

Marta Fernanda Zotarelli

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MANGA  
DESIDRATADA EM PÓ POR DIFERENTES PROCESSOS DE  
SECAGEM**

Tese de doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial à obtenção do Grau de Doutor em Engenharia de Alimentos. Área de concentração: Desenvolvimento de Processos da Indústria de Alimentos.  
Orientador: Prof. Dr. João Borges Laurindo

Florianópolis  
2014.

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Zotarelli, Marta Fernanda

Produção e Caracterização de Manga Desidratada em Pó por Diferentes  
Processos de Secagem / Zotarelli, Marta, orientador João Borges  
Laurindo Florianópolis, SC, 2014.

165 p.

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Santa Catarina, Centro  
Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Inclui referências

1. *Refractance window*. 2. Liofilização. 3. *Spray-drying*. 4. Cinética de secagem. I.  
Laurindo, João Borges. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de  
Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos. III. Título.

## **Folha de assinaturas**



## AGRADECIMENTOS

Tantas são as pessoas que fazem parte de nossa jornada e colaboram conosco para a obtenção de conquistas como essa, mas pouco é o espaço físico para poder agradecê-las. Mesmo que eu não consiga citar o nome de todas as pessoas importantes, saibam que agradeço profundamente a contribuição de cada uma. Por não ser possível citar todas, destaco:

À Deus! Pai, muito obrigada por tudo que tenho recebido de bom na minha vida!

Ao meu orientador Dr. João Borges Laurindo, agradeço pelos ensinamentos, pela excelente orientação durante o mestrado e o doutorado, pela paciência e amizade, e por todas as oportunidades proporcionadas de crescimento profissional.

Aos demais professores do Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos em especial, ao prof. Bruno A. M. Carciofi pelas contribuições significativas para esse trabalho, para as discussões, elaboração dos artigos e pela amizade.

À professora Dra. Miriam Dupas Hubinger por ter aberto as portas de seu laboratório na UNICAMP, possibilitando a realização de uma parte experimental desse trabalho, contribuindo para o meu crescimento profissional e pessoal. Minha estadia em Campinas possibilitou conhecer e fazer amizades com pessoas maravilhosas! Agradeço a todos os colegas e funcionários do Laboratório de Engenharia de Processos (LEP) pelas contribuições experimentais e pela amizade. Em especial gostaria de destacar as amigas que tenho certeza vou levar: Gláucia Viera (Gal), Vanessa M. Silva (Vanessinha), Fernanda Yumi Ushikubo (Fezinha) e a Ana Clara Kawazoe Sato (Aninha).

Aos membros da banca, por aceitarem avaliar este trabalho e por suas sugestões.

Aos professores da Universidade Estadual de Maringá, em especial profa. Dra. Grasielle Scaramal Madrona e prof. Dr. Benício Alves Filho que sempre estiveram me incentivando.

A todos os colegas de laboratório do Laboratório de Propriedades Físicas dos Alimentos (PROFI): muito obrigada a todos vocês pela amizade, companhia, auxílio e pelos bons momentos durante todos esses anos! Em especial, gostaria de agradecer à Angelise, à Milene, à Franciny, à Darlene, à Marieli, à Barbara, ao Leno e ao Giustino pela amizade que tenho certeza que permanecerá, pelas

palavras de apoio nos momentos difíceis e pelas contribuições experimentais. À Franciny, além da amizade, gostaria de agradecer ao exemplo, as contribuições a esse trabalho e por ter aceitado ser relatora dessa tese.

As amigas que não são do PROFI: Kátia Rezzadori, Morgana Zimmermann, Patrícia Benelli, Natália Mezzomo, Daniela Oliveira, Vanessa Noguchi, Flávia R. Lopes e a Gabrielle Chiarani por toda a amizade, apoio e carinho sempre!

À CAPES e ao CNPq pelo apoio financeiro.

Ao Eduardo Aranda, meu querido amado Dudu, meu companheiro, que me deu suporte nesses últimos anos para a finalização desse trabalho, obrigada por todo amor, carinho e compreensão nos momentos difíceis, pelo incentivo durante esse período.

A minha família, em especial aos meus avôs maternos (Seu Luiz e Dona Zulmira *in memoriam*) e aos avôs paternos (Seu Luiz e Dona Alzira) muito obrigada pelo trabalho de vocês!!! Nossas conquistas atuais só são possíveis devido à dedicação, ao trabalho e o esforço de vocês, que foram continuados pelos nossos amados pais!! Aos meus pais **Arlete** e **Antonio** e ao meu irmão Lincoln pelo amor e incentivo sempre! Obrigada por vocês existirem e serem minha família, por mais que eu procurasse palavras, elas não seriam suficientes para definir o meu amor por todos vocês!

Dedico este trabalho a vocês.

*“A mente que se abre a uma nova ideia jamais  
voltará ao seu tamanho original.”  
Albert Einstein*



## RESUMO

O *refractance window* (RW) ou janela de refractância é um processo de secagem desenvolvido com objetivo de produzir frutas e hortaliças em pó com qualidade superior e competir com as tecnologias atualmente dominantes, ou seja, a liofilização, a secagem por atomização (*spray drying* – SD) e a secagem em tambor (*drum drying* – DD). No processo de secagem por RW, o suco ou polpa é espalhado na face superior de um filme de poliéster, que tem sua face inferior em contato com água quente. O filme de poliéster utilizado é parcialmente transparente à radiação infravermelha (IV) emitida pela água quente. Assim, os três modos transferência de calor, condução, convecção e radiação, estão presentes nesse sistema de secagem. Sendo assim, o objetivo deste trabalho é o estudo comparativo de diferentes processos de secagem e a obtenção de manga desidratada em pó com qualidade superior utilizando *refractance window*, liofilização e *spray-drying* como métodos de secagem. Este estudo será dividido em três partes. A primeira parte consiste na avaliação da transparência do filme de *mylar* à radiação IV e das cinéticas de secagem da polpa utilizando diferentes temperaturas da água de aquecimento (75, 85 e 95 °C) e diferentes espessuras da camada de purê de manga (2, 3 e 5 mm). Para avaliar a importância relativa da transferência de calor por radiação da água quente para a polpa de manga, o processo também foi realizado com o filme pintado de preto, bloqueando a passagem da radiação IV originária da água. Os resultados demonstraram que o filme *mylar* utilizado neste estudo foi transparente em algumas bandas de comprimento de onda do espectro, dentro da banda que caracteriza a radiação IV e o filme pintado foi opaco à radiação. A polpa de manga seca por RW (filme de *mylar* não pintado) apresentou taxas de secagem superiores em relação à secagem efetuada com o filme de *mylar* pintado de preto, para as espessuras de camada de 2 e 3 mm. Para as polpas espalhadas com 5 mm de espessura não houve diferença no tempo de secagem entre os dois processos. Na segunda parte deste estudo foram caracterizados os pós de manga obtidos por RW, SD e liofilização, por determinações das massas específicas (aparente e absoluta), da microestrutura utilizando a microscopia eletrônica de varredura (MEV), cor, isotermas de sorção de umidade e diagramas de estado. Por fim, a última parte desse trabalho está relacionada com a reidratação dos pós, e foram analisados o tempo de dispersão, o ângulo de contato dos pós e a solubilidade, e

complementando esse estudo foi determinado o comportamento reológico das polpas reconstituídas.

**Palavras chave:** *refractance window*, liofilização, *spray-drying*, cinética de secagem, caracterização de pós, reidratação dos pós.

## ABSTRACT

The refractance window (RW) is drying processes developed with the aim of producing fruit and vegetable powder with superior quality and to compete with the currently dominant technologies, such as freeze drying, spray drying and drum drying. In RW drying process, the juice or fruit pulp is spread on the upper surface of a polyester film, which has its lower surface in contact with hot water. The polyester film used is partially transparent to infrared radiation emitted by hot water. Therefore, the three modes of heat transfer, conduction, convection and radiation, are present in this drying system. Thus, there is a lack of publications about the mechanisms of heat transfer and mass involved in RW drying. In this context, the aim of this work is to study the drying of mango pulp by RW, spray drying and freeze drying and to characterize the mango powder obtained by both processes. This study was divided into three parts. The first part consists in evaluating the transparency of mylar film to infrared radiation and the drying kinetics of the pulp using different heating temperatures of the water (75, 85 and 95 °C) and different thicknesses of mango pulp (2, 3 and 5 mm) layer. In order to evaluate the relative importance of heat transfer by radiation from the hot water to the mango pulp, the process was also carried out with the film painted with black ink, blocking the passage of infrared radiation from the hot water. The results showed that the mylar film used in this study was transparent in some wavelength bands of the spectrum within the band that characterizes the infrared radiation. The mango pulp dried by RW (not painted mylar film) showed higher drying rates compared to drying with the black mylar painted, for the layer thicknesses of 2 to 3 mm. For the pulps spread with 5 mm of thickness no difference in drying time between the two processes was observed. In the second part of this study, the mango powders obtained by RW, spray drying and freeze drying were characterized by analysis of density (apparent and absolute), the microstructure using scanning electronic microscopy (SEM), color, moisture sorption isotherms and state diagrams. Finally, the last part of this work is related with the rehydration of the powders, for this purpose the wetting time, the contact angle and solubility were analyzed, and the rheological behavior of reconstituted pulps was determined, for complementing the study.

