silva DRS, Farias FPM and Santos FS (2021) Secagem da polpa do umbu (*Spondias tuberosa*) em camada de espuma. *Research, Society and Development* 10(11): 1-12.
- Souza PA, Moreira LF, Sarmento DHA and Costa FB (2018) Exotic Fruits Reference Guide. In: Rodrigues S, Silva EO and Brito ES (eds) *Cacau - Theobroma cacao*. Elsevier: Academic Press, pp. 69-76, 2018.
- Susanti DY, Sediawan WB, Fahrurrozi M and Hidayat M (2021) *Foam-mat drying* in the encapsulation of red sorghum extract: Effects of xanthan gum addition on foam properties and drying kinetics. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 20(4): 270-279.

**4.3 Artigo 3:**

Efeito de processos de secagem nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos.

**Efeito de processos de secagem nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos**

Raimunda Valdenice da Silva Freitas<sup>a\*</sup>, Flávio Luiz Honorato da Silva<sup>a</sup>, Josilene de Assis Calvacante<sup>b</sup>, Diógenes Henrique Abrantes Sarmiento<sup>c</sup>

*<sup>a</sup>Universidade Federal da Paraíba, Campus I - Loteamento Cidade Universitária, Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, 58051-900, João Pessoa, PB, Brasil, valdenice2006@yahoo.com.br, flavioluizh@yahoo.com.br*

*<sup>b</sup>Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba, Paraíba, Brasil, iasmynsouzacosta@hotmail.com, josy\_cavalcante@yahoo.com.br*

*<sup>c</sup>UNIVALE - Sindicato do Agronegócio do Vale do Jaguaribe, TR. Vicente Veloso, 491, Centro, Russas, CE, Brasil. E-mail: dabrantes01@yahoo.com.br*

\* Autor correspondente:

Endereço: Universidade Federal da Paraíba, *Campus I - Loteamento Cidade Universitária*, 58051-900, João Pessoa, PB, Brazil. Tel.: +55 88 99767-9278.

Endereço de E-mail: [valdenice2006@yahoo.com.br](mailto:valdenice2006@yahoo.com.br)

## RESUMO

A presente pesquisa foi realizada com o objetivo de estudar o efeito de processos de secagem (liofilização e camada de espuma) nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos. Os resultados experimentais expressam que o processo de liofilização da polpa *in natura* proporcionou um aumento no teor de acidez titulável do produto desidratado (2,63g/100g), no entanto, os pós obtidos por liofilização e secagem por camada de espuma não apresentaram diferenças significativas nos valores de pH. As amostras em pó apresentaram resultados satisfatórios para atividade de água com valores variando de 0,09 a 0,16. Quanto as propriedades tecnológicas, ressalta-se que as amostras adicionadas de prebióticos e agente carreador de secagem (T3 e T4) apresentaram resultados satisfatórios para densidade aparente (0,296 e 0,262 g/mL), densidade compactada (0,330 e 0,273 g/mL) e densidade absoluta (1,266 e 0,1230 g/mL). A análise de microestruturas indicou partículas com variações no tamanho e formato, aspecto poroso e pontiagudo. A secagem em camada de espuma é uma alternativa importante para obtenção da polpa do cacau em pó quando comparada a liofilização que apresenta custos relativamente mais elevados e maior tempo de secagem.

**Palavras-chave:** Liofilização; Espuma; MEV; *Theobroma cacao* L.

## 1. Introdução

Durante o processamento dos frutos do cacau, quantidades significativas de subprodutos podem ser geradas, como cascas, polpa e mel do cacau (Santos et al., 2014). Desses, a polpa do cacau é rica em glicose, frutose e sacarose (10% a 15%), pH relativamente baixo (3,0 a 4,0), além de conter alta concentração de ácido cítrico (Hermández et al., 2019), podendo ser destinada ao processamento de produtos, tais como: sucos, doces, geleias, entre outros (Santos et al., 2014).

Caraterísticas específicas da polpa, tais como a alta porcentagem de umidade, atividade enzimática e composição podem proporcionar aumento na perecibilidade destes produtos. Assim, métodos de conservação como secagem são considerados de grande relevância para aumentar a vida de prateleira e valor comercial produtos vegetais (Matos et al., 2022).

Dos métodos de secagem existentes, pode-se destacar o processo de secagem por camada de espuma (*foam-mat drying*) que é considerada uma técnica simples e aplicada em alimentos sensíveis ao calor, pegajosos e com alto teor de açúcar, como polpas de frutas e sucos. Para o desenvolvimento desta técnica é necessário a utilização de agentes espumantes e/ou estabilizantes com a função de facilitar e manter a estabilidade das espumas para secagem. Desse modo, a eficiência do método é explicada pelo fato que as bolhas de ar aumentam a área da superfície interna, criando uma estrutura menos resistente ao transporte de massa de vapor de água que proporciona uma redução do tempo e temperatura para desidratação (Freitas et al., 2018; Silva Filho et al., 2016).

Além da técnica citada, o processo de secagem por liofilização é considerado satisfatório tecnologicamente para o processamento de frutos, porque as baixas temperaturas e pressões empregadas reduzem substancialmente as reações de deterioração e a atividade microbiana (Caliskan e Dirim, 2017; Wang et al., 2018). O processo é considerado caro e requer um longo tempo de processamento que devido às baixas taxas de secagem, possui alto consumo de energia para congelamento e aplicação de vácuo. No entanto, essa técnica é favorável a conservação de frutos devido, principalmente, a manutenção das características nutricionais, sensoriais e funcionais (Dal-Bó e Freire, 2022).

Diante do contexto citado, ressalta-se que, atualmente, a crescente demanda por alimentos saudáveis vem estimulando cada vez mais a inovação e o desenvolvimento de produtos na indústria de alimentos, já que a alimentação representa uma contribuição direta sobre a saúde e prevenção de doenças. Neste sentido, grandes avanços vêm ocorrendo, principalmente, no desenvolvimento de alimentos potencialmente funcionais que contêm componentes que podem

influenciar nas atividades fisiológicas ou metabólicas, ou que sejam enriquecidos com substâncias isoladas de alimentos com estas propriedades (Teodoro et al., 2021).

Dentre os grupos de alimentos com capacidade funcional pode-se destacar os prebióticos, os quais são definidos como ingredientes nutricionais não digeríveis que estimulam de forma seletiva o crescimento e/ou atividade de bactérias desejáveis no cólon, como é o caso dos Fruto-oligossacarídeos (FOS) e Inulina, considerados prebióticos de grande importância utilizados no setor alimentício (Barros et al., 2022).

Dessa forma, a polpa do cacau é considerada substrato importante para veicular esses ingredientes funcionais, uma vez que são fontes de nutrientes importantes, proporcionando assim agregação de valor a esse subproduto proveniente do processamento dos frutos do cacau e disponibilidade por longos períodos quando submetida a processo de conservação, como é o caso da secagem.

Assim, o presente trabalho teve como objetivo estudar o efeito de processos de secagem nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e microestruturais da polpa do cacau adicionada de prebióticos.

## 2. Material e métodos

### 2.1. Materiais

A matéria-prima utilizada na pesquisa foi a polpa dos frutos do cacau (*Theobroma cacao* L.) com denominação comercial de “blend”, constituída pelos genótipos PS1319.2005 e PS1319.2006, proveniente de cultivo localizado no Baixo Jaguaribe nas Unidades de Observação e Demonstrativas de fazenda localizada no Lote 7 do Perímetro Irrigado Tabuleiro de Russas no Município de Russas, estado do Ceará, Brasil, com latitude 04°56’25”S, longitude 37°58’33”W e altitude de 20 m.

Para o preparo das espumas da polpa do cacau, utilizou-se como agente emulsificante o Portogel (DuPorto®) e como agente carreador de secagem a Maltodextrina DE15 Globber®1905 (Ingredion).

Os prebióticos adicionados como ingredientes funcionais foram Fruto-oligossacarídeos (FOS) (FOSVITA®-VITAFOR) e Inulina (Oficial Farma®), ambos ingredientes em adquiridos na forma em pó.

## 2.2. Preparo das amostras e métodos de secagem

Para a secagem das amostras por liofilização, utilizou-se o liofilizador modelo L101, marca Liotop<sup>®</sup>, Brasil, que consiste basicamente de uma câmara de secagem acrílica cilíndrica e transparente.

Foram preparados dois grupos de amostras para liofilização, sendo elas: polpa *in natura* (T2) e polpa adicionada de agente carreador de secagem (Maltodextrina DE15 - 15%) e ingredientes funcionais (Inulina 10% e Fruto-oligossacarídeos - 10%) (T3).

As amostras foram distribuídas em recipientes plásticos e congeladas em freezer a -15 °C por 24 h. Em seguida, o material congelado foi levado ao liofilizador o qual encontrava-se previamente ligado, sob os seguintes parâmetros de processamento: Temperatura (-50 °C); Pressão (100 mmHg) e vácuo (215 Vca).

O processo de secagem por liofilização durou 24 h e transcorrido o tempo, as amostras foram trituradas manualmente com o auxílio de almofariz e pistilo.

Para o preparo da mistura para secagem por camada de espuma, utilizou-se as mesmas condições citadas anteriormente quanto a adição do agente carreador de secagem e ingredientes prebióticos, além disso, tornou-se necessário acréscimo do agente emulsificante Portogel (5%) para auxiliar na formação e estabilidade das espumas obtidas no processo. Ambos ingredientes foram processados em batedeira Planetária Deluxe SX80 da marca Arno<sup>®</sup>, submetidos à agitação por 8 min a velocidade máxima e constante fixada para a produção da espuma.

Posteriormente, a espuma obtida foi disposta em bandejas de alumínio com espessura fixa da camada de espuma de 0,5 cm, valor esse determinado através de ensaios preliminares. As bandejas foram acondicionadas em estufa com circulação e renovação de ar modelo Lucadema<sup>®</sup> 82/480 a temperatura de 70 °C/390 min.