**Key words:**refractance window, freeze-drying, spray drying, powder characterization, powderrehydration.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1. Composição média da manga var. Tommy Atkins por 100 gramas da parte comestível.....	30
Tabela 1.2. Modelos matemáticos para o ajuste de isotermas de sorção de alimentos.....	36
Tabela 1.3. Principais aplicações industriais do <i>spray dryer</i> .....	56
Tabela 2.1. Taxas de secagem de polpa de manga por <i>refractance window</i> e secagem sobre filme opaco.....	85
Tabela 2.2. Fluxo evaporativo do <i>refractance window</i> e da secagem sobre filme opaco, em diferentes condições experimentais.....	89
Tabela 3.1 Caracterização da polpa de manga filtrada.....	111
Tabela 3.2. Temperatura do produto, tempo de residência e rendimento durante a secagem de polpa por <i>refractance window</i> , por <i>spray drying</i> e por <i>liofilização</i> .....	112
Tabela 3.3. Umidade, atividade de água e higroscopicidade dos pós de manga obtidos por diferentes processos de secagem.....	114
Tabela 3.4. Valores do diâmetro médio dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem.....	117
Tabela 3.5. Massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito das partículas de manga em pó produzidas por diferentes processos de secagem.....	118
Tabela 3.6. Parâmetros de cor dos pós de manga obtidos por diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina.....	123
Tabela 3.7 Carotenoides totais da polpa e dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem.....	125
Tabela 3.8. Umidades de equilíbrio dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem, com e sem agentes carreadores.....	127
Tabela 3.9. Parâmetros estimados do modelo de GAB para polpa de manga em pó com e sem maltodextrina produzida por diferentes processos de secagem.....	127
Tabela 3.10. Parâmetros estimados do modelo de Gordon-Taylor para os pós de manga produzidos em diferentes processos.....	132
Tabela 4.1 Ângulo de contato entre os pós de manga e água, tempo médio de dispersão dos pós em água e solubidade em água. Os pós de manga obtidos por: <i>refractance window</i> (RW), <i>refractance window</i> com maltodextrina (RWM), <i>liofilização</i> (FD), <i>spray drying</i> (SD) e por <i>spray drying</i> com maltodextrina (SDM).....	147

Tabela 4.2. Parâmetros de cor das polpas de manga reconstituídas obtidas por diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina.....	150
Tabela 4.3. Valores do diâmetro médio dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem.....	154
Tabela 4.4. Parâmetros do modelo de Herschel-Bulkley para as polpas de manga.....	156

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Isotermas típicas de sorção e dessorção de umidade em um alimento.....	35
Figura 1.2. Tipos de isotermas de sorção.....	37
Figura 1.3. Estados em que podem encontrar-se os constituintes mais importantes dos alimentos sólidos em função da temperatura ( $T_g$ é a temperatura de transição vítrea, $T_m$ é a temperatura de fusão e $T_b$ é a temperatura de ebulição).....	39
Figura 1.4. Esquema da reconstituição de um aglomerado (solúvel) em uma solução aquosa.....	42
Figura 1.5. Diferentes procedimentos de reidratação de um sólido.....	43
Figura 1.6. Espectro eletromagnético.....	47
Figura 1.7. Fenômenos envolvidos na incidência de uma radiação sobre uma superfície genérica.....	48
Figura 1.8. Poder emissivo espectral do corpo negro.....	50
Figura 1.9. Curva típica da taxa de secagem para condições constantes de processo.....	52
Figura 1.10. Secador de <i>drum dryer</i> simples.....	55
Figura 1.11. Esquema de um <i>spray dryer</i> de ciclo aberto, concorrente.....	57
Figura 1.12. Esquema de um sistema de liofilização.....	59
Figura 1.13. Esquema de um secador por <i>refractance window</i> .....	60
Figura 1.14. Fotografia do <i>refractance window</i> : (a) Visão externa - modelo 1; (b) visão interna - modelo 5; (c) extrato de uva.....	61
Figura 1.15. Dados da transmitância espectral para os filmes de vinil (VIN), <i>mylar</i> (MYL) e para o policarbonato (PLC) com 0.125, 0.13 e 1.22 mm, respectivamente (Adaptado de Meinel e Meinel, 1976).....	64

Figura 1.16. Transmtância total dos filmes de poliestileno, polipropileno, policarbonato, <i>tedlar</i> , vinil, plástico acrílico, <i>mylar</i> , <i>kapton</i> e fibra de vidro, com 5 mm de espessura em função da temperatura da fonte radiante (Adaptada de Tsilingiris, 2003).....	65
Figura 2.1. Esquema do aparato experimental para a secagem por <i>refractance window</i> .....	78
Figura 2.2. Secagem de polpa de manga sobre filme opaco: polpa de manga espalhada com camada de 3 mm (esquerda) e 5 mm (direita)....	80
Figura 2.3. Transmissividade dos filmes <i>mylar</i> original (usado por <i>refractance window</i> ) e pintado com tinta preta (usado na secagem sobre filme opaco). ....	82
Figura 2.4. Curvas de secagem da polpa de manga por <i>refractance window</i> e por secagem sobre filme opaco.....	84
Figura 2.5. Esquema dos mecanismos de transferência de calor presentes na: (a) secagem por <i>refractance window</i> e (b) sobre filme opaco.....	87
Figura 2.6. Esquema dos componentes de fluxo de energia radiante em filme polimérico.....	88
Figura 2.7. Termografia da polpa de manga durante o processo de secagem por <i>refractance window</i> com temperatura da água de 95 °C e espessura da polpa de 2 mm.....	91
Figura 2.8. Termografia durante o processo de secagem da polpa de manga durante a secagem sobre filme opaco com temperatura da água de 95 °C e espessura da polpa de 2 mm. ....	92
Figura 2.9. Perfis de temperatura da água aquecida durante a secagem por RW (—) e por SFO (—) e da polpa de manga RW (■) e SFO (●). ....	93

Figura 3.1. Fluxograma dos processos de secagem utilizados para a produção de manga desidratada em pó.....	103
Figura 3.2. Problemas ocorridos durante a secagem por <i>spray drying</i> . (a) aderência das partículas no interior da câmara de secagem; (b) deposição do pó no sistema que conecta a câmara de secagem ao ciclone. ....	113
Figura 3.3. Distribuição do tamanho de partículas para as amostras de pó de manga produzidas a partir da polpa com e sem agentes carreadores utilizando como processos de secagem o <i>refractance window</i> , <i>spray drying</i> e a liofilização. ....	116
Figura 3.4. Microscopias eletrônica de varredura com aumento de 300x da polpa de manga secas por: (a) <i>refractance window</i> com adição de maltodextrina (10DE); (b) <i>refractance window</i> ; (c) <i>spray drying</i> com maltodextrina (10DE); (e) <i>spray drying</i> ; (f) liofilização. ....	120
Figura 3.5. Microscopia óptica dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem: (a) <i>refractance window</i> com maltodextrina; (b) <i>refractance window</i> ; (c) <i>spray drying</i> com maltodextrina; (d) <i>spray drying</i> ; (e) liofilização; imagens com aumento de 400x. ....	122
Figura 3.6. Fotografia dos pós de manga obtido por: (a) liofilização (FD); (b) <i>spray drying</i> com maltodextrina (SDM); (c) <i>spray drying</i> (SD); (d) <i>refractance window</i> com maltodextrina (RWM) e (e) <i>refractance window</i> (RW). ....	125
Figura 3.7. Isoterma de sorção de umidade dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem.....	128
Figura 3.8. Temperatura de transição vítrea em função da fração de sólidos da manga em pó obtida por: (□) <i>refractance window</i> , (▲)	

*refractance window* com maltodextrina; (○) *spray drying* e (\*) *spray drying* com maltodextrina. ....131

Figura 3.9. Variação da temperatura de transição vítrea (linha hachurada) e da umidade de equilíbrio (linha sólida) em função da atividade de água para pós de manga produzidos por: (a) *refractance window*; (b) *refractance window* com maltodextrina; (c) *spray drying* e (d) *spray drying* com maltodextrina.....133

Figura 4.1. Fotografia do aparato utilizado para determinar o tempo de molhagem.....144

Figura 4.2. Ângulo de contato dos pós de manga obtidos por (a) *refractance window*; (b) *refractance window* com maltodextrina; (c) *liofilização* (d) *spray drying* e (e) *spray drying* com maltodextrina. ...147

Figura 4.3. Fotografia dos pós e das polpas de manga reconstituídas: (a<sub>1</sub>) polpa de manga reconstituída (FD); (a<sub>2</sub>) pó de manga FD; (b<sub>1</sub>) Polpa de manga (SDM); (b<sub>2</sub>) pó de manga (SDM); (c<sub>1</sub>) polpa de manga reconstituída (SD); (c<sub>2</sub>) pó de manga (SD); (d<sub>1</sub>) polpa de manga (RWM); (d<sub>2</sub>) pó de manga (RWM); (e<sub>2</sub>) polpa de manga reconstituída (RW) e (e<sub>1</sub>) pó de manga (RW). ....152

Figura 4.4. Distribuição de tamanho de partículas da polpa de manga; polpa de manga com 5 % de maltodextrina, e das polpas reconstituídas a partir dos pós de mangas secos por *refractance window*, *liofilização* e *spray drying*, e da polpa com 5% com maltodextrina seca por *refractance window* e *spray drying*. ....153

Figura 4.5. Curvas de escoamento: (a) polpa de manga original; (b) polpa de manga com maltodextrina; (c) polpa de manga reconstituída a partir do pó produzido por *spray drying* (SD); (d) polpa de manga com

maltodextrina reconstituída a partir do pó produzido por <i>spray drying</i> (SDM).....	155
Figura 4.6. Curvas de escoamento da polpa de manga com e sem maltodextrina e das polpas reconstituídas a partir dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem. ....	156
Figura 4.7. Viscosidade aparente em função da taxa de deformação, para polpa de manga com e sem maltodextrina, e das polpas reconstituídas a partir dos pós produzidos por diferentes processos de secagem.....	157
Figura 4.8. Microscopia óptica das polpas de manga: (a) original; e reconstituídas a partir dos pós produzidos por diferentes processos de secagem: (b) liofilização (FD); (c) <i>refractance window</i> (RW); (d) <i>refractance window</i> com maltodextrina (RWM); (e) <i>spray drying</i> (SD); (f) <i>spray drying</i> com maltodextrina; imagens com aumento de 100x.....	159



## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>25</b>
<b>1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>29</b>
1.1 Manga.....	29
1.2 Manga variedade <i>Tommy Atkins</i> .....	30
1.3 Produtos desidratados em pó.....	31
1.3.1 Atividade de água e isothermas de sorção.....	33
1.3.2 Transição Vítreia (Tg).....	37
1.3.3 Pegajosidade ( <i>stickiness</i> ) em alimentos em pó.....	41
1.3.4 Reidratação de alimentos em pó.....	42
1.4 Secagem de alimentos.....	45
1.4.1 Fundamentos da transferência de calor.....	45
1.4.2 Fundamentos da secagem.....	51
1.5 Processos de secagem.....	54
1.5.1 <i>Drum drying</i> .....	54
1.5.2 Secagem por atomização ( <i>spray drying</i> ).....	55
1.5.3 Liofilização.....	58
1.5.4 <i>Refractance window</i> .....	60
1.6 Filmes poliméricos.....	63
1.7 Referências.....	66
<b>2. EFEITOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA SECAGEM DE POLPA DE MANGA POR <i>REFRACTANCE WINDOW</i>.....</b>	<b>73</b>
2.1 Introdução.....	74
2.2 Material e métodos.....	77
2.2.1 Preparo da matéria-prima.....	77

2.2.2 Dispositivo experimental utilizado para a secagem por <i>refractance window</i> .....	77
2.2.3 Transmissividade dos filmes <i>mylar</i> .....	78
2.2.4 Metodologia para a avaliação da cinética de secagem de polpa de manga por diferentes técnicas.....	78
2.2.5 Termografia.....	80
2.2.6 Umidade.....	81
2.2.7 Moagem.....	81
2.3 Resultados e discussão.....	82
2.3.1 Transmissividade dos filmes <i>mylar</i> .....	82
2.3.2 Curvas de secagem.....	84
2.4 Considerações finais.....	94
2.5 Referências bibliográficas.....	95
<b>3. CARACTERIZAÇÃO DA MANGA DESIDRATADA EM PÓ OBTIDA POR REFRACTANCE WINDOW, SPRAY DRYING E LIOFILIZAÇÃO.....</b>	<b>99</b>
3.1 Introdução.....	100
3.2 Material e métodos.....	102
3.2.1 Matéria-prima.....	102
3.2.2 Agente carreador.....	103
3.2.3 Processos de secagem.....	103
3.2.4 Rendimento do processo de secagem.....	104
3.2.5 Caracterização.....	104
3.2.6 Carotenoides totais.....	104
3.2.7 Higroscopicidade.....	106
3.2.8 Distribuição do tamanho de partículas.....	106
3.2.9 Massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito de partículas.....	107
3.2.10 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	107