As amostras desidratadas (pós) foram removidas da bandeja com o auxílio de espátula, acondicionadas em sacos plásticos de polietileno com fechamento hermético (zip lock<sup>®</sup>) e identificadas.

Todas as amostras em pó (liofilizadas e desidratadas por secagem em camada de espuma) foram armazenadas em recipientes revestidos com embalagens laminadas e hermeticamente fechados em sistema de dessecador para evitar a absorção de água para posterior realização de análises.

## 2.3. Análises dos pós

### 2.3.1. Características físico-químicas

As análises físico-químicas foram realizadas na polpa *in natura* (T1), polpa integral liofilizada (T2), polpa adicionada de prebióticos liofilizada (T3) e polpa em pó adicionada de prebióticos por processo de secagem em camada de espuma (T4).

Para caracterização das amostras, realizou-se análise do teor de acidez titulável através de método titulométrico com solução padronizada de NaOH 0,1 N e os resultados expressos em g de ácido cítrico por 100 g da amostra (IAL, 2008); potencial hidrogeniônico (pH) através de método potenciométrico com medidor de pH da marca Del Lab<sup>®</sup> (modelo DLA – PH), previamente calibrado com solução tampão de pH 4,0 e 7,0 (IAL, 2008); teor de sólidos solúveis, avaliado por método refratométrico com leituras em refratômetro de bancada digital (modelo LAB WYA2s<sup>®</sup>) com os resultados expressos em °Brix (AOAC, 2005) e determinação da atividade de água ( $A_w$ ) através de leitura por medição direta no analisador de atividade de água Novasina LabMaster-aw<sup>®</sup> a 30°C em que as amostras foram colocadas em cápsulas, posteriormente, acondicionadas no aparelho para realização da leitura.

Para análise de cor, utilizou-se colorímetro digital (CR-400, Konica Minolta Sensing<sup>®</sup>) com determinação da escala CIE  $L^* a^* b^*$ , no qual  $L^*$  define a luminosidade ( $L^* = 0$  preto e  $L^* = 100$  branco),  $a^*$  e  $b^*$  são representativos da cromaticidade ( $+a^*$  vermelho e  $-a^*$  verde,  $+b^*$  amarelo e  $-b^*$  azul). Assim, a partir destes parâmetros, foram avaliadas as coordenadas cilíndricas  $C^*$  e  $H^*$ , sendo que  $C^*$  define o Croma e  $H^*$  o ângulo Hue, conforme metodologia descrita por Cavalcante et al. (2017).

### 2.3.2. Propriedades tecnológicas

A densidade aparente foi calculada de acordo com o procedimento descrito por Dehghannya et al. (2019) com adaptações. Para desenvolvimento da análise, transferiu-se 2 g da amostra em pó para uma proveta graduada de 10 mL e anotou-se o volume ocupado.

Posteriormente, determinou-se a densidade compactada batendo-se a proveta (50 vezes) sob uma superfície e registrou-se o volume final.

As densidades (aparente e compactada) foram calculadas conforme Equação 1 e os resultados expressos em g/mL.

$$\rho_{ap \ e \ comp} = m / v \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

$\rho_{ap \ e \ comp}$ : densidade aparente e densidade compactada (g/mL);

m: massa da amostra (g);

v: volume total que o pó ocupou na proveta no início (densidade aparente) e no final (densidade compactada) (mL).

A densidade absoluta foi determinada com o auxílio de picnômetro a 25 °C, conforme método descrito por Dehghannya et al. (2019) com os resultados expressos em g/mL.

A porosidade intragranular das amostras de pós foram calculadas conforme Equação 2 a seguir.

$$\varepsilon = [ 1 - (\rho_{ap} / \rho_{abs}) ] * 100 \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

$\varepsilon$  – porosidade intragranular (%);

$\rho_{ap}$  – densidade aparente (g/mL);

$\rho_{abs}$  – densidade absoluta (g/mL).

Para análise do tempo de reidratação dos pós, adicionou-se 2 g do material a 50 mL de água destilada a 26 °C. A mistura foi agitada com o auxílio de agitador magnético Vórtex (Even®) e barra de agitação a 500 rpm. O tempo necessário para completa reidratação do material foi registrado (Goula e Adamopoulos, 2010; Goula e Adamopoulos, 2005) e os resultados expressos em segundos.

A fluidez e a coesividade das amostras em pó foram analisadas por meio do índice de Carr e da razão de Hausner conforme metodologias descritas por Dehghannya et al. (2019) e Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008), calculadas segundo as Equações 3 e 4.

$$IC = 100 * [ (\rho_{comp.} - \rho_{apa}) / \rho_{comp.} ] \quad \text{Equação 3}$$

$$HR = \rho_{comp.} / \rho_{apa} \quad \text{Equação 4}$$

Onde:

IC: índice de Carr (%);

HR: razão de Hausner;

$\rho_{comp.}$ : densidade compactada (g/mL);

$\rho_{apa}$ : densidade aparente (g/mL).

Para avaliação dos resultados da qualidade da polpa em pó quanto a fluidez e coesividade, observou-se os valores obtidos em conformidade com as Tabelas 1 e 2.

**Tabela 1.** Classificação da fluidez do pó com base no índice de Carr (IC).

IC (%)	Fluidez
<15	Muito boa
15-20	Boa
20-35	Médio
35-45	Ruim
>45	Muito ruim

**Fonte:** Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008).

**Tabela 2.** Classificação da coesividade do pó com base na razão de Hausner (RH).

RH	Coesividade
<1,2	Baixa
1,2-1,4	Intermediária
>1,4	Alta

**Fonte:** Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008).

### 2.3.3. Propriedades microestruturais

A configuração dos pós da polpa do cacau adicionada de prebióticos foi analisada através de microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo Quanta 450 marca FEI® com aumento de 100, 500 e 1000 vezes do tamanho das amostras com barras de 500, 100 e 50  $\mu\text{m}$ .

Inicialmente, os pós foram aderidos em porta espécimes metálicos (stubs) com uma fita adesiva de dupla face condutora convencional (fita de carbono). Posteriormente, as amostras foram colocadas em uma câmara metalizadora para que ocorresse o recobrimento de ouro e examinadas microscópio eletrônico de varredura que operou com 5.00 KV.

### 2.4. Análise Estatística

Os resultados obtidos foram avaliados através de triplicatas das análises desenvolvidas, posteriormente, submetidos à análise estatística de médias e desvios padrão. A análise de variância (ANOVA) e Teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) foram aplicados para estabelecer as diferenças significativas existentes entre os valores médios para as propriedades físico-químicas e tecnológicas em diferentes condições de secagem da polpa do cacau. Os dados foram analisados através do programa Statistica®7.0.

### 3. Resultados e Discussão

#### 3.1. Propriedades físico-químicas

Na Tabela 3 encontram-se expressos os resultados das análises físico-químicas realizadas na polpa do cacau *in natura* (T1), polpa em pó integral liofilizada (T2), polpa em pó adicionada de prebióticos liofilizada (T3) e desidratada por secagem em camada de espuma (T4).

**Tabela 3.** Características físico-químicas da polpa do cacau *in natura* e em pó através de secagem por liofilização e por camada de espuma.

PARÂMETROS	TRATAMENTOS			
	T1	T2	T3	T4
Acidez total titulável (g/100g)	0,50±0,01 <sup>c</sup>	2,63±0,14 <sup>a</sup>	0,71±0,02 <sup>b</sup>	0,75±0,01 <sup>b</sup>
pH	3,82±0,01 <sup>a</sup>	3,83±0,03 <sup>a</sup>	3,92±0,25 <sup>a</sup>	4,13±0,02 <sup>a</sup>
Sólidos Solúveis (°Brix)	15,06±0,06 <sup>a</sup>	9,13±0,15 <sup>c</sup>	10,40±0,35 <sup>b</sup>	8,96±0,06 <sup>d</sup>
Aw	0,96±0,00 <sup>a</sup>	0,16±0,01 <sup>b</sup>	0,09±0,01 <sup>d</sup>	0,13±0,01 <sup>c</sup>

Valores médios seguidos de letras iguais na mesma linha indicam que não houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Verificou-se que a polpa de cacau *in natura* (T1) apresentou teor de acidez titulável de 0,50g/100g, pH de 3,82 e teor de sólidos solúveis de 15,06 °Brix (Tabela 3), resultados esses em conformidade aos padrões de identidade e qualidade para polpa de cacau estabelecidos pela Instrução Normativa n°37 de 1 de outubro de 2018 fixados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento publicado no Diário Oficial da União (08/10/2008, ed. 194, seção 1, página 23) com exceção da característica acidez titulável que apresentou resultado inferior ao mínimo citado na Instrução Normativa que é de 0,70g/100g (Brasil, 2018). Resultados semelhantes foram relatados em pesquisa desenvolvidas para caracterização da polpa de diferentes genótipos do cacaueiro, dentre eles PS1319 que apresentou acidez titulável de 0,41g/100g; pH de 3,58 e 18,51 °Brix, respectivamente (Moreira et al., 2020).

Comparado aos demais resultados, observou-se que a polpa do cacau integral liofilizada (T2) apresentou teor de acidez titulável superior (2,63g/100g) e diferença significativa dos demais valores obtidos, uma vez que, a grande perda de água pelo processo de liofilização pode ter contribuído, possivelmente, para a concentração de ácidos orgânicos presentes no suco celular, assim, proporcionando elevada acidez. Cavalcante et al. (2017) observaram

comportamento semelhante ao analisar polpa de graviola integral e liofilizada obtendo valores de acidez titulável de 0,70g/100g e 2,36g/100g, respectivamente.

Observou-se que as polpas do cacau em pó adicionada de prebióticos e submetidas aos processos de liofilização (T3) e secagem por camada de espuma (T4) apresentaram teor de acidez total titulável de 0,71 e 0,75g/100g (Tabela 3), respectivamente, não diferindo estatisticamente entre si ao nível de 5% de significância, assim como ocorreu para pH das mesmas amostras.

Ressalta-se que, a mistura adicionada de prebióticos foi preparada com adição de 15% de maltodextrina como agente carreador de secagem, ocorrendo diminuição na acidez dos pós quando comparados ao valor obtido para polpa integral liofilizada (2,63g/100g), uma vez que, a maltodextrina é um polissacarídeo nutritivo, composto por cadeias de 3 a 20 unidades de D-glicose ligadas por cadeia  $\alpha$  1-4 e que apresenta diferentes pesos moleculares (Elnaggar et al., 2010; Barreto et al., 2015).

Maciel et al. (2020) observaram redução no teor de acidez titulável da polpa de cupuaçu liofilizada que apresentou teores de 5,34; 3,41 e 2,4g/100g para 5, 15 e 20% de maltodextrina, respectivamente. Além disso, os resultados obtidos no presente estudo podem associar-se também a adição dos agentes prebióticos inulina (composta por unidades de  $\beta$ -D-frutofuranosil ligadas por  $\beta$  (2 $\rightarrow$ 1) a uma unidade terminal de sacarose) e fruto-oligosacarídeos (composto por duas a nove unidades de frutose ligadas por ligações glicosídicas  $\beta$  (2 $\rightarrow$ 1) e a ligação com glicose do tipo  $\alpha$  (1 $\rightarrow$ 2) como ocorre na sacarose) (Rivas, Cabral e Rocha-Leão, 2021; Macedo, Vimercatil e Araújo, 2020).

Em complementação as afirmativas anteriores, verificou-se maiores valores médios dos teores de sólidos solúveis para a polpa do cacau em pó dos tratamentos T2 e T3 (Tabela 3). Ressalta-se ainda que, os valores obtidos para essa característica estão expressos através de diluição (1:10) realizada para o desenvolvimento da análise.

Quanto a característica atividade de água ( $A_w$ ) das polpas, observou-se que a polpa *in natura* apresentou valor de 0,96 (Tabela 3), semelhante ao valor relatado por Moreira et al. (2020) que obtiveram valores variando de 0,94 a 0,98 para diferentes genótipos de cacau. As amostras em pó apresentaram resultados inferiores de  $A_w$  em relação a polpa *in natura* com médias de 0,16; 0,9 e 0,13 para T2, T3 e T4, respectivamente. Embora, diferenças significativas tenham ocorrido entre os resultados obtidos ao nível de 5%. Assim, o processo de liofilização da polpa integral proporcionou resultado superior de  $A_w$  (0,16) quando comparado as mesmas condições de liofilização da amostra, porém, com adição de maltodextrina (15%) e ingredientes prebióticos (FOS e Inulina) em que a  $A_w$  foi de 0,09.

Macedo et al. (2020) relatam que FOS são utilizados em alimentos por proporcionar melhoria na qualidade sensorial e nutricional, como também, por apresentar maior capacidade de retenção de água que a sacarose. Além disso, podem ser aplicados em produtos para aumentar a umectância e diminuir a atividade de água, assegurando então, a estabilidade microbiológica.

Desse modo, dos resultados obtidos para  $A_w$  das polpas do cacau em pó é possível classificá-las como estáveis em relação à deterioração bioquímica e microbiana (Cavalcante et al., 2017). Uma vez que, a polpa do cacau *in natura* apresenta elevada  $A_w$  e conseqüentemente, instabilidade da vida de prateleira quando não submetida algum processo de conservação. Assim, a produção de pós através de diferentes métodos de secagem pode reduzir a  $A_w$ , prevenir ação de micro-organismos e conseqüentes processos de deterioração, além de reduzir custos com embalagem, transporte, armazenamento e conservação (Maciel et al., 2020).

Na Tabela 4 encontram-se os valores médios dos índices colorimétricos da polpa do cacau *in natura* (T1) e das amostras em pós (T2, T3 e T4), conforme as condições experimentais estudadas.

**Tabela 4.** Comparação média dos parâmetros de coloração da polpa do cacau *in natura* e em pó adicionada de prebióticos.

PARÂMETROS		TRATAMENTOS			
		T1	T2	T3	T4
Cor	L*	55,02±0,45 <sup>d</sup>	82,14±0,61 <sup>c</sup>	94,30±0,43 <sup>a</sup>	85,25±0,66 <sup>b</sup>
	a*	1,39±0,13 <sup>b</sup>	6,94±0,09 <sup>a</sup>	1,58±0,09 <sup>b</sup>	1,74±0,10 <sup>b</sup>
	b*	4,82±0,73 <sup>c</sup>	10,73±0,42 <sup>a</sup>	5,88±0,24 <sup>c</sup>	7,59±0,20 <sup>b</sup>
	Croma	5,01±0,74 <sup>c</sup>	12,78±0,36 <sup>a</sup>	6,10±0,25 <sup>c</sup>	7,79±0,21 <sup>b</sup>
	°Hue	73,77±0,81 <sup>c</sup>	57,08±0,91 <sup>d</sup>	74,97±0,33 <sup>ab</sup>	77,12±0,50 <sup>a</sup>

Valores médios seguidos de letras iguais na mesma linha indicam que não houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Foram observadas diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ) entre a coloração da polpa *in natura* e demais amostras avaliadas em pós (Tabela 4).

Verificou-se que a polpa do cacau *in natura* apresentou resultados indicativos de coloração clara com tons amarelos, conforme valores obtidos para os parâmetros L\* e b\* com médias de 55,02 e 4,82, respectivamente.

Reges et al. (2021) avaliando a coloração da polpa do cacau de diferentes genótipos produzidos no semiárido brasileiro, observaram que as polpas analisadas apresentaram valores  $L^*$  de 63,25;  $C^*$  de 18,68 e  $H^*$  de 69,33 para o genótipo PS1319, resultados esses superiores ao encontrado no presente estudo para *blend* analisado, com exceção do  $H^*$ .

O preparo da mistura utilizada nos processos de secagem pode resultar na homogeneização de substratos para reações enzimáticas, o que pode ocasionar alterações na distribuição da intensidade de cor na amostra. Ressalta-se que, uma redução no valor do parâmetro luminosidade ( $L^*$ ) pode ser indicativo da presença de pigmentos marrons e possíveis oxidações de nutrientes sensíveis ao calor.

Assim, é desejável atingir valores mais altos para esse parâmetro (Maftoonazad et al., 2020; Quevedo et al., 2011) conforme obtidos para as amostras em pós (T2, T3 e T4) com maiores valores médios para a polpa do cacau adicionada de prebióticos e submetida ao processo de liofilização (94,30), indicativo de um produto com coloração mais clara.

Observou-se que a amostra de polpa integral liofilizada apresentou da coordenada de cor  $a^*$  superior as demais amostras analisadas (Tabela 4), diferindo-se estatisticamente ( $p < 0,05$ ) e apresentando coloração tendendo a cor vermelha e clara com aspecto amarelada ( $+b^*$ : 10,73). Vale-se destacar que o ângulo colorimétrico Hue é um importante indicativo da cor final da amostra conforme os parâmetros vermelho ( $0^\circ$ ), amarelo ( $90^\circ$ ), verde ( $180^\circ$ ) e azul ( $270^\circ$ ). Desse modo, os valores obtidos para as amostras analisadas para o  $^\circ$ Hue no presente estudo variaram de  $57,08$  a  $77,12^\circ$  indicativos de uma polpa com coloração amarela.

Em geral, nas amostras com adição de maltodextrina, os valores  $L^*$  foram superiores, no entanto, verificou-se que nas mesmas condições de preparo da mistura (com exceção do agente emulsificante – Portogel 5%) a formulação submetida ao processo de secagem por camada de espuma (T4) apresentou menor valor de luminosidade quando comparada a mistura submetida a secagem por liofilização (T3). Desse modo, houve redução nos valores da luminosidade com o aumento da temperatura de secagem ( $70^\circ\text{C}$ ) e possível influência do agente emulsificante. Dehghannya et al. (2019) realizando uma abordagem multivariável para a intensificação do processo de secagem por camada de espuma, afirmam que temperaturas mais altas podem causar queda dos valores  $L^*$  enquanto eleva resultados para o parâmetro  $a^*$ , semelhante ao obtido no presente estudo.

Na Figura 1 (T1, T2, T3, T4) estão representadas as amostras de polpa do cacau utilizadas no presente experimento, desde a polpa *in natura* às amostras obtidas após processos de secagem por liofilização e camada de espuma.

**Figura 1.** Amostras da polpa do cacau *in natura* (T1); polpa integral em pó liofilizada (T2); polpa em pó adicionada de prebióticos (liofilização) (T3) e polpa em pó adicionada de prebióticos (secagem por camada de espuma) (T4).



Jafari, Ghalei e Dehnad (2017) relatam que a cor dos pós é um fator de grande importância na sua aceitação pelos consumidores, além de ser representativa do produto alimentício original. Mesmo que o alimento em pó seja muito aplicável (em outros produtos), proporcione vantagens consideráveis para a saúde dos consumidores, mas careça de aspectos atraentes da visão, pode não agradar e causar rejeição por parte dos consumidores.

### 3.2. Propriedades tecnológicas

Na Tabela 5 estão expressos os resultados das análises para avaliação das propriedades tecnológicas realizadas na polpa do cacau em pó integral liofilizada (T2), polpa em pó adicionada de prebióticos liofilizada (T3) e polpa em pó adicionada de prebióticos desidratada por secagem em camada de espuma (T4).