3.2.11 Microscopia ótica.....	108
3.2.12 Cor.....	108
3.2.13 Análise estatística.....	108
3.2.14 Isotermas de sorção.....	108
3.2.15 Temperatura de transição vítrea.....	109
3.3 Resultados e discussão.....	110
3.3.1 Composição da matéria-prima.....	110
3.3.2 Secagem e características dos pós de manga.....	112
3.3.3 Distribuição do tamanho de partículas.....	115
3.3.4 Massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito das partículas.....	118
3.3.5 Morfologia dos pós.....	120
3.3.6 Cor.....	123
3.3.7 Carotenoides totais nos pós de manga.....	125
3.3.1 Isotermas de sorção de umidade.....	126
3.3.2 Temperatura de transição vítrea.....	131
3.4 Considerações finais.....	134
3.5 Referências Bibliográficas.....	135
<b>4. REIDRATAÇÃO DOS PÓS DE MANGA OBTIDOS POR REFRACTANCE WINDOW, SPRAY DRYING E LIOFILIZAÇÃO.....</b>	<b>141</b>
4.1 Introdução.....	141
4.2 Material e métodos.....	142
4.2.1 Matéria-prima e agente carreador.....	142
4.2.2 Sólidos solúveis, umidade e atividade de água.....	143
4.2.3 Pós de manga.....	143
4.2.4 Ângulo de contato.....	143
4.2.5 Solubilidade.....	143

4.2.6 Tempo de dispersão.....	144
4.2.7 Reidratação.....	144
4.2.8 Cor.....	145
4.2.9 Distribuição do tamanho de partículas.....	145
4.2.10 Comportamento reológico das polpas de manga reconstituídas.....	145
4.2.11 Microscopia ótica.....	146
4.3 Resultados.....	146
4.3.3 Distribuição do tamanho das partículas das polpas reconstituídas.....	152
4.3.4 Reologia.....	154
4.4 Considerações finais.....	160
4.5 Referências bibliográficas.....	160
<b>CONCLUSÕES FINAIS.....</b>	<b>163</b>
<b>PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>165</b>

## INTRODUÇÃO

---

O Brasil é um dos maiores produtores de frutas do mundo, devido ao seu clima favorável. Contudo, a maior parte destas frutas é sazonal e no estado maduro apresentam alta perecibilidade, dificultando a comercialização em sua forma *in natura*, resultando em consideráveis perdas pós-colheita. Uma alternativa para aproveitar a produção excedente é a secagem dessas frutas, que pode ser realizada com o produto inteiro, em pedaços ou na forma de polpa ou suco, para a produção de frutas em pó. Frutas desidratadas são produtos práticos, com menores custos de transporte, fáceis de armazenar e usar em formulações domésticas e industriais. Entretanto, devem ser desidratadas por processos que mantenham boa parte de suas características nutricionais e sensoriais.

Os alimentos desidratados em pó têm ganhado destaque nas indústrias, por serem ingredientes convenientes e seguros na formulação de diversos produtos, como sucos, bolos, *mousses*, sorvetes, cereais matinais, maioneses. Além disso, têm sido usados na substituição a farinha de trigo para formulação de produtos destinados às pessoas celíacas e como fontes de complexos vitamínicos para esportistas.

A secagem é um dos processos mais antigos de preservação dos alimentos e uma alternativa bastante vantajosa, a qual visa à redução dos teores de umidade dos produtos a níveis que dificultem o crescimento microbiano e o desenvolvimento de reações físico-químicas. Muitos processos de secagem têm sido empregados para a produção de alimentos em pó, entre os quais se destaca a secagem por atomização ou *spray drying*. O princípio deste processo é a pulverização do líquido a ser seco na câmara de secagem, produzindo inúmeras gotículas e aumentando a área superficial. Essas gotículas entram em contato com uma corrente de ar aquecido, e por fim ocorre a evaporação do solvente e a formação da partícula sólida. Apesar de bastante utilizada, a atomização apresenta algumas limitações para a secagem de produtos ricos em açúcar e ácidos orgânicos, tais como frutas, hortaliças, etc. Estes produtos apresentaram uma temperatura de transição vítrea baixa, podendo provocar problemas operacionais devido à adesão do produto nas paredes do secador, resultando em baixos rendimentos. Para solucionar este tipo de inconveniente, geralmente são utilizados aditivos de alta massa molar, como as maltodextrinas que elevam a temperatura de transição vítrea (Bhandari, 2007).

A liofilização é um processo que tem sido empregado para a obtenção de alimentos desidratados (em pedaços ou líquidos) com qualidade superior. Na liofilização a umidade é removida por sublimação e uma vez que são utilizadas baixas temperaturas, este processo é recomendado para produtos termos sensíveis, sendo bastante utilizado na indústria alimentícia e farmacêutica. Entretanto, a liofilização apresenta algumas desvantagens, como elevado custos operacionais e longos tempos de processo.

O *refractance window* é uma tecnologia recente e promissora para produção de alimentos desidratados em filme e/ou pó, na qual o produto a ser seco, em forma de polpa ou purê, é espalhado sobre uma esteira plástica que flutua sobre água aquecida. Esta esteira é composta por um filme de poliéster transparente (*mylar*) à radiação infravermelha, que no caso é emitida pela água aquecida. Desta maneira, neste processo estão presentes a radiação, a condução e a convecção como mecanismos de transferência de calor. Na literatura é possível encontrar a aplicação deste processo na secagem de morango, abóbora, cenoura, frutas vermelhas, açaí, entre outros. Entretanto, pouca ou quase nenhuma informação a respeito da contribuição de cada mecanismo de energia na transferência de calor está disponível.

Sendo assim, o objetivo deste trabalho é a obtenção de pós de manga desidratado por *refractance window* e comparar o produto obtido como outros processos de secagem como a liofilização e *spray-drying*.

Os objetivos específicos são:

- Desenvolver um dispositivo experimental para o estudo da secagem por *refractance window* em batelada.
- Estudar a cinética de secagem da polpa de manga por *refractance window* e avaliar a influência das condições de processo, fonte de radiação, temperatura da água e espessura da camada de polpa na cinética da secagem.
- Caracterizar os pós de manga desidratada pelos diferentes métodos de secagem quanto à: umidade, atividade de água, cor, massa específica aparente e absoluta, porosidade, distribuição do tamanho de partículas, carotenoides totais, e morfologia das partículas;
- Estudar a estabilidade dos pós de manga desidratados através de isotermas de sorção de umidade e de diagramas de estado.

- Avaliar a reidratação dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem utilizando análises de tempo de dispersão, ângulo de contato e solubilidade, a cor das polpas reconstituídas a partir dos pós e seu comportamento reológico.

## **ESTRUTURA DO TRABALHO**

Este trabalho está estruturado de maneira que os conteúdos abordados tenham uma sequência lógica. Desta maneira os capítulos foram divididos da seguinte forma:

Capítulo 1 – *Revisão da Literatura;*

Capítulo 2 – *Estudo da transferência de calor na secagem de polpa de manga por refractance window, secagem sobre filme opaco;*

Capítulo 3 – *Caracterização dos pós de polpa de manga obtidos por refractance window, spray drying e liofilização;*

Capítulo 4–*Reidratação dos pós de manga obtidos por refractance window, spray drying e liofilização;*

Capítulo 5 – *Conclusões finais e Propostas para trabalhos futuros.*



## 1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

---

Neste capítulo são abordados os temas, em tópicos, que sustentam esse trabalho. Sendo que no primeiro são apresentados os principais aspectos relacionados com a matéria-prima (manga var. Tommy Atkins). O segundo tópico trata de algumas características dos alimentos em pó, como atividade de água e isoterma, temperatura de transição vítrea, pegajosidade de alimentos em pó e por fim a questão da reidratação desses produtos. No terceiro tópico é apresentada uma revisão sobre secagem de alimentos, incluindo os fundamentos da transferência de calor e da secagem. No quarto tópico, complementando o terceiro, são apresentados os principais processos empregados para a produção de alimentos em pó, como: o *drum drying*, *ospray drying*, a liofilização e o *refractance window*, seus respectivos fundamentos e algumas aplicações. Por fim, os filmes poliméricos são abordados com o propósito de complementar o tópico anterior, sobre a secagem por *refractance window*.

### 1.1 Manga

A mangueira (*Mangifera indica* L.) pertence à família *Anacardiaceae* e é cultivada há mais de 4.000 anos. A árvore da mangueira é de grande porte, podendo chegar a até 30 metros de altura, com copa densa e frondosa (Cunha et al., 1994). É originária do Sul da Ásia, mais precisamente da Índia e do arquipélago Malaio, de onde foi disseminada para outras partes do mundo, inclusive para as Américas. A manga é classificada como um fruto climatérico, isto é, completa a maturação mesmo depois de colhido.

As áreas que mais se adaptam ao cultivo da mangueira são as que têm as estações secas e chuvosas bem definidas. O período de estiagem deve ocorrer antes do florescimento, a fim de permitir o repouso vegetativo da planta, e prolongar-se até a frutificação. Após este período é benéfica a ocorrência de chuva, para estimular o desenvolvimento dos frutos e impedir sua queda (Cunha et al., 1994). A semeadura da manga no Brasil é feita entre os meses de outubro e março, período em que se concentra a colheita (Cunha et al., 1994; São José et al., 1996). O estágio de maturação no qual o fruto é colhido determina sua qualidade e potencial de armazenamento (Cocozza, 2003). O grau de maturação ideal para a colheita vai depender do tempo

que o fruto levará para ser consumido ou industrializado. O critério mais usado para determinar o ponto de colheita dos frutos é a mudança de cor da casca e da polpa. Entretanto, outros critérios têm sido usados para estabelecer o ponto ótimo de colheita: resistência da polpa à pressão de 1,75 a 2,0 kgf/cm<sup>2</sup>, quantidade de sólidos solúveis totais, entre outros (Cunha et al., 1994).

Os principais constituintes da manga são água, carboidratos, proteínas e vitaminas, conforme pode ser observado na Tabela 1.1:

**Tabela 1.1.** Composição média da manga var. Tommy Atkins por 100 gramas da parte comestível.

<b>Composição centesimal</b>	<b>Valor por 100 g</b>
Umidade	83,7g
Energia	212 kJ
Proteína	0,9 g
Lipídeos	0,2 g
Carboidratos	12,8 g
Fibra Alimentar	2,1 g
Cinzas	0,3 g
Cálcio	8 mg

Fonte: NEPA-UNICAMP (2006).

No Brasil, as principais variedades cultivadas em áreas comerciais são a Tommy Atkins, Espada, Rosa, Haden, Palmer, Keitt, Van Dyke (São José et al., 1996).

## **1.2 Manga variedade *Tommy Atkins***

Segundo estimativas da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária -EMBRAPA, a produção brasileira de manga no ano de 2010 foi de 1.118.911 toneladas, tornando o Brasil o sétimo produtor mundial desta fruta. No Brasil as regiões nordeste e sudeste contribuem com a produção nacional em 73% e 24%, respectivamente (EMBRAPA, 2012).

Entre os anos de 1994 a 2005 a taxa anual do crescimento da produção de manga no Vale do Rio São Francisco foi de 5,8%. Esse crescimento deve-se em grande parte ao uso de novas tecnologias, como a indução floral, além das condições climáticas e irrigação, pela qual se garante a oferta de manga durante todo o ano. Essa técnica assegura vantagem competitiva da produção do Nordeste em relação àquela do

Sudeste, visto que essa região oferta a fruta entre os meses de outubro e janeiro (MAPA, 2007).

No mundo, a manga é uma das frutas tropicais mais produzidas, dominando cerca de 40% da produção. Apesar da grande produção, a manga é pouco comercializada quando comparada com a quantidade produzida, principalmente devido às perdas pós-colheita que representam de 30 a 40% da produção mundial (FAO, 2009). Dessa maneira, a industrialização é uma alternativa eficaz para o aproveitamento da produção excedente, além de agregar valor ao produto, podendo ser utilizada como matéria-prima para a produção de outros produtos.

Uma das variedades mais populares e apreciadas de manga é a Tommy Atkins. Essa variedade tem sua origem na Flórida, EUA, possui fruto de tamanho médio para grande, com casca espessa, lisa, apresentando coloração atraente do laranja-amarelo ao vermelho-brilhante e formato oval. A polpa é firme, suculenta, com teor médio de fibras. É uma das variedades de manga mais cultivadas mundialmente para exportação. Apresenta facilidade para indução floral em época quente e alta produtividade (Cunha et al., 1994; Costa e Santos, 2004).

A manga da variedade Tommy Atkins é a fruta que melhor atende às exigências do mercado internacional para consumo doméstico, em razão de sua coloração avermelhada, que a torna mais atraente para o consumidor, e de sua casca grossa, que a torna mais resistente ao armazenamento e transporte. Cerca de 80% da plantação brasileira são desta variedade de manga, vindo em seguida a manga tipo Haden, que ocupa cerca de 10% das culturas da mangueira (MAPA, 2007). Dentre as áreas brasileiras, a maior região produtora é a nordeste, com destaque para o vale do São Francisco, segundo dados da Embrapa, no ano de 2010 aproximadamente 95% da área total dos pomares daquela região foram destinados à cultura. No Submédio São Francisco, onde são colhidos mais de 90% desta fruta exportada pelo Brasil, a variedade ocupa 95% dos 40 mil ha cultivados.

### **1.3 Produtos desidratados em pó**

Uma quantidade crescente de alimentos tem sido desenvolvida e comercializada na forma de pó. Tais produtos incluem café, *cappuccinos*, achocolatados, leite, sopas, molhos, bolos, alimentos infantis, entre outros. Esta tendência está principalmente ligada com a

conveniência oferecida pelos produtos em pó, sua estabilidade química e microbiológica e a redução dos custos de transporte e armazenamento (Forny et al., 2011). Segundo Vock (2012) o consumo de frutas *in natura* tem decrescido ultimamente, tendo em vista que esses produtos são altamente perecíveis, e que o estilo de vida dos consumidores impede a compra diária destes produtos. Além disso, em nível global, as perdas pós-colheitas, desde o campo até o mercado consumidor, representam grandes prejuízos econômicos. Estas razões têm motivado pesquisadores a desenvolver processos para a produção de frutas e hortaliças em pó. Esses produtos devem apresentar características desejáveis pelo consumidor, como boa capacidade de reidratação, cor e aroma atrativos e serem nutricionalmente o mais próximo possível dos produtos *in natura*.

A produção de alimentos em pó pode ser realizada por métodos de secagem, moagem e cristalização. Os processos de moagem são utilizados para matérias-primas sólidas, por exemplo, a moagem de grãos de trigo para a produção de farinha e, por fim, a secagem é centrada em alimentos com elevado teor de umidade. Após a elaboração das partículas, podem-se usar operações complementares, como misturas, encapsulação e aglomeração para obter funcionalidades específicas e/ou agregar valor ao produto (Cuq et al., 2011). De forma geral, o objetivo da produção de alimentos em pó é a sua diluição em um líquido para o consumo como uma bebida, ou misturados com outros ingredientes alimentícios, para formar suspensões, para uso doméstico ou industrial. Por isso, uma das propriedades mais importantes dos alimentos desidratados em pó é seu comportamento quando reconstituídos com água ou com soluções aquosas. Para os consumidores, a reconstituição dos alimentos em pó deve ser rápida e completa (Chen e Özkan, 2007; Forny et al., 2011). A estabilidade dos alimentos em pó é muito susceptível às variações ambientais, podendo ocorrer fenômenos indesejáveis, como colapso, *stickiness* (pegajosidade) e/ou *caking* (empedramento), durante a produção e armazenamento.

Conseqüentemente, é fundamental o conhecimento sobre os fatores que afetam a qualidade dos alimentos em pó, bem como sua microestrutura e composição, para evitar que reações indesejadas ocorram. Entretanto, este controle não é uma questão trivial, uma vez que os alimentos em pó são sistemas complexos, e que estabelecem diferentes ligações entre suas partículas e com o meio ambiente.

De forma geral, os alimentos são compostos por átomos de carbono (C), nitrogênio (N), oxigênio (O) e hidrogênio (H) e a

combinação destes átomos forma os quatro principais constituintes dos alimentos: água, lipídios, carboidratos e proteínas. A partir das relações estabelecidas entre os átomos e as moléculas, algumas propriedades físico-químicas dos sólidos podem ser definidas, como por exemplo, a polaridade e a organização molecular (Cuq et al., 2011; Forny et al., 2011). As moléculas podem ser hidrofóbicas ou hidrofílicas, dependendo de sua afinidade com a água, e a orientação espacial dos átomos e moléculas também determina se a estrutura do sólido é amorfa, cristalina ou semicristalina (Bhandari, 2007).

Dessa forma, a disposição das moléculas e suas interações interferem no comportamento dos pós quando armazenados em determinadas condições ambientais e, também quando reconstituídos com água ou com soluções aquosas (Chen e Özkan, 2007; Cuq et al., 2011). Dentre as moléculas presentes nos alimentos, a água recebe destaque especial, uma vez que é ela quem desencadeia as principais reações bioquímicas e microbiológicas nos alimentos. Na sequência será apresentada uma breve revisão sobre a água nos alimentos.

### 1.3.1 Atividade de água e isoterms de sorção

A água é um dos componentes mais importantes nos alimentos. Em alimentos secos, com destaque para os pós, sua relação deve ser bem compreendida, pois é um dos principais fatores que podem prejudicar a qualidade e a vida útil do produto final.

A água livre dos alimentos é a que está disponível para o crescimento de microrganismos, germinação de esporos e para a participação em vários tipos de reações químicas. O grau de disponibilidade da água num alimento pode ser expresso como atividade de água ( $a_w$ ), que é uma propriedade termodinâmica, e sua expressão pode ser obtida através da razão entre a pressão de vapor da água no alimento (ou no sistema) e a pressão de vapor da água pura à mesma temperatura ( $T$ ), conforme a Equação 1.1 (Fellows, 2000; Rahman, 2008):

$$a_w = \left[ \frac{P_a^v}{P_o^v} \right]_{P,T} \quad (1.1)$$

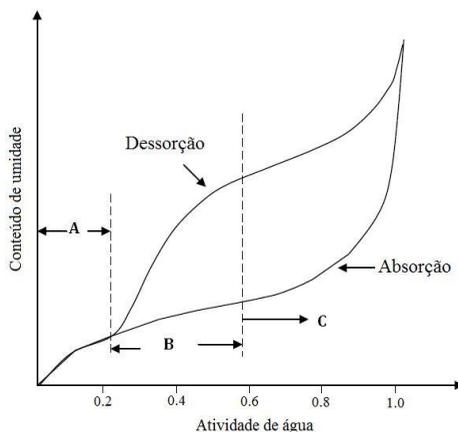
onde  $a_w$  é a atividade de água,  $P_a^v$  é a pressão de vapor da água no alimento e  $P_o^v$  é a pressão de vapor da água pura.

A atividade de água é um dos fatores mais importantes para o processamento, conservação e armazenamento dos alimentos, uma vez que ela quantifica o grau de ligação da água contida no produto e, conseqüentemente, sua disponibilidade para agir como solvente e participar das transformações químicas, bioquímicas e microbiológicas. Enquanto a temperatura, pH e outros fatores podem influenciar a velocidade de crescimento microbiano, a atividade de água pode ser o fator mais importante no controle da deterioração de produtos desidratados (Fennema, 1996; Fellows, 2000; Jangam et al., 2010).

A perda da qualidade começa a aumentar em  $a_w > 0,3$  para a maioria das reações químicas e para a maioria dos alimentos secos. Um aumento da atividade de água de 0,1 diminui a vida de prateleira dos alimentos de duas a três vezes. O crescimento microbiano é afetado em atividades de água abaixo de 0,9, enquanto que bolores e leveduras tem seu crescimento afetado abaixo de 0,8. De modo geral, o limite inferior para crescimento microbiano, para todos os microrganismos, é  $a_w < 0,6$  (Rahman, 2008).

As isotermas de sorção mostram na forma gráfica a variação da atividade de água com a mudança do teor de umidade nas amostras a uma temperatura específica (Rahman, 2008; Kudra e Mujumdar, 2009). Diversos métodos podem ser empregados para analisar a relação entre a atividade de água e o teor de umidade do produto, sendo que o mais utilizado é o acondicionamento do alimento em recipientes com soluções salinas saturadas, de atividades de água conhecidas (Fellows, 2000; Jangam et al., 2010). As isotermas de sorção podem ser obtidas pela reidratação de uma amostra seca (isotermas de adsorção), pela secagem de uma amostra úmida (dessorção) ou pela combinação dos dois métodos (isotermas de trabalho), como apresentado na Figura 1.1.

**Figura 1.1.** Isotermas típicas de sorção e dessorção de umidade em um alimento.



Fonte: adaptado de Fortes e Okos, (1980).