**Tabela 5.** Propriedades tecnológicas da polpa do cacau em pó sob diferentes condições de secagem.

PARÂMETROS	AMOSTRAS AVALIADAS		
	T2	T3	T4
Densidade aparente (g/mL)	0,142±0,01 <sup>c</sup>	0,296±0,01 <sup>a</sup>	0,262±0,01 <sup>b</sup>
Densidade compactada (g/mL)	0,159±0,01 <sup>c</sup>	0,330±0,01 <sup>a</sup>	0,273±0,01 <sup>b</sup>
Densidade absoluta (g/mL)	1,180±0,01 <sup>b</sup>	1,266±0,03 <sup>a</sup>	1,230±0,03 <sup>ab</sup>
Porosidade intragranular (%)	87,89±0,42 <sup>a</sup>	76,56±0,91 <sup>c</sup>	78,66±0,27 <sup>b</sup>
Tempo de reidratação (segundos)	8,40±0,55 <sup>c</sup>	21,39±0,60 <sup>b</sup>	66,04±0,01 <sup>a</sup>
IC (%)	10,37±0,64 <sup>a</sup>	10,15±1,93 <sup>a</sup>	3,94±0,01 <sup>b</sup>
HR	1,115±0,01 <sup>a</sup>	1,113±0,03 <sup>a</sup>	1,041±0,00 <sup>b</sup>

Valores médios seguidos de letras iguais na mesma linha indicam que não houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Conforme exposto na Tabela 5, observou-se que para densidade aparente e compactada dos pós, os resultados obtidos encontram-se todos estatisticamente diferentes ao nível de 5% de significância ( $p < 0,05$ ). No entanto, o pó da polpa do cacau integral liofilizada (T2) obteve resultados inferiores quando comparado aos demais tratamentos com valores médios de 0,142 e 0,159g/mL, para a densidade aparente e compactada, respectivamente, uma vez que, não foram acrescentados ingredientes complementares ao processamento.

Tontul e Topuz (2017) relaram que características como densidade, umidade e tamanho de partículas podem ser afetadas pela temperatura e agente carreador de secagem. Assim, a densidade aparente poderá aumentar com o aumento da concentração do agente carreador utilizado. Além disso, pós com alta densidade aparente apresentam tamanho de partículas menor, podendo ocupar um menor espaço quando acondicionados em embalagens.

Associando-se a afirmativa anterior aos resultados de densidade aparente obtidos é possível observar valores superiores para as amostras adicionadas de maltodextrina (15%), as quais apresentaram partículas com tamanho menor e quebradiças quando comparadas as partículas da amostra de polpa de cacau integral liofilizada que apresentou tamanhos maiores e com aspecto de aderência (Figura 2).

**Figura 2.** Amostras de polpa integral em pó liofilizada (T2); polpa em pó adicionada de prebióticos (liofilização) (T3) e polpa em pó adicionada de prebióticos (secagem por camada de espuma) (T4).



A polpa de cacau em pó desidratada através da secagem por camada de espuma (T4) apresentou valor de densidade aparente inferior a amostra liofilizada (T3), possivelmente por influência direta da temperatura de secagem. De acordo com Jafari, Ghalehnoei e Dehnad (2017) no que diz respeito ao efeito da temperatura na densidade do produto em pó, o aumento da temperatura pode reduzir a densidade, uma vez que acelera a taxa de evaporação, proporcionando então a formação de um produto mais poroso e fragmentado.

Para a característica densidade absoluta das amostras em pós (Tabela 5), observou-se que os resultados apresentaram comportamento semelhante ao obtido anteriormente em que a

formulação T3 obteve maior valor (1,266 g/mL) quando comparada as demais. Conforme Mitra et al. (2017), alto valor de densidade absoluta e baixo valor para densidade aparente pode permitir que partículas menores se encaixem nos vazios deixados por partículas maiores, possivelmente devido forças repulsivas entre partículas com maior teor de umidade.

Shishir et al. (2014) avaliando o efeito da concentração de maltodextrina e temperatura de entrada na produção de goiaba em pó, concluíram que quanto maior a concentração de maltodextrina e maior a temperatura, menores foram às densidades aparentes e absolutas da goiaba em pó. Resultados esses semelhantes ao obtido no presente estudo.

Souza et al. (2020) analisando o pó atomizado de umbu obtiveram valor de densidade aparente de  $0,37 \pm 0,01$  g/mL, indicativo que o pó é relativamente pesado, o que permite que ele se assente nos interstícios entre as partículas, ocupando um volume pequeno, enquanto que a densidade absoluta apresentou valor de  $1,48 \pm 0,01$  g/mL.

O valor da porosidade intragranular (Tabela 5) obtido no presente estudo variou de 76,56 a 87,89%, diferindo estatisticamente ao nível de 5% de significância para todas as condições de secagem avaliadas. Souza et al. (2020) avaliando a secagem da polpa de umbu com maltodextrina 10DE, observaram resultados de porosidade de 42,7%, inferior ao obtido no presente estudo.

Mitra et al. (2017) relaram que a porosidade de um determinado material em pó pode aumentar com o acréscimo no teor de umidade. Assim, à medida que partículas absorvem umidade e incham, as forças entre elas aumentam. Afirmativa essa em concordância ao observado na presente pesquisa, já que a amostra de polpa de cacau integral liofilizada (T2) apresentou facilidade de aderência, provavelmente, devido maior teor de umidade e valor de porosidade intragranular superior aos demais pós avaliados com média de 87,89%.

Desse modo, a porosidade é considerada uma propriedade importante, principalmente em casos de microcápsulas onde o material encapsulado é susceptível a reação de oxidação, já que, um maior número de espaços vazios implica na presença de maior quantidade de oxigênio que pode provocar degradação mais rápida de compostos protegidos (Tonon, Brabet e Hubinger, 2017).

Quanto ao tempo de reidratação dos pós obtidos no presente estudo (Tabela 5), verificou-se que o menor tempo necessário para reidratação do material ocorreu para a polpa integral liofilizada (T2) com valor de 8,40 segundos. De acordo com os resultados obtidos, observou-se que o tempo necessário para reidratação apresentou aumento com a presença de ingredientes adicionados à formulação (T3 e T4).

Goula e Adamopoulos (2010) afirmam que concentração do agente carreador maltodextrina à mistura poderá causar elevação no teor de umidade e capacidade de reidratação do pó, uma vez que, a maltodextrina possui solubilidade em água superior.

Diante dos resultados obtidos é importante ressaltar também que, a amostra em pó obtida por processo de secagem em camada de espuma (T4) apresentou maior tempo necessário para reidratação com média de 66,04 segundos quando comparada as demais amostras. Fato esse que pode está associado, possivelmente, a temperatura de secagem e presença do agente emulsificante utilizado na produção da espuma para a secagem (Portogel – 5%), já que esse produto comercial contém ingredientes sintéticos em sua formulação, tais como monoglicérides e éster de poliglicerol.

Quanto a presença de ingredientes prebióticos (Inulina e FOS) nos tratamentos T3 e T4, ressalta-se que a alta solubilidade desses ingredientes associada a fatores como ausência de sabores indesejáveis e não alteração da viscosidade de produtos, possibilitam o desenvolvimento de alimentos ricos em fibras, semelhantes aos originais (Macedo et al., 2020).

Os resultados obtidos para fluidez e coesividade foram analisados através do Índice de Carr (IC) e a Razão de Hausner (RH) com menores valores para a amostra em pó pelo processo de secagem por camada de espuma (T4) as quais apresentaram 3,94% e 1,0141, respectivamente.

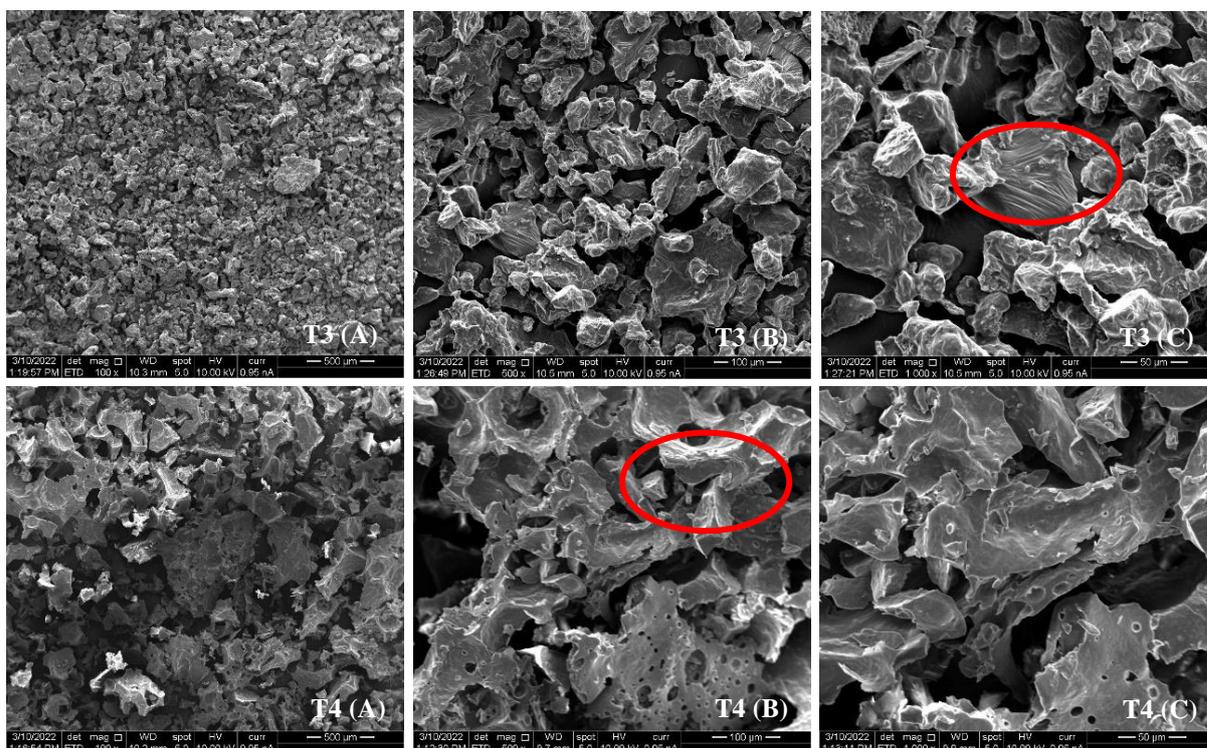
Todas as amostras em pó da polpa do cacau apresentaram resultados indicativos de boa qualidade para elaboração de sucos ou produtos processados por apresentar fluidez classificada como “Muito boa” (<15%) e coesividade “Baixa” (<1,2), conforme escala de classificação estabelecida por Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008). Enquanto que, de acordo com escala estabelecida por Dehghannya et al. (2019) os resultados obtidos no presente estudo classificam as amostras em pó com “Excelente” fluidez e coesividade.