Na região (A) da Figura 1.1 a água está fortemente ligada e não está disponível para reações. Nesta região, há essencialmente uma monocamada de adsorção de vapor de água e não existe distinção entre as isotermas de adsorção e dessorção. Na região (B) a água está mais fracamente ligada devido ao seu confinamento em capilares menores. Água na região (C) está mais livre e disponível para as reações e como solvente (Jangam et al., 2010).

Um grande número de modelos matemáticos tem sido propostos na literatura para as isotermas de sorção de umidade em alimentos, os quais podem ser baseados em teorias sobre os mecanismos de sorção ou serem puramente empíricos e semi-empíricos. Os modelos de BET (Modelo de Brunauer, Emmett, Teller) e GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) têm sido bastante utilizados, uma vez que são modelos relativamente versáteis e relacionam o processo de sorção da água com fenômenos físicos e GAB abrange um range de  $a_w$  de até 0,9. Na Tabela 1.2 estão apresentados alguns dos principais modelos utilizados na modelagem matemática das isotermas de sorção.

**Tabela 1.2.** Modelos matemáticos para o ajuste de isotermas de sorção de alimentos.

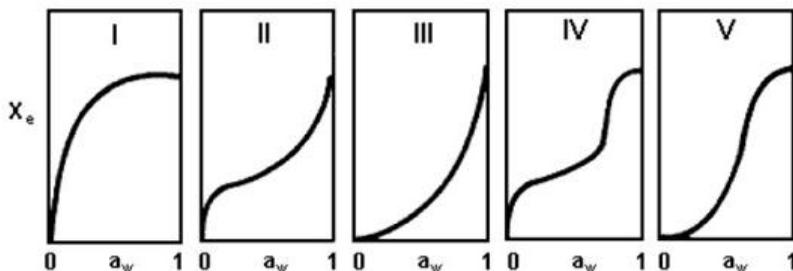
Modelo	Equação
GAB	$X = \frac{X_m CKa_w}{[(1 - Ka_w)(1 - Ka_w + CKa_w)]} \quad (1.2)$
BET	$X = \frac{X_m Ca_w}{[(1 - a_w)(1 + (C - 1)a_w)]} \quad (1.3)$
Halsey	$X = \left[ \frac{-A}{T \ln a_w} \right]^{\frac{1}{B}} \quad (1.4)$
Smith	$X = A + B \log(1 - a_w) \quad (1.5)$
Oswin	$X = A \left[ \frac{a_w}{(1 - a_w)} \right]^B \quad (1.6)$
Peleg	$X = K_1 a_w^{n_1} + K_2 a_w^{n_2} \quad (1.7)$

Fonte: Rahman, (2008).

em que,  $X$  é a umidade (b.s.),  $X_m$  é a umidade na monocamada (b.s.),  $T$  é a temperatura (K),  $A$ ,  $B$ ,  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $n_1$ ,  $n_2$  são parâmetros relacionados aos modelos.

O modelo de GAB, apresentado na Equação(1.2), tem sido aplicado com sucesso para vários vegetais desidratados (Rahman, 2008). As isotermas de sorção de umidade podem ser classificadas em cinco tipos, de acordo com a variação do teor de umidade com a atividade de água do produto. No caso de alimentos, as isotermas de sorção de maior interesse são as do tipo II e III, isotermas de produtos higroscópicos (Brunauer et al., 1938).

**Figura 1.2.** Tipos de isotermas de sorção.



Fonte: Adaptada de Brunauer et al. (1938).

### 1.3.2 Transição Vítreia ( $T_g$ )

Transições de estado termodinâmicas de um sólido cristalino para um líquido, e de um líquido para um gás, são exemplos de transições de fase de primeira ordem. No entanto, também se denomina transição de fase as alterações no estado físico dos materiais devido às variações de temperatura e/ou pressão ou no teor de umidade, que podem ter efeitos significativos sobre as propriedades físicas dos materiais. Por isso, o conhecimento preciso sobre as transições de fase de um produto pode auxiliar na definição das condições adequadas de processamento e armazenamento (Roos, 1995; Rahman, 2008).

Muitos processos industriais envolvem transições de fase, implicando em mudanças na estrutura e nas propriedades do produto. Os sólidos apresentam um estado de agregação nas quais as substâncias possuem um volume e uma forma definidos. A capacidade dos sólidos de suportar as forças de cisalhamento e de recuperar a sua forma original depois de uma pequena deformação distingue-os dos líquidos e dos gases (Aguilera e Stanley, 1999).

A estrutura dos sólidos pode variar de cristalina simples até estruturas amorfas complexas, dependendo das condições geométricas impostas pela ligação e empacotamento dos átomos e moléculas (Aguilera e Stanley, 1999). Os sólidos com estrutura interna ordenada são chamados de cristalinos, e apresentam o estado de equilíbrio mais estável. Assim, sólidos com esta conformação tendem a ser mais resistentes às aglutinações, a menos que a superfície dos cristais seja dissolvida devido às condições ambientais (Bhandari, 2007). A forma cristalina pode ser encontrada em alguns alimentos sólidos, como sais, açúcar refinado, ácidos orgânicos, entre outros. Por outro lado, a

estrutura amorfa apresenta moléculas desalinhas, emaranhadas, com a estrutura mais aberta e porosa (Bhandari, 2007).

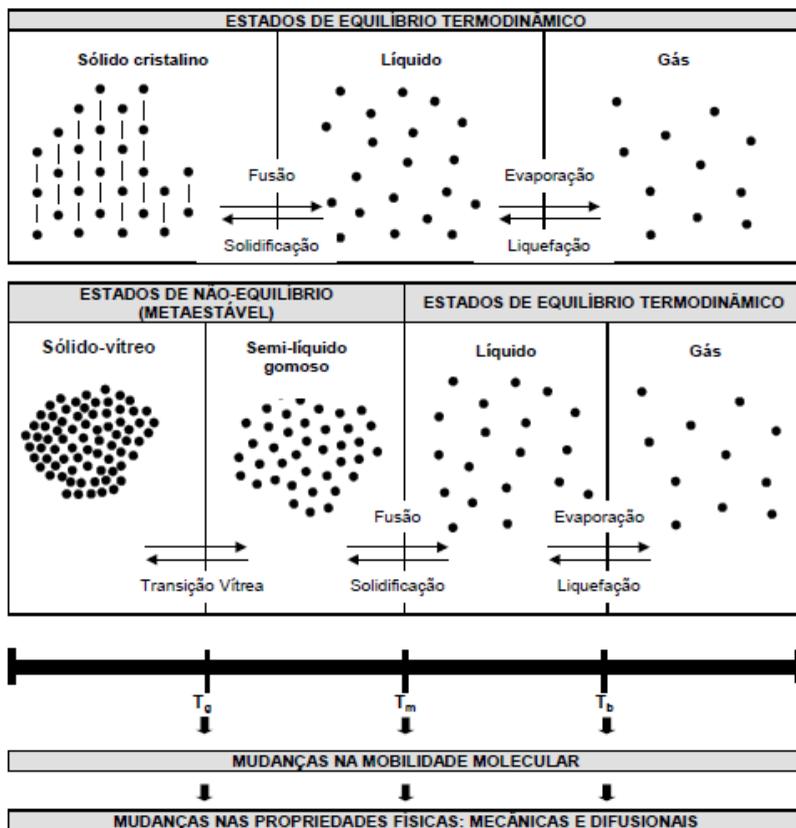
Pode-se ter uma mistura das duas estruturas em alimentos sólidos, ou seja, presença de regiões amorfas e cristalinas, que é conhecida por estrutura semicristalina ou parcialmente cristalina. Esta estrutura pode se originar durante o processamento, devido à cristalização parcial ou pela moagem de um produto com estrutura cristalina. Produtos em pó com estrutura semicristalina e amorfa estão mais suscetíveis aos fenômenos de *stickiness*(pegajosidade) e *caking*(empedramento) (Bhandari, 2007). Esses materiais são geralmente metaestáveis, de modo que seu estado físico e suas propriedades físico-químicas mudam de comportamento, durante as etapas de processamento, estocagem, distribuição e consumo (Roos, 1995). Um sistema termodinâmico, a uma temperatura específica, está em uma condição ou estado metaestável se toda mudança isotérmica pequena de qualquer de suas variáveis termodinâmicas resulta em um aumento na sua energia livre, enquanto alterações isotérmicas grandes nestas variáveis podem levar a um estado com menor energia livre. O estado vítreo pode ser definido como um estado abaixo de sua transição vítrea( $T_g$ ) (amorfo comum) ou estado metaestável não-cristalino de um sólido (Collares et al., 2002).

O termo transição vítrea refere-se à temperatura (ou à faixa de temperatura), nas quais ocorre a transição de uma estrutura vítrea para um estado *borrachoso* ou gomoso. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) da maioria dos compostos alimentícios solúveis em água é alta, sendo tanto maior quando maior a massa molar das macromoléculas predominantes. Substâncias plastificantes, como a água, diminuem a temperatura de transição vítrea, pois promovem um aumento do volume livre e da mobilidade molecular, podendo resultar em mudanças físicas e físico-químicas significativas (Aguilera e Stanley, 1999). O efeito plastificante da água pode ser analisado pelos diagramas de estado. Em tais diagramas, a curva contínua de temperatura de transição vítrea  $T_g$  em função da concentração de sólidos, demonstra o efeito da água na  $T_g$ , especialmente a baixos teores de umidade (Collares et al., 2002). O efeito da água na  $T_g$  pode também ser expresso em termos da atividade de água ( $a_w$ ). Assim, a  $T_g$  é um índice muito útil na avaliação da estabilidade física dos alimentos durante o processamento e armazenamento (Aguilera e Stanley, 1999).

Na Figura 1.3 estão esquematizados, sobre um eixo hipotético de temperatura, os estados mais frequentes em que podem encontrar-se os

constituintes mais importantes dos alimentos sólidos (carboidratos, proteínas, água e lipídeos) e suas correspondentes transições de fase.

**Figura 1.3.** Estados em que podem encontrar-se os constituintes mais importantes dos alimentos sólidos em função da temperatura ( $T_g$  é a temperatura de transição vítrea,  $T_m$  é a temperatura de fusão e  $T_b$  é a temperatura de ebulição)



Fonte: Adaptado de Martinez et al. (1998).

Em termos termodinâmicos, a transição vítrea é definida como uma transição de fase de segunda ordem, ou seja, as duas fases envolvidas diferem nas segundas derivadas (descontinuidade das derivadas) da energia livre de Gibbs,  $G$ , em relação à temperatura e

pressão, mas não nas suas energias livres por si mesmas ou nas suas derivadas (Collares et al., 2002).

Os alimentos no geral, mas em destaque aos alimentos em pó que contêm carboidratos amorfos, podem passar por mudanças físicas como cristalização, pegajosidade, colapso e compactação durante o processamento, manipulação e estocagem (Slade e Levine, 1991). Essas mudanças físicas em produtos desidratados estão diretamente relacionadas à sua temperatura de transição vítrea, em que abaixo da  $T_g$ , espera-se que o alimento seja estável, enquanto que acima desta temperatura, entre a temperatura de estocagem ( $T$ ) e a temperatura de transição vítrea é responsável por controlar a taxa das mudanças físicas, químicas e biológicas do produto (Rahman, 2008; Slade e Levine, 1991).

A temperatura de transição vítrea pode ser medida de diversas maneiras, sendo que uma das técnicas experimentais mais utilizadas tem sido a calorimetria exploratória de varredura, a qual utiliza um calorímetro dinâmico (DSC) (Rahman, 1995). A DSC é a técnica de análise térmica, na qual se mede a diferença de energia fornecida à substância e a um material de referência (termicamente estável), em função da temperatura, enquanto a substância e o material de referência são submetidos a uma programação controlada de temperatura (Silva et al., 2007). Existem duas configurações possíveis para equipamentos de DSC, o *heat flow* ou forno duplo e o *heat flux* ou forno simples. Na primeira configuração a amostra e o material de referência são aquecidos em compartimentos separados em condições isotérmicas e submetidos à igual variação de potência de entrada no forno. Neste caso, os eventos são apresentados na curva DSC como picos, os ascendentes correspondem a processos endotérmicos e os descendentes a exotérmicos. No caso da DSC com fluxo de calor (ou forno simples), a amostra e o material de referência são colocados em cápsulas idênticas, localizadas sobre o disco termoelétrico e aquecidas por uma única fonte de calor. As curvas DSC obtidas nesse sistema mostram picos ascendentes que caracterizam eventos exotérmicos, enquanto os descendentes eventos endotérmicos (Wendlandt, 1986; Silva et al., 2007).

### 1.3.3 Pegajosidade (*stickiness*) em alimentos em pó

A pegajosidade ou *stickiness* de um material pode ser visto, em termos técnicos, como a coesão entre as partículas e/ou a adesão das mesmas em uma superfície, como as paredes de um equipamento (paredes de um *spray dryer*, por exemplo). Este fenômeno é uma propriedade de superfície e pode ter um impacto positivo ou negativo no processamento de alimentos.

Em processos de instantaneização, a coesão entre as partículas é necessária para a formação de aglomerados, neste caso, a pegajosidade é uma característica positiva e desejável. Por outro lado, esta propriedade tem sido considerada um dos principais problemas que afetam a qualidade, uma vez que a deposição de pós nos equipamentos pode ocasionar problemas de degradação do produto durante o processamento, devido às contaminações, principalmente para produtos termo-degradáveis, aumento das atividades microbiológicas, aumento do tempo de processo, baixos rendimentos e perigos de incêndio (Boonyai et al., 2004; Bhandari 2007; Chen e Özkan, 2007).

A questão da pegajosidade em alimentos é um assunto bastante complexo, que depende de diferentes fatores, tais como a viscosidade do material, umidade, temperatura, presença de forças de compressão, estrutura do alimento (cristalina ou amorfa), tamanho das partículas, entre outros. Muitas teorias são utilizadas para explicar este fenômeno, dentre elas destacam-se as forças eletrostáticas e intermoleculares, adsorção e a transição vítrea. Nenhum mecanismo isolado tem sido suficiente para generalizar e caracterizar o problema da pegajosidade dos alimentos (Adhikari et al., 2001).

Existem alguns procedimentos que podem reduzir o problema de pegajosidade dos pós, como por exemplo, tratamento da matéria-prima antes da secagem, utilizando a microencapsulação pela atomização ou o recobrimento em leito vibrofluidizado, o resfriamento dos pós a temperaturas abaixo das quais ele se torna pegajoso, uso de ar desumidificado no resfriamento, seleção adequada de parâmetros de secagem e a utilização de alguns agentes que previnam ou reduzam o ponto de pegajosidade dos pós (Boonyai et al., 2004; Chen e Özkan 2007).

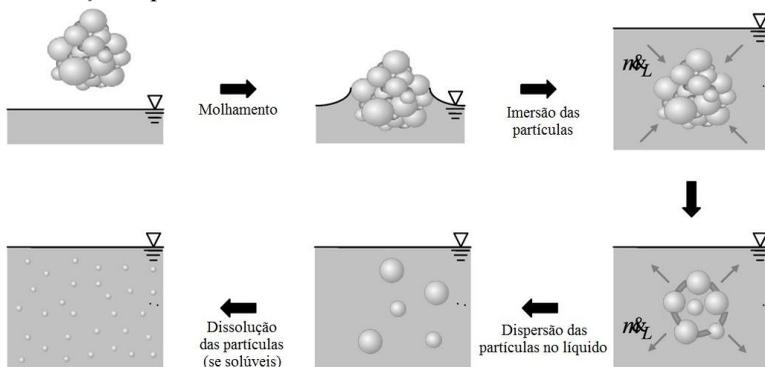
Na literatura estão disponíveis artigos e capítulos de livros dedicados a elucidar as principais questões das causas, mecanismos e metodologias de avaliação da pegajosidade em alimentos (Schubert, 1987; Chen e Özkan 2007; Rivas-Ortega, 2009; Murrieta-Pazos et al.,

2012). Devido à extensão do assunto, neste tópico, o tema foi apresentado sucintamente, e será tratado novamente nos resultados do Capítulo 3.

### 1.3.4 Reidratação de alimentos em pó

Quando um pó entra em contato com a superfície de um líquido uma série de etapas ocorrem, sendo elas: I) molhamento ou penetração do líquido no interior da estrutura dos pós aglomerados; II) imersão (deposição) das partículas no líquido; III) dispersão das partículas no líquido e IV) dissolução das partículas no líquido, se forem solúveis. Estas etapas estão ilustradas no esquema apresentado na Figura 1.4:

**Figura 1.4.** Esquema da reconstituição de um aglomerado (solúvel) em uma solução aquosa.



Fonte: Adaptado de Forny et al. (2011).

A avaliação da molhabilidade de uma superfície é geralmente baseada na determinação do ângulo de contato entre ela e o líquido, sendo um indicador de sua hidrofobicidade. Esta propriedade tem um papel importante em inúmeros processos, como aglomeração, granulação, recobrimento, secagem, dissolução e dispersão (Lazghab et al., 2005; Forny et al., 2011).

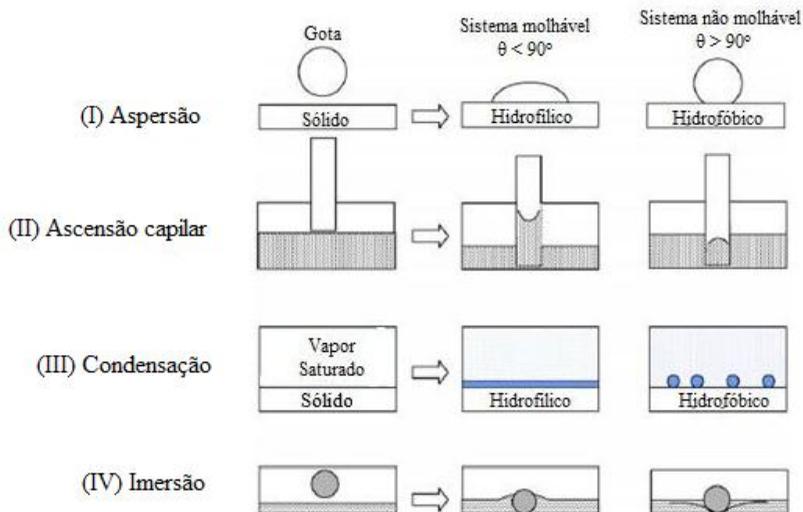
A molhabilidade de um sólido em relação a um líquido é uma consequência direta das interações moleculares entre as fases que entram em contato. Dessa maneira, o ângulo de contato da superfície do sólido sofre influência das propriedades físico-químicas do líquido. Entretanto, outros parâmetros também devem ser considerados, como a rugosidade

da superfície, heterogeneidade química, orientação molecular, inchamento e dissolução parcial do sólido no líquido, etc. (Lazghab et al., 2005; Forny et al., 2011).

Diferentes interações interatômicas e intermoleculares podem ser estabelecidas na interface do contato entre as partículas do sólido e do líquido. Segundo Lazghab et al. (2005), estas ligações podem ser classificadas como primárias ou secundárias, dependendo da intensidade da sua força. As ligações primárias incluem ligações químicas (iônicas, covalentes ou metálicas) e interações ácido-base de Lewis e Brønsted, enquanto as secundárias se referem às pontes de hidrogênio e às forças de van der Waals.

De forma geral, a reidratação de um pó pode ocorrer por: (I) aspersão, se gotas líquidas são aspergidas sobre uma superfície sólida; (II) ascensão capilar, se a reidratação ocorre por contato com água líquida, sem imersão; (III) condensação ou adsorção, se o sólido é exposto a uma atmosfera saturada de vapor; (IV) imersão, se o sólido é depositado sobre o líquido (Lazghab et al., 2005; Hoge Kamp e Schubert, 2009). Na Figura 1.5 está ilustrado os diferentes procedimentos de molhagem/reidratação de um sólido.

**Figura 1.5.** Diferentes procedimentos de reidratação de um sólido.



\*\*  $\theta$  representa o ângulo formado entre a superfície e o líquido.

Fonte: Adaptado de Lazghab et al. (2005).

Alimentos em geral e pós alimentícios estão longe de apresentarem superfícies ideais, o que torna um desafio a medição dos ângulos de contato e da energia de superfície. Por isso, é razoável assumir que os componentes hidrofóbicos que recobrem a superfície dos pós (lipídios, por exemplo) proporcionam ângulos de contato maiores com a água, enquanto que a presença de componentes hidrofílicos (carboidratos, por exemplo) favorecem ângulos de contato menores com a água (Kim et al., 2002; Forny et al., 2011).

O tempo necessário para que o líquido penetre completamente nos poros de uma partícula porosa ou aglomerado de pós é decisivo no processo de reconstituição. A força motriz para a penetração do líquido nos poros é dada pela pressão capilar. Contudo, alguns fatores, como aumento da viscosidade e redução da tensão superficial diminuem a ascensão capilar do líquido (Forny et al., 2011; Hogekamp e Schubert, 2009).

Partículas pequenas tendem a formar uma camada viscosa durante o processo de molhamento, dificultando a dispersão. Isto é devido ao líquido que penetra na massa sólida, dissolvendo a parede do material e formando uma solução viscosa que reduz a tensão interfacial, enfraquecendo a força capilar. Desta maneira, a formação desta camada viscosa impede a penetração de líquido, e este fenômeno, geralmente, leva à formação de aglomerados, os quais flutuam na superfície do líquido (Chen e Özkan, 2007; Hogekamp e Schubert, 2009).