### *3.2. Propriedades microestruturais*

A avaliação de microestrutura por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizado nos pós da polpa do cacau adicionada de prebióticos obtidos por liofilização (T3) e por secagem em camada de espuma (T4), os quais apresentaram a mesma condição de preparo da mistura (com exceção da presença do portogel no preparo para o processo de liofilização). Assim, pôde-se verificar o efeito do processo de secagem na microestrutura dos pós obtidos.

As micrografias obtidas pela MEV estão apresentadas na Figura 3.

**Figura 3.** Micrografias com aumento de 100 vezes - Barra = 500  $\mu\text{m}$  (A), 500 vezes - Barra = 100  $\mu\text{m}$  (B), 1000 vezes - Barra = 50  $\mu\text{m}$  (C) da polpa do cacau adicionada de prebióticos.



T3: polpa em pó adicionada de prebióticos (liofilização);

T4: polpa em pó adicionada de prebióticos (secagem por camada de espuma).

Observou-se que os pós produzidos em diferentes condições de secagem (liofilização – T3 e secagem por camada de espuma – T4) apresentaram variações no tamanho das partículas como também nas microestruturas aglomeradas. Ferrari, Ribeiro e Aguirre (2012) relatam que quanto maior a aglomeração ou aderência, menor será a exposição do pó ao oxigênio, evitando possíveis reações de oxidação. Essas irregularidades observadas na superfície das partículas, incluindo rugosidade com cavidades, possivelmente se devem ao processo de remoção de água durante a secagem e ao encapsulamento formado pela matodextrina e ingredientes prebióticos com função encapsulante, como a inulina.

O formato mais oval dos pós T3 podem facilitar um melhor escoamento e fluidez do pó, comprovando os resultados obtidos para o índice de fluidez (IC) e coesividade (HR) (item 3.2) no presente estudo. Enquanto que as amostras submetidas ao processo de secagem por camada de espuma (T4) apresentaram partículas com formatos mais pontiagudos, o que acaba dificultando o deslize entre partículas e conseqüentemente, o escoamento. Assim, partículas de formato irregular resultam em forças de travamento interno aumentadas com conseqüente obtenção de pós com baixa fluidez. Em complemento ao relatado no presente estudo, foi

possível observar que as amostras obtidas por secagem em camada de espuma apresentaram estrutura mais porosa quando comparada a estrutura dos pós obtidos por liofilização.

Susanti et al. (2021) relatam que ao analisar o pó do extrato de sorgo vermelho obtido por secagem em camada de espuma, as amostras produzidas em temperaturas de secagem de 40, 50 e 60 °C apresentaram formato irregular, indicativo de que o pó foi produzido a partir de fragmento da estrutura porosa da camada de espuma, construída pelo encapsulante (isolado de proteína do soro de leite), uma vez que, a estrutura porosa da espuma foi criada para acelerar a secagem.

Shaaruddin et al. (2017) ao estudarem pitaia em pó por spray-drier com 20% de maltodextrina foi possível observar pós de estrutura granular com formas esféricas irregulares com extensos ‘amassados’ na superfície. Rodrigues et al. (2013) relatam que esse tipo de resultado pode ser considerado típico quando utilizado transportadores com base em polissacarídeos, assim como a maltodextrina.

Rivas et al. (2021) avaliando a secagem da polpa de goiaba microencapsulada através da técnica de secagem por pulverização, utilizando material encapsulante funcional, uma mistura de inulina e maltodextrina, observaram a formação de estruturas esférica perfeita com superfície lisa. Além disso, o estudo com uso combinado de inulina e maltodextrina na microencapsulação mostrou microesferas com paredes contínuas sem fissuras ou rachaduras.

Araújo et al. (2020) ao estudarem polpa de coco liofilizada contendo 15% de maltodextrina, verificaram a presença de estruturas com formas irregulares, superfícies lisas e partículas separadas.

#### **4. Conclusões**

O processo de secagem por liofilização da polpa do cacau *in natura* proporcionou aumento no teor de acidez titulável, no entanto, não ocorreram diferenças significativas nos valores de pH entre as demais amostras avaliadas.

O pó da polpa do cacau adicionado de prebióticos e submetido ao processo de liofilização apresentou maior teor de sólidos solúveis (10,40 °Brix) no estado diluído.

Todas as amostras em pó apresentaram satisfatórios valores de  $A_w$ . Além disso, as amostras em pó apresentaram coloração amarela e clara, semelhante a cor da polpa *in natura*.

Quanto as propriedades tecnológicas, as amostras contendo ingredientes prebióticos e liofilizadas e secas por camada de espuma (T3 e T4) apresentaram resultados semelhantes e satisfatórios quanto as características densidade aparente, densidade compactada e porosidade.

Entretanto, os pós obtidos pelo processo de secagem por camada de espuma apresentaram maior tempo necessário para uma completa reidratação, tornando-se necessário o desenvolvimento de estudos futuros direcionados a utilização de diferentes agentes espumantes/emulsificantes, os quais podem interferir no tempo de reidratação do produto final, como também, direcionar pesquisas quanto a avaliação sensorial dos pós obtidos para desenvolvimento de produtos alimentícios.

Todas as amostras em pó apresentaram boa fluidez e coesividade, indicativo de qualidade satisfatória.

A análise de microestruturas das amostras em pó da polpa do cacau adicionada de prebiótico indicaram partículas com variações no tamanho e formato, com aspecto mais poroso e pontiagudo para o pó obtido pelo processo de secagem por camada de espuma.

Diante do exposto, o presente estudo pode proporcionar oportunidades de aproveitamento da polpa do cacau para a produção em pó com adição de composto prebióticos através dos processos de secagem por liofilização e camada de espuma, possibilitando assim, agregar valor ao subproduto proveniente do processamento dos frutos do cacauzeiro, desenvolvimento de um produto potencialmente funcional e disponibilidade por maior período para comercialização.

### **Agradecimentos**

Os autores expressam agradecimentos ao Departamento de Tecnologia de Alimentos, Engenharia Química, Nutrição e Materiais da Universidade Federal da Paraíba (Brasil) por todo apoio técnico dos profissionais e laboratórios para o desenvolvimento da pesquisas; à CAPES/FAPESQ (FAPESQ) – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior e Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Paraíba, Brasil (processo de número 88887.272220/2018-00) pela concessão de bolsa estudos.

### **Referências**

Araújo, T.M.R., Farias, M.D.L., Afonso, M.R.A., Costa, J.M.C., Eça, K.S. 2020. Maltodextrin on the flow properties of green coconut (*Cocos nucifera* L.) pulp powder. *Ciência e Agrotecnologia*, 44(e003220), 1-7. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1413-7054202044003220>

Association of Official Analytical Chemists (2005). *Official Methods of Analysis of AOAC International*. 18th ed. Gaithersburg, MD, USA: AOAC International, 2005.

Barreto, A.R., Ramírez-Mérida, L.G., Etchepare, M.A., Jacob-Lopes, E., Menezes, C.R., 2015. Materiais de revestimento utilizados na microencapsulação de probióticos. *Ciência e Natura*, 37(5), 164-174. Doi: 0.5902/2179-460X197471

Barros, D.M., Silva, J.H.L., Leite, A.R.F., Freitas, T.S., Silva, M.M., Costa, M.P., Diniz, M.A., Ferreira, S.A.O., Melo, N.S., Ribeiro, A.N.S., Rocha, T.A., Barbosa, T.S.L., Melo, C.C., Machado, E.K.S, Santos, J.A.S., Santos, J.M.S., Pontes, A.K.A, 2021. A importância do consumo de probióticos e prebióticos para a saúde: uma revisão, *Brazilian Applied Science Review*, 6(1), 54-63. Doi: <https://doi.org/10.34115/basrv6n1-004>

Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. 2018. Padrões de Identidade e Qualidade de Suco e Polpa de Fruta. Instrução Normativa nº49 de 26 de setembro de 2018. Disponível em: <<https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/produtosvegetal/legislacao-1/biblioteca-de-normas-vinhos-e-bebidas/instrucao-normativa-no-49-de26-de-setembro-de-2018.pdf/view>> Acesso: 30 de janeiro de 2022.