Outro fator importante que também afeta o processo de dissolução está relacionado com a quantidade de energia que é necessária para quebrar os aglomerados em partículas individuais. Esta energia pode ser fornecida pelo fornecimento de calor ou de energia mecânica de mistura, sendo dependente do tamanho e do formato das partículas, bem como dos estados físicos das pontes sólidas entre as partículas primárias que formam os aglomerados (Forny et al., 2011).

Após certo período de contato entre o sólido e o líquido, o parâmetro de solubilidade torna-se uma medida da qualidade de partículas não solubilizadas (Chen e Özkan 2007). A solubilidade pode ser medida como a quantidade de sedimento formado depois de certo período de reconstituição. A solubilidade é afetada pelo teor de gordura de um produto e também pelo estado das proteínas, as quais sofre influência do pH e da temperatura da solução.

As propriedades de instantaneização podem ser melhoradas pela adição de dispersantes. Surfactantes, como a lecitina, são adequados para aumentar as características de molhabilidade de alimentos em pó. A

lecitina diminui o ângulo de contato entre o sólido e o líquido. Entretanto, não são muitas substâncias disponíveis para produtos alimentícios e são estritamente regulamentados, diferentemente dos pós elaborados para outros fins, que contam com uma variedade maior de surfactantes que podem melhorar a molhabilidade (Hogekamp e Schubert, 2009).

Forny et al. (2011) destacaram a ausência de um modelo que considere todas as etapas do processo de reconstituição. Este fato está ligado às dificuldades em prever o comportamento de certos materiais, principalmente de alimentos que são sistemas complexos e heterogêneos. Contudo, a descrição de cada etapa por um conjunto de equações físicas e a combinação de todas elas, talvez seja uma alternativa para um modelo que consiga prever o processo de reconstituição completo.

## **1.4 Secagem de alimentos**

A crescente introdução de alimentos em pó tem motivado pesquisadores e indústrias a desenvolverem e aplicarem novas tecnologias de secagem, que preservem a parte nutricional dos alimentos, com baixos custos e tempos de operação. Atualmente, os principais métodos que têm sido utilizados são a atomização (*spray drying*), *drum drying* e a liofilização. Recentemente o *refractance window* (RW) tem conquistado o espaço nas pesquisas. Independente do processo escolhido precisa-se compreender alguns princípios desta operação unitária. Por isso, inicialmente serão abordados os principais tópicos de transferência de calor (condução, convecção e radiação) e na sequência os fundamentos da secagem, finalizando com o destaque de alguns dos métodos empregados para a produção de alimentos desidratados em pó.

### **1.4.1 Fundamentos da transferência de calor**

#### ***1.4.1.1 Condução***

A condução é um fenômeno que ocorre em escala molecular, no qual a energia das partículas mais energéticas é transferida para as de menor energia, em um meio, devido às interações entre elas (Incropera et al., 2007). A expressão quantitativa relacionando o gradiente de

temperatura, a natureza do meio condutivo e a taxa de transferência de calor é atribuída à Fourier, o qual, em 1822, apresentou a seguinte equação (Welty, 1974):

$$q'' = -k\nabla T \left( i \frac{\partial T}{\partial x} + j \frac{\partial T}{\partial y} + k \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (1.8)$$

em que,  $q''$  é o fluxo de calor ( $\text{W m}^{-2}$ ),  $\nabla$  é o operador diferencial tridimensional e  $T(x, y, z)$  é o campo escalar de temperatura,  $k$  é uma propriedade de transporte, conhecida como condutividade térmica ( $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ ) e é característica do material.

#### 1.4.1.2 Convecção

De forma geral, a transferência de calor por convecção ocorre entre um fluido em movimento e uma interface com diferentes temperaturas. A convecção pode ser classificada quanto à natureza do escoamento do fluido, podendo ser natural ou forçada. A primeira, natural ou livre, é aquela na qual o escoamento do fluido é induzido por forças de empuxo, devido a diferenças de densidade, causadas por variações de temperatura no fluido. Por outro lado, a convecção forçada é a causada por agentes externos, como um ventilador ou uma bomba (Welty, 1974; Incropera et al., 2007).

A equação que descreve a taxa de transferência de calor por convecção está expressa pela Equação (1.9):

$$q_c'' = h(T_s - T_\infty) \quad (1.9)$$

em que  $q_c''$  é o fluxo de calor convectivo ( $\text{W m}^{-2}$ ), sendo proporcional à diferença de temperaturas entre a superfície ( $T_s$ ) e o fluido ( $T_\infty$ ) e  $h$  é o coeficiente de transferência de calor por convecção.

#### 1.4.1.3 Radiação

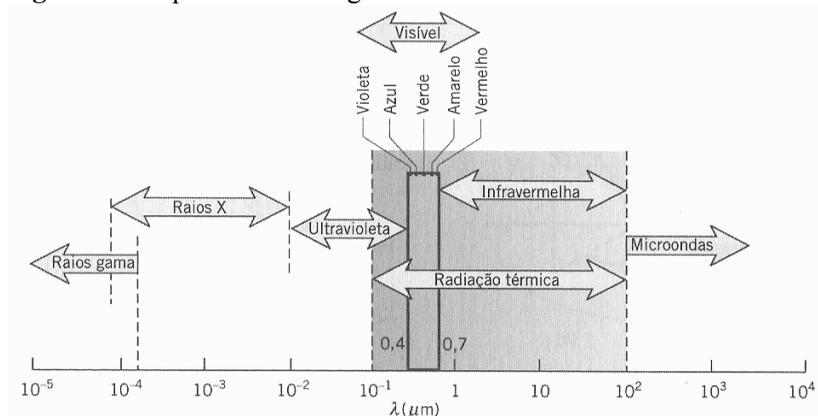
Todas as substâncias com temperatura diferente de 0 K continuamente emitem radiação eletromagnética, em virtude da agitação molecular e atômica associada com a energia interna do material (Siegel e Howell, 1972). A transferência de calor por radiação, ao contrário da

condução e da convecção, não necessita de um meio material para ocorrer, sendo mais eficiente no vácuo. A radiação pode ser vista, a partir da mecânica quântica, como a propagação de um conjunto de partículas denominadas fótons ou quanta (Incropera et al., 2007). Alternativamente, a radiação pode ser descrita como a propagação de ondas eletromagnéticas, sendo que o comprimento de onda e a frequência da radiação estão relacionados pela velocidade da luz no meio, conforme a Equação (1.10)

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \quad (1.10)$$

em que  $\lambda$  é o comprimento de onda (m),  $\nu$  é a frequência das ondas ( $s^{-1}$ ) e  $c$  é a velocidade da luz no meio (m/s). Para a propagação no vácuo  $c = 2,98 \cdot 10^8$  m/s. A radiação térmica está situada na faixa intermediária do espectro eletromagnético, entre os comprimentos de onda de  $0,1 \mu\text{m}$  e  $100 \mu\text{m}$ , incluindo uma fração da região ultravioleta (UV) e todo o espectro visível e do infravermelho, conforme pode ser observado na Figura 1.6.

**Figura 1.6.** Espectro eletromagnético

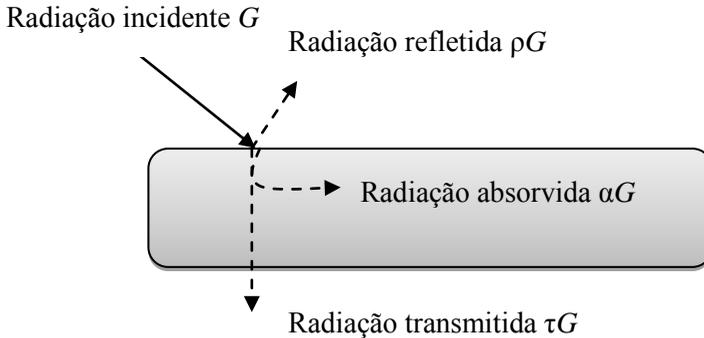


Fonte: Incropera et al. (2007).

A radiação térmica que é incidente em um corpo pode ser parcialmente absorvida (absorbância) e sua energia convertida em calor, ter uma parte refletida de sua superfície (refletância) e uma parte

transmitida (transmitância) através do material, conforme esquematizado na Figura 1.7.

**Figura 1.7.** Fenômenos envolvidos na incidência de uma radiação sobre uma superfície genérica.



A irradiação incidente  $G$ , pode ser a absorvida, transmitida e/ou refletida, sendo essa relação expressa por:

$$G = \alpha G + \rho G + \tau G \quad (1.11)$$

em que,  $\alpha$  é a absorvidade,  $\rho$  é a refletividade e  $\tau$  é a transmissividade. Dividindo-se Equação 1.11 por  $G$ , tem-se que:

$$1 = \alpha + \rho + \tau \quad (1.12)$$

Um corpo negro é aquele que absorve toda a energia incidente, sem refletir ou transmitir, tendo absorvidade  $\alpha = 1$ . Logo, para a grande maioria de sólidos usados em aplicações da engenharia, pode-se considerar que:

$$1 = \alpha + \rho \quad (1.13)$$

Esta equação também pode ser aplicada, frequentemente, para líquidos, embora a transmitância de um líquido dependa fortemente da sua espessura (Sissom e Pitts, 1988).

A reflexão da radiação pode ser regular ou difusa. A reflexão regular, ou especular, é aquela na qual o ângulo de incidência e reflexão são iguais. Em situações reais, a reflexão difusa é aquela em que a radiação incidente é refletida em todas as direções (Welty, 1974). O comportamento “espelhado” é encontrado com frequência menor do que o comportamento difuso.

A energia térmica que é emitida por uma superfície tem sua origem na energia térmica da matéria limitada pela superfície, e a taxa na qual essa energia é liberada por unidade de área ( $\text{W m}^{-2}$ ) é chamada de poder emissivo  $E$ . O fluxo de calor emitido por uma superfície real pode ser definido através da lei de *Stefan-Boltzmann*:

$$E = \varepsilon \sigma T_s^4 \quad (1.14)$$

em que  $T_s$  é a temperatura absoluta (K) da superfície,  $\sigma$  é a constante de Stefan-Boltzmann ( $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$ ) e  $\varepsilon$  é a emissividade, que é uma propriedade radiante da superfície.

A emissividade tem valores entre  $0 \leq \varepsilon \leq 1$ , e essa propriedade fornece a capacidade de emissão de energia de uma superfície em relação à do *corpo negro*, o qual tem  $\varepsilon = 1$ . Qualquer superfície que não seja um corpo negro terá um poder emissivo  $E$  menor do que o poder emissivo do corpo negro à mesma temperatura. A emissividade é uma propriedade que depende fortemente da superfície do material. A emissividade da água é de 0,96 a 27 °C (Incropera et al., 2007).