Cavalcante, C.E.B., Rodrigues, S., Afonso, M.R.A., Costa, J.M., 2017. Evaluation of the drying parameters of soursop pulp power obtained by drying in a spray dryer. *Brazilian Journal of Food Technology*, 20(1), 1-8. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1981-6723.1516>

Caliskan, G., Dirim, S.N., 2017. Drying characteristics of pumpkin (*Cucurbita moschata*) slices in convective and freeze dryer. *Heat and Mass Transfer/WaermeUnd toffuebertragung*, 53(6), 2129–2141. <https://doi.org/10.1007/s00231-017-1967-x>

Dal-Bó, V., Freire, J.T., 2022. Effects of lyophilization on colorimetric indices, phenolic content, and antioxidant activity of avocado (*Persea americana*) pulp. *Food Control*, 132(1), 1-8. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2021.108526>

Dehghannya, J., Pourahmad, M., Ghanbarzadeh, B., Ghaffari, H., 2019. A multivariable approach for intensification of foam-mat drying process: Empirical and three-dimensional numerical analyses. *Chemical Engineering & Processing: Process Intensification*, 135(1), 22-41. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2018.11.010>

- Elnaggar, Y.S.R., El-Massik, A.M., Abdallah, O.Y., Ebian, A.E.R., 2010. Maltodextrin: a novel excipient used in sugar-based orally disintegrating tablets and phase transition process. *American Association of Pharmaceutical Scientists*, 11(2), 645- 651. DOI: 10.1208/s12249010-9423-y
- Ferrari, C.C., Ribeiro, C.P., Aguirre, J.M. 2012. Secagem por atomização de polpa de amora-preta usando maltodextrina como agente carreador. *Brazilian Journal of Food Technology*, 15(2), 157-165. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S1981-67232012005000009>
- Freitas, B.S.M., Cavalcante, M.D., Cagnin, C., Silva, R.M., Plácido, G.R., Oliveira, D.E.C., 2018. Physical-chemical characterization of yellow mombin (*Spondias mombin* L.) foam-mat drying at different temperatures. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 22(6), 430-435. Doi: <https://doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v22n6p430-435>
- Goula, A.M., Adamopoulos, K.G., 2005. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air. II. The effect on powder properties. *Journal of Food Engineering*, 66(1), 35-42. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.02.031>
- Goula, A.M., Adamopoulos, K.G., 2010. A new technique for spray drying orange juice concentrate. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11(2), 342-351. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.12.001>
- Hermández, M.P.L., Núñez, J.C., Gómez, M.S.H., Tovar, M.D.L., 2019. Physicochemical and microbiological dynamics of the fermentation of the CCN51 cocoa material on three maturity stages. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 41(3), 1-13. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/0100-29452019010>
- Instituto Adolfo Lutz (2008). Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico químicos para análises de alimentos. 4ª ed. (1ª Edição digital), 1020p.
- Jafari, S.M., Ghalegi, M. G., Dehnad, D., 2017. Influence of spray drying on water solubility index, apparent density, and anthocyanin content of pomegranate juice powder. *Powder Technology*, 311(1), 59-65. Doi: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2017.01.070>

Jinapong, N., Suphantharika, M., Jamnong, P., 2008. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. *Journal of Food Engineering*, 84(2), 194-205. Doi:10.1016/j.jfoodeng.2007.04.032

Macedo, L.L., Vimercati, W.C., Araújo, C.S., 2020. Fructooligosaccharides: nutritional, technological and sensory aspects. *Brazilian Journal of Food Technology*, 23 (e2019080), 1-9. Doi: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.08019>

Maciel, R.M.G, Afonso, M.R.A., Costa, J.M.C., Araújo, T.M.R., 2020. Influence of albumin on guava pulp power obtained by foam-mat drying. *Engenharia Agrícola*, 40(3), 388-395. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1809-4430-Eng.Agric.v40n3p388-395/2020>

Maftoonazad, N., Dehghani, M.R., Ramaswamy, H.S., 2020. Hybrid microwave-hot air tunnel drying of onion slices: Drying kinetics, energy efficiency, product rehydration, color, and flavor characteristics. *Drying Technology*, 1-21. Doi: <https://doi.org/10.1080/07373937.2020.1841790>

Matos, J.D.P., Figueirêdo, R.M.F., Queiroz, A.J.M., Silva, L.P.F.R., Silva, S.N., Moraes, M.S., Santos, F.S., Rodrigues, L.M.S., Gouveia, J.P.G., 2022. Drying in foam mato f mixed pulp of jambolan (*Syzygium cumini* L.) and acerola (*Malpighia emarginata* D.C.): effect of additives and temperature. *Australian Journal of Crop Science*, 16(01), 121-127. Doi: <http://dx.doi.org/10.21475/ajcs.22.16.01.p3357>

Mitra, H., Pushpadass, H.A., Franklin, M.E.E., Ambrose, R.P.K., Ghoroi, C., Battula, S.N., 2017. Influence of moisture content on the flow properties of basundi mix. *Powder Technology*, 312, 133-143. Doi:10.1016/j.powtec.2017.02.039

Moreira, L.F., Souza, P.A., Costa, F.B., Vieira, J.N., Ribeiro, W.S., Braga, R.C., Sales, G.N.B., Vieira, N.R.S., 2020. Physical and chemical characterization of *Theobroma cacao* pulp produced in the mesorregiao do Jaguaribe, Ceará, Brazil. *Research, Society and Development*, 09(07), 1-18. Doi: <https://doi.org/10.33448/rsd-v9i7.3743>

Quevedo, R., Ronceros, B., Garcia, K., Lopéz, P., Pedreschi, F., 2011. Enzymatic browning in sliced and puréed avocado: A fractal kinetic study. *Journal of Food Engineering*, 105(2), 210-215. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.012>

Rivas, J.C., Cabral, L.M.C., Rocha-Leão, M.H.M., 2021. Microencapsulation of guava pulp using prebiotic wall material. *Brazilian Journal of Food Technology*, 24(e2020213), 1-11. Doi: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.21320>

Rodríguez, S.D., Wilderjans, T.F., Sosa, N., Bernik, D. L. (2013). Image texture analysis and Gas sensor array studies applied to vanilla encapsulation by octenyl succinic anhydride starches. *Journal of Food Research*, 2(2), 36-48. Doi: <http://dx.doi.org/10.5539/jfr.v2n2p36>

Santos, C.O., Bispo, E.S., Santana, L.R.R., Carvalho, R.D.S., 2014. Use of “cocoa honey” (*Theobroma cacao* L.) for diet jelly preparation: an alternative technology. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 36(3), 640-648. Doi: <https://doi.org/10.1590/0100-2945-042/13>

Shaaruddin, S., Ghazali, H.M., Mirhosseini, S.H., Muhammad, K. 2017. Stability of betanin in pitaya powder and confection as affected by resistant maltodextrin. *LWT - Food Science and Technology*, 84(1), 129-134, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.05.031>

Shishir, M.R.I., Taip, F.S., Aziz, N.A., Talib, R.A., 2014. Physical Properties of Spray-dried Pink Guava (*Psidium Guajava*) Powder. *Agriculture and Agricultural Science Procedia*, 2(1), p. 74–81, 2014.

Silva Filho, E.D., Figueirêdo, R.M.F., Queiroz, A.J.M., Guimarães, M.K.A., 2016. Cinética de secagem em camada de espuma da polpa da manga cv. Haden. *Comunicata Scientiae*, 7(3), 354-361. Doi: : <https://doi.org/10.14295/CS.v7i3.1467>

Sousa, R.P., Lobo, F.A.T.F., Montes, L.T.P., Araújo, K.G.L., 2019. Secagem da polpa de goiaba (*Psidium guajava*) da variedade Pedro Sato pelo método foam mat drying para aplicação em alimentos. *RASBRAN - Revista da Associação Brasileira de Nutrição*. 10(2), 59-65.

Souza, M.M.B., Santos, A.M.P., Converti, A., Maciel, M.I.S. 2020. Optimisation of umbu juice spray drying, and physicochemical, microbiological and sensory evaluation of atomised powder. *Journal of Microencapsulation*, 37(3), 230-241. Doi:

<https://doi.org/10.1080/02652048.2020.1720031>

Susanti, D.Y., Sediawan, W.B., Fahrurrozi, M., Hidayat, M. 2021. Foam-mat drying in the encapsulation of red sorghum extract: Effects of xanthan gum addition on foam properties and drying kinetics. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 20(4): 270-279. Doi:

<https://doi.org/10.1016/j.cep.2021.108375>

Teodoro, N.X., Pereira, A.M.S., Santos, K.M.O., Buriti, F.C.A, 2021. Aplicação da biotecnologia na produção e desenvolvimento de alimentos funcionais: uma revisão. *Digital Library of Journals*, 37(1), 1-21. Doi: <http://dx.doi.org/10.5380/bceppa.v1i1.53060>

Tonon, R.V., Brabet, C., Hubinger, M.D., 2017. Aplicação da secagem por atomização para a obtenção de produtos funcionais com alto valor agregado a partir do açaí. *Inclusão Social*, 6(2), 70-76. Disponível em: <http://revista.ibict.br/inclusao/article/view/1742>. Acesso: 15 de fevereiro de 2022.

Tontul, I., Topuz, A., 2017. Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. *Trends in Food Science & Technology*, 63, 91-102. Doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.tifs.2017.03.009>

Wang, W., Hu, D., Pan, Y., Niu, L., & Chen, G. (2018). Multiphase transport modeling for freeze-drying of aqueous material frozen with prebuilt porosity. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 122(1), 1353–1365. Doi:

<https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.02.054>

## 5 CONCLUSÕES

As polpas dos frutos do cacau (*Theobroma cacao* L.) analisadas (*blend 1* e *blend 2*) apresentaram potencial para o processamento tecnológico e desenvolvimento de produtos alimentícios, por conter importante composição centesimal, elevado teor de sólidos solúveis e valor calórico relativamente baixo, podendo ser acrescentada em dietas e utilizada em complementações alimentares.

No Estudo I, o processo de secagem da polpa do cacau pelo método camada de espuma (*Foam mat drying*) apresenta-se como uma boa alternativa para a obtenção deste subproduto em pó. As espumas produzidas com o agente espumante entrecasca do juá em pó apresentaram boa estabilidade e a utilização do agente possibilitou a formação de espumas aeradas e características, podendo-se destacar o experimento realizado com maior concentração de agente espumante (5%), maior tempo de agitação (6 min) e menor temperatura de secagem (50 °C). A capacidade de incorporação de ar e o percentual de expansão das espumas aumentam com o aumento da concentração do espumante, enquanto, a densidade diminui.

No Estudo II, o processo de secagem por camada de espuma foi eficiente e importante proposta para secagem do material em estudo quando adicionado do agente carreador de secagem (maltodextrina) que possibilitou possível encapsulamento dos açúcares presentes na polpa que dificultaram o processo de secagem. No entanto, as espumas obtidas apresentaram melhores estabilidades durante a secagem e os pós obtidos foram característicos com satisfatórios valores de  $A_w$ , favorecendo o controle microbiano e prolongamento da vida de prateleira desses produtos.

O processo de secagem por camada de espuma é considerado uma alternativa importante para secagem da polpa do cacau quando comparada a liofilização que é uma técnica com custos relativamente mais elevados e que demanda maior tempo de secagem.

Todas as amostras em pó avaliadas (*blend 2*) apresentaram boa fluidez e coesividade, indicativo de qualidade satisfatória dos pós para elaboração de produtos alimentícios.

Diante do exposto, o presente estudo pode proporcionar oportunidades de aproveitamento da polpa do cacau para a produção em pó com adição de ingredientes prebióticos, possibilitando assim, agregar valor ao subproduto proveniente do processamento dos frutos do cacau, desenvolvimento de um produto potencialmente funcional e disponibilidade por maior período para comercialização.

**ANEXOS**

## ANEXO A: Comprovante de publicação do artigo I.

Research, Society and Development, v. 11, n. 3, e52511326677, 2022  
(CC BY 4.0) | ISSN 2525-3409 | DOI: <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v11i3.26677>

## Avaliação da composição nutricional, caracterização e correlação dos parâmetros de qualidade da polpa do cacau

Evaluation of nutritional composition, characterization and correlation of pulp quality parameters of cocoa

Evaluación de la composición nutricional, caracterización y correlación de los parámetros de calidad de la pulpa de cacao

Recebido: 07/02/2022 | Revisado: 16/02/2022 | Aceito: 25/02/2022 | Publicado: 06/03/2022

### Raimunda Valdenice da Silva Freitas

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9240-2810>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: valdenice2006@yahoo.com.br

### Flávio Luiz Honorato da Silva

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1307-3324>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: flavioluizh@yahoo.com.br

### Josilene de Assis Cavalcante

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1179-1576>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: josy\_cavalcante@yahoo.com.br

### Iasmyn Irenny de Souza Costa

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1772-7735>

Universidade Federal da Paraíba, Brasil

E-mail: iasmynsouzacosita@hotmail.com

### Diógenes Henrique Abrantes Sarmento

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3157-8951>

União dos Agronegócios no Vale do Jaguaribe, Brasil

E-mail: dabrantes01@yahoo.com.br

### Renata Chastinet Braga

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6630-2835>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Brasil

E-mail: rchastinet@ifce.edu.br

### Felipe Sousa da Silva

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1166-8474>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Brasil

E-mail: fesos2005@gmail.com

### Mayra Cristina Freitas Barbosa

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7079-8271>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Brasil

E-mail: mayracristinaf@gmail.com

### Esiana de Almeida Rodrigues

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9673-2190>

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Brasil

E-mail: esiana.rodrigues@ifce.edu.br

### Resumo

O objetivo deste trabalho foi avaliar a composição nutricional, caracterizar e correlacionar os parâmetros de qualidade da polpa do cacau. A amostra analisada foi a polpa dos frutos do cacau dos genótipos CCN51 e CEPEC 2005, denominada comercialmente de *blend*. Foram avaliadas a composição centesimal aproximada, valor calórico, características físicas, físico-químicas, químicas e correlação dos parâmetros analisados. A polpa apresentou baixo valor calórico (56,19 Kcal), alto teor de sólidos solúveis (20,40°Brix), ratio (32,45) e potássio (128,61 mg/100g). Além de correlações muito forte ( $r \pm 0,91$  a  $\pm 1,00$ ) e forte ( $r \pm 0,71$  a  $\pm 0,90$ ) ao nível de 5% de significância entre as características ratio, sólidos solúveis,  $A_w$ , açúcares totais, amido, densidade e vitamina C. A amostra apresenta potencial de utilização para desenvolvimento de produtos alimentícios, pois contém importante composição centesimal, resultados expressivos para o teor de sólidos solúveis, ratio, açúcares totais e redutores e valor calórico relativamente baixo, podendo ser adicionada em dietas, suplementação alimentar, como também em processamentos tecnológicos.

**Palavras-chave:** *Blend*; CCN 51; CEPEC 2005; *Theobroma cacao* L.

## ANEXO B: Comprovante de submissão do artigo II:

02/03/2022 10:50

ScholarOne Manuscripts



Food Science and Technology International

[Home](#)[Author](#)[Review](#)

# Submission Confirmation

[Print](#)

Thank you for your submission

**Submitted to**

Food Science and Technology International

**Manuscript ID**

FSTI-22-0181

**Title**Effect of juá inner bark on the drying of cocoa pulp (*Theobroma cacao* L.) by foam-mat drying**Authors**

Freitas, Raimunda

Silva, Flavio

Cavalcante, Josilene

Costa, Iasmyn

Sarmiento, Diógenes

Coutinho, Tatyana

**Date Submitted**

02-Mar-2022

[Author Dashboard](#)

ANEXO C: Depósito de patente.



**Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT**

**Número do Processo:** BR 10 2019 025711 3

**Dados do Depositante (71)**

---

**Depositante 1 de 1**

**Nome ou Razão Social:** UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAIBA

**Tipo de Pessoa:** Pessoa Jurídica

**CPF/CNPJ:** 24098477000110

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Jurídica:** Instituição de Ensino e Pesquisa

**Endereço:** Cidade Universitária

**Cidade:** João Pessoa

**Estado:** PB

**CEP:** 58059-900

**País:** Brasil

**Telefone:** (83) 32167558

**Fax:**

**Email:** inova@reitoria.ufpb.br

---

**PETICIONAMENTO  
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Peticionamento Eletrônico em 05/12/2019 às 10:25, Petição 870190128216

05/12/2019 870190128216  
10:25

29409161912650591

## Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2019 025711 3

### Dados do Depositante (71)

---

#### Depositante 1 de 1

**Nome ou Razão Social:** UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAIBA

**Tipo de Pessoa:** Pessoa Jurídica

**CPF/CNPJ:** 24098477000110

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Jurídica:** Instituição de Ensino e Pesquisa

**Endereço:** Cidade Universitária

**Cidade:** João Pessoa

**Estado:** PB

**CEP:** 58059-900

**País:** Brasil

**Telefone:** (83) 32167558

**Fax:**

**Email:** inova@reitoria.ufpb.br

---

**PETICIONAMENTO  
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 05/12/2019 às 10:25, Petição 870190128216

**Dados do Inventor (72)**

---

**Inventor 1 de 6****Nome:** RAIMUNDA VALDENICE DA SILVA FREITAS**CPF:** 02557091375**Nacionalidade:** Brasileira**Qualificação Física:** Doutorando**Endereço:** Rua José Ferreira Sombra, nº 2032, bairro Luís Alves de Freitas**Cidade:** Limoeiro do Norte**Estado:** CE**CEP:** 62930-000**País:** BRASIL**Telefone:** (88) 992 973224**Fax:****Email:** valdenice2006@yahoo.com.br**Inventor 2 de 6****Nome:** JOSILENE DE ASSIS CAVALCANTE**CPF:** 71454969415**Nacionalidade:** Brasileira**Qualificação Física:** Professor do ensino superior**Endereço:** Rua Armando Vasconcelos, nº 163, apto 1102, bairro de Miramar**Cidade:** João Pessoa**Estado:** PB**CEP:** 58043-080**País:** BRASIL**Telefone:** (83) 996 420413**Fax:****Email:** josy\_cavalcante@yahoo.com.br**Inventor 3 de 6**

---

**PETICIONAMENTO  
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 05/12/2019 às 10:25, Petição 870190128216

**Nome:** FLÁVIO LUIZ HONORATO DA SILVA

**CPF:** 42579325468

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Professor do ensino superior

**Endereço:** Av. Epitácio Pessoa, 3883, apt. 1001A, bairro de Miramar

**Cidade:** João Pessoa

**Estado:** PB

**CEP:** 58032-000

**País:** BRASIL

**Telefone:** (83) 999 219209

**Fax:**

**Email:** flavioluizh@yahoo.com.br

**Inventor 4 de 6**

**Nome:** IASMYN IRENNY DE SOUZA COSTA

**CPF:** 10192609475

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Estudante de Graduação

**Endereço:** Rua Manoel Luís de Lima Nº: 162, bairro Cruz das Armas

**Cidade:** João Pessoa

**Estado:** PB

**CEP:** 58086-000

**País:** BRASIL

**Telefone:** (83) 996 557609

**Fax:**

**Email:** iasmynsouzacosta@hotmail.com

**Inventor 5 de 6**

**PETICIONAMENTO  
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 05/12/2019 às 10:25, Petição 870190128216

**Nome:** JÉSSICA KELLY DA SILVA NEGREIROS

**CPF:** 09679885437

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Doutorando

**Endereço:** Rua Professora Maria Lianza, 185, Residencial Lírios, apto 402,  
bairro Jardim Cidade Universitária

**Cidade:** João Pessoa

**Estado:** PB

**CEP:** 58052-320

**País:** BRASIL

**Telefone:** (83) 993 866387

**Fax:**

**Email:** jessica\_k\_ell@hotmail.com

**Inventor 6 de 6**

**Nome:** DIÓGENES HENRIQUE ABRANTES SARMENTO

**CPF:** 02899275445

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Doutorando

**Endereço:** Rua Estevão Remígio, N 456, bairro Centro

**Cidade:** Limoeiro do Norte

**Estado:** CE

**CEP:** 62930-000

**País:** BRASIL

**Telefone:** (88) 999 659836

**Fax:**

**Email:** dabrantes01@yahoo.com.br

#### **Documentos anexados**

---

<b>Tipo Anexo</b>	<b>Nome</b>
Comprovante de pagamento de GRU 200	00_Comprovante de pagamento.pdf
Relatório Descritivo	01_Relatorio_descritivo.pdf
Reivindicação	02_Reivindicacoes.pdf
Desenho	03_Desenho.pdf
Resumo	04_Resumo.pdf

**PETICIONAMENTO  
ELETRÔNICO**

Esta solicitação foi enviada pelo sistema Petição Eletrônica em 05/12/2019 às 10:25, Petição 870190128216

## ANEXO D: Comprovante de publicação e apresentação de resumo no Simpósio Latino Americano de Ciência de Alimentos - SLACA 2021.



**Simpósio Latino Americano de Ciência de Alimentos**  
**Impacto da Ciência de Alimentos na Saúde e na Doença**  
 12 a 14 de dezembro de 2021  
 Evento online

# CERTIFICADO

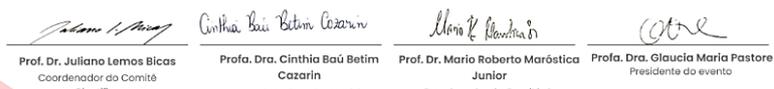
Certificamos que o trabalho intitulado:

**"Efeito da entrecasca do juá no processo de secagem por camada de espuma da polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.)"**

De autoria de

**"Raimunda Valdenice da Silva Freitas, Flávio Luiz Honorato da Silva, Josilene de Assis Cavalcante, Diogenes Henrique Abrantes Sarmento, Iasmyn Irenny de Souza Costa"**

foi apresentado na categoria "Pôster" no 14º Simpósio Latino Americano de Ciência de Alimentos - SLACA: "Impacto da Ciência de Alimentos na Saúde e na Doença", realizado de 12 a 14 de dezembro de 2021, no formato online.



Prof. Dr. Juliano Lemos Bicas  
Coordenador do Comitê Científico

Profa. Dra. Cinthia Baú Betim Cazarin  
Coordenadora do Comitê Científico

Prof. Dr. Mario Roberto Maróstica Junior  
Coordenador do Comitê de Programação

Profa. Dra. Glaucia Maria Pastore  
Presidente do evento

Certification by Galos




**Efeito da entrecasca do juá no processo de secagem por camada de espuma da polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.)**

FREITAS<sup>1</sup>, R.V.daS.; SILVA<sup>1</sup>, F.L.H.; CAVALCANTE<sup>2</sup>, J.deA.; SARMENTO<sup>3</sup>, D.H.A.; COSTA<sup>2</sup>, I.I.deS.

<sup>1</sup>Departamento de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal da Paraíba (UFPB) – Paraíba, [valdenice2006@yahoo.com.br](mailto:valdenice2006@yahoo.com.br); [flavioluizh@yahoo.com.br](mailto:flavioluizh@yahoo.com.br)

<sup>2</sup>Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba (UFPB) – Paraíba, [josy\\_cavalcante@yahoo.com.br](mailto:josy_cavalcante@yahoo.com.br); [iasmynsouzacosta@hotmail.com](mailto:iasmynsouzacosta@hotmail.com)

<sup>3</sup>União dos Agronegócios no Vale do Jaguaribe (UNIVALE) – Ceará, [dabrantess01@yahoo.com.br](mailto:dabrantess01@yahoo.com.br)

Resumo: A polpa do cacau apresenta sabor ácido adocicado agradável e importante valor nutricional. Para a sua conservação, o método de secagem por camada de espuma é uma alternativa viável, capaz de aumentar a vida útil e que faz uso de estabilizantes e/ou emulsificantes comerciais. Espécies vegetais, como a entrecasca do juá, apresenta potencial na formação de espumas que serão submetidas à secagem. Este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da entrecasca do juá no processo de secagem por camada de espuma da polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.). A amostra utilizada foi o *blend* de cacau obtido pela mistura das polpas dos genótipos PS1319.2005 e PS1319.2006. Foram avaliadas as variáveis: concentração do agente espumante - Entrecasca do juá em pó (3%, 5% e 7%), concentração do agente carreador - Maltodextrina (10%, 15% e 20%) e temperaturas de secagem (60°C, 70°C e 80°C) com resultados expressos nos fatoriais mínimo (-1), central (0) e máximo (+1). Foram avaliadas a estabilidade e capacidade de incorporação de ar das espumas; rendimento teórico e atividade de água dos pós obtidos e tempo de secagem. A espuma formada nas condições mínimas apresentou melhor estabilidade (2,5 mL), enquanto nas demais condições variou de 4,2 a 4,6 mL. A capacidade de incorporação de ar aumentou nas maiores concentrações do espumante atingindo maior valor (700%) para a condição do ponto central (0). Ressalta-se que a entrecasca do juá possui elevada concentração de saponinas, eliminadas nas temperaturas estudadas. Nas condições centrais o pó produzido apresentou maior rendimento teórico (84,05%) e menor valor de atividade de água (0,3). O experimento realizado nas condições máximas apresentou menor tempo de secagem (120 minutos). A entrecasca do juá apresentou importante função na formação de espumas aeradas, obtenção de produtos em pó e favorável rendimento teórico pelo método de secagem por camada de espuma.

Órgãos Financiadores: CAPES/FAPESQ e Universidade Federal da Paraíba.

Palavras-chave: Estabilidade; Produto em pó; Umidade.

## **APÊNDICES**

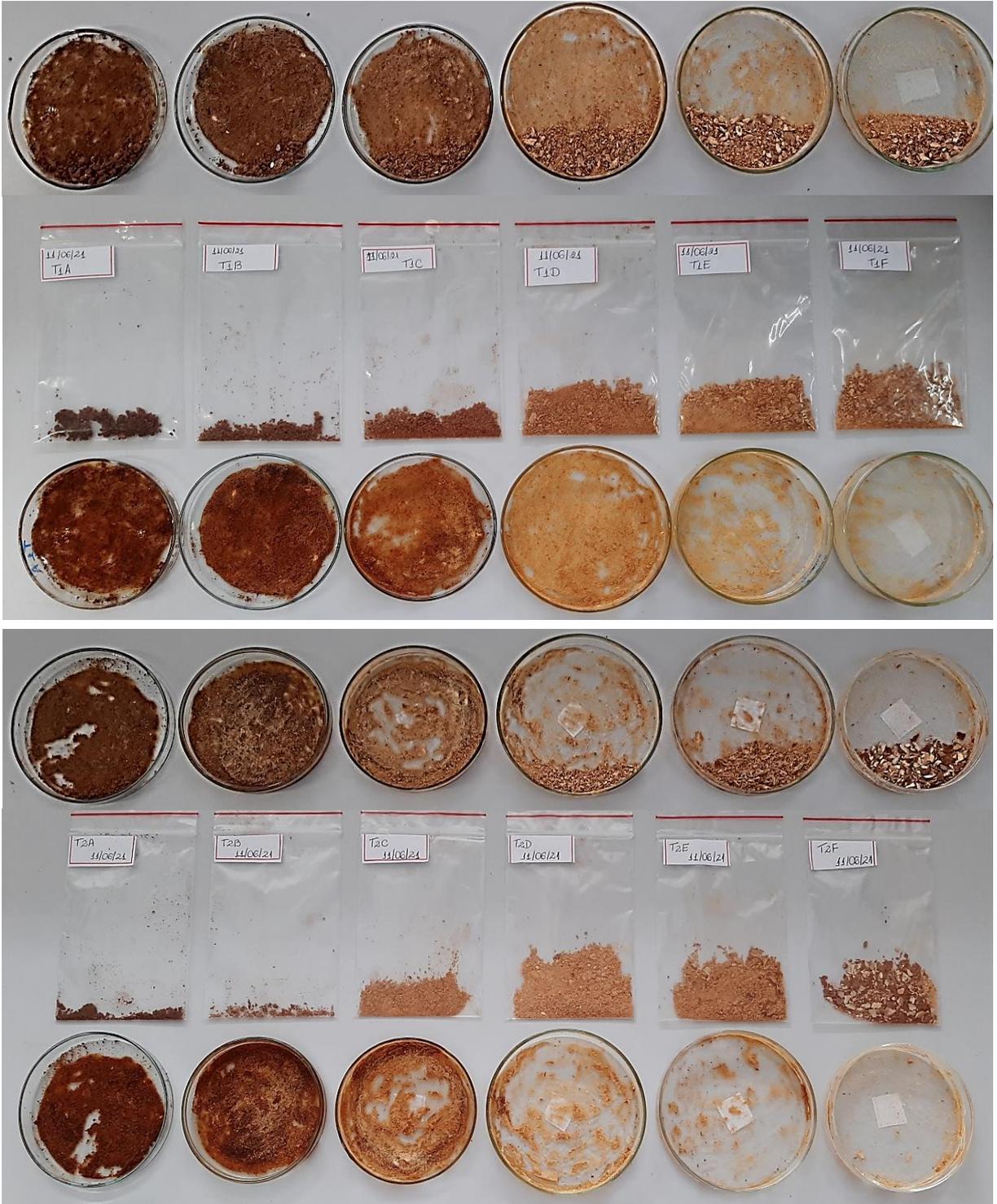
## APÊNDICE A:

**Resultados - Estudo II:****Caracterização das matéria-prima e secagem da polpa do cacau por camada de espuma  
(Foam-mat Dryng) (blend 2)**

**Figura 1.** Registros dos testes iniciais para secagem da polpa do cacau (*blend 2*), conforme variáveis avaliadas e expressas na Tabela 4 (Estudo II).



**Figura 2.** Registros dos testes iniciais para secagem da polpa do cacau (*blend 2*), conforme variáveis avaliadas e expressas na Tabela 5 (Estudo II).



## APÊNDICE B:

**Resultados - Estudo III:**  
**Secagem por camada de espuma da polpa do cacau (*Theobroma cacao* L.)  
adicionada de prebióticos**

**Figura 3.** Pós da polpa do cacau adicionada de prebiótico em diferentes concentrações (14 experimentos).