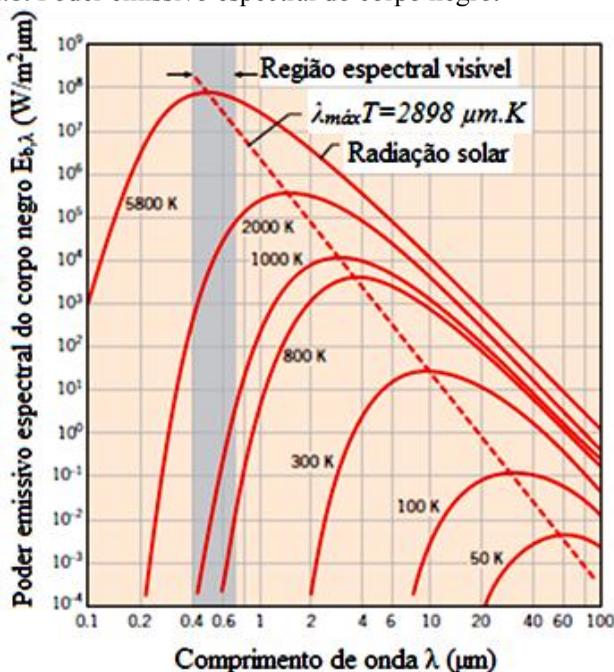
O conceito do corpo negro é bastante útil para a descrição de superfícies reais, uma vez que o corpo negro é uma superfície ideal, que absorve toda a radiação incidente, independentemente do seu comprimento de onda e direção. Para uma dada temperatura e comprimento de onda, nenhuma superfície pode emitir mais energia do que um corpo negro (Incropera et al., 2007). Todas essas propriedades do corpo negro tem sido demonstradas por argumentos termodinâmicos. Contudo, o poder emissivo espectral do corpo negro, que é dado pela magnitude da intensidade de radiação emitida para cada comprimento de onda, é uma relação que não pode ser obtida puramente através de argumentos termodinâmicos. De fato, a busca por essa relação levou Planck a uma investigação e ao levantamento de hipóteses que se tornaram a base da teoria quântica (Siegel e Howell, 1972). Essa relação é conhecida como Lei de Planck e é expressa por:

Assim, a distribuição espectral da emissão de um corpo negro é dada por:

$$E_{\lambda, cn}(\lambda, T) = \frac{C_1}{\lambda^5 [\exp(C_2 / \lambda T) - 1]} \quad (1.15)$$

em que a primeira e a segunda constantes da radiação são  $C_1 = 2\pi h c_0^2 = 3,742 \cdot 10^8 \text{ W } \mu\text{m}^4 \cdot \text{m}^{-2}$  e  $C_2 = (h c_0 / k) = 1,49 \cdot 10^4 \text{ } \mu\text{mK}$  e  $h = 6,6256 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$  e  $k = 1,3805 \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$  são as constantes universais de Planck e Boltzmann, respectivamente;  $c_0 = 2,98 \cdot 10^8 \text{ m/s}$  é a velocidade da luz no vácuo e  $T$  é a temperatura absoluta do corpo negro (K). Na Figura 1.8 está apresentada esta distribuição para algumas temperaturas selecionadas.

**Figura 1.8.** Poder emissivo espectral do corpo negro.



Fonte: Adaptada de Incropera et al. (2007).

A distribuição espectral de Planck fornece a intensidade máxima de radiação (do corpo negro) que qualquer corpo pode emitir a

um dado comprimento de onda e para uma dada temperatura. Dessa maneira, esta intensidade pode servir como um padrão com o qual uma superfície real pode ser comparada (Siegel e Howell, 1972). A partir da Figura 1.8 é possível observar que a distribuição espectral do corpo negro tem um máximo e que o comprimento de onda correspondente  $\lambda_{\max}$  depende da temperatura. A natureza dessa dependência pode ser obtida diferenciando a Equação(1.16) em relação a  $\lambda$  e igualando o resultado a zero. Ao se fazer isso obtém-se:

$$\lambda_{\max} T = C_3 \quad (1.16)$$

em que  $C_3$  é a terceira constante de radiação e é  $C_3 = 2897,8 \mu\text{m K}$ .

A Equação (1.17) é conhecida como a *lei do deslocamento de Wien*, e as posições dos pontos descritos pela lei são representadas na Figura 1.8 pela linha tracejada. De acordo com este resultado, o poder emissivo espectral máximo é deslocado para menores comprimentos de onda com o aumento da temperatura.

### 1.4.2 Fundamentos da secagem

Nos processos de secagem, os dados experimentais são obtidos como a variação da massa do produto durante o tempo de processo. Esses dados são normalmente apresentados em termos da variação da umidade do produto em função do tempo e da taxa de secagem em função do tempo e/ou da umidade. A umidade do produto (em base seca) é definida pela razão entre a massa de água e a massa de sólidos secos, conforme a Equação (1.18) (Geankoplis, 2003)

$$X_t = \frac{M_s - M_{ss}}{M_{ss}} \quad (1.17)$$

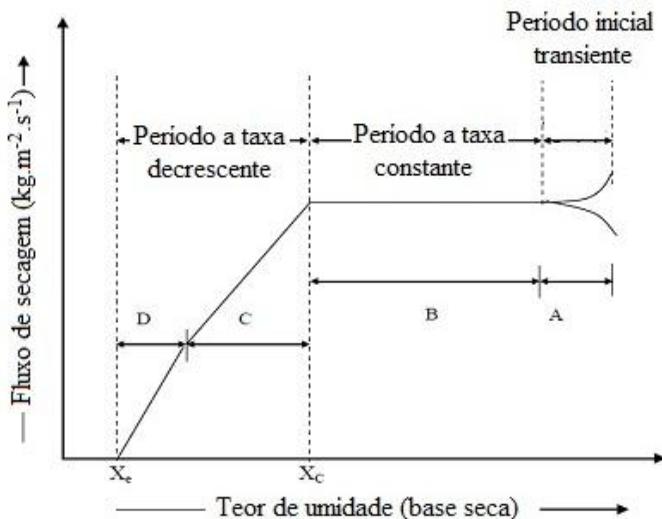
em que  $X_t$  é o teor de umidade do produto em base seca (b.s.),  $M_s$  é a massa de sólido úmido (sólidos e umidade) e  $M_{ss}$  é a massa de sólidos secos.

As curvas de secagem são construídas utilizando o teor de umidade em função do tempo  $t$ . A taxa de secagem pode ser obtida calculando-se a derivada dessa curva, fornecendo os valores de  $dX/dt$ , para determinados tempos de secagem, Equação 1.19:

$$R = -\frac{M_{ss}}{A} \frac{dX}{dt} \quad (1.18)$$

em que  $R$  é o fluxo de água ( $\text{kg m}^{-2} \text{min}^{-1}$ ),  $M_{ss}$  é a massa de sólidos secos e  $A$  é a área da superfície exposta ao ar de secagem,  $\text{m}^2$ . Na Figura 1.9 está apresentada uma curva típica de taxa de secagem.

**Figura 1.9.** Curva típica da taxa de secagem para condições constantes de processo.



Fonte: Adaptado de Jangam e Mujumdar, (2010).

No início da secagem ocorre um ajustamento da temperatura do sólido, o qual geralmente está mais frio do que o meio de secagem. Esta etapa pode ser visualizada pelo período A, apresentado na Figura 1.9. Após esse período inicial, inicia-se o período de secagem a taxa constante, as temperaturas da superfície e do interior do sólido úmido tendem a ser iguais à temperatura de bulbo úmido do gás, mas a concordância entre elas é parcial, em virtude das defasagens entre as transferências de calor e de massa, ou seja nesse período a transferência de calor controla o processo de secagem.

Uma vez que a temperatura do sólido tenha atingido aproximadamente a temperatura de bulbo úmido do gás, ela permanece bastante estável e a taxa de secagem permanece constante, iniciando-se

o período da secagem a *taxa constante*, representado pelo período B na Figura 1.9. Neste período, toda a superfície exposta do sólido está saturada de água e um filme contínuo de água existe na superfície do produto. Esta água está completamente livre e age como se o sólido não estivesse presente. É possível que a rugosidade da superfície sólida, sobre a qual se estende a película líquida, provoque aumento dos coeficientes de transferência de massa e de calor, mas este efeito não está firmemente estabelecido (Foust et al., 1982).

Esse período continua enquanto na superfície do produto houver quantidade de água suficiente para acompanhar a evaporação, e termina quando a superfície do sólido fica insaturada, ou quando a umidade crítica ( $X_c$ ) é alcançada. A partir deste ponto ( $X_c$ ) inicia-se o período de secagem a *taxa decrescente*, representado pelos períodos C e D da Figura 1.9. No período de secagem à taxa decrescente, a temperatura da superfície aumenta e a taxa de secagem decresce rapidamente, pois a umidade na superfície não é suficiente para manter a película de filme de água. A quantidade de umidade removida neste período é menor que no período a taxa constante, implicando em maiores tempos de secagem para a mesma massa de água removida. Com o avanço do processo, a taxa de secagem aproxima-se de zero, quando se atinge a umidade de equilíbrio, que é o menor teor de umidade atingível no processo de secagem com o sólido nas condições a que está submetido (Geankoplis, 2003).

Os mecanismos envolvidos no movimento da umidade do interior do sólido para a superfície afetam os períodos de secagem. Algumas teorias desenvolvidas explicam os tipos de curvas que podem ocorrer durante o período de secagem a taxa decrescente. Uma delas é a de difusão. De acordo com esta teoria, a difusão do líquido é resultado da diferença de concentração entre a superfície e o interior do sólido. Outra teoria é baseada na capilaridade. Principalmente em sólidos porosos, os quais contêm poros e canais de diferentes tamanhos conectados. Conforme a água é evaporada, um menisco é formado através de cada poro e o fluxo de água líquida ocorre devido às forças capilares geradas pela tensão interfacial entre a água e o sólido. Portanto, a força motriz para o transporte da água pelos poros é dada pela capilaridade (Barbosa-Cánovas e Vega-Mercado, 1996; Geankoplis, 2003; Jangam e Mujumdar, 2010).

No início do período a taxa decrescente (período C), o movimento da água do interior do sólido para a superfície é majoritariamente por ação da capilaridade. No ponto em que o filme de

água na superfície não pode ser mais mantido, inicia-se um segundo período a taxa decrescente (período D na Figura 1.9). Nesse período, a taxa de difusão de vapor nos poros e a taxa de condução de calor no sólido podem tornar-se os principais mecanismos da secagem (Geankoplis, 2003).

A transferência de calor, durante o processo de secagem, pode contar com a contribuição da convecção, condução e radiação. Portanto, o total de calor que é transferido para a superfície de secagem pode ser dado pela Equação:

$$q = q_C + q_R + q_K \quad (1.19)$$

em que  $q_c$  é transferência de calor por convecção do gás (se este for o meio de aquecimento) para a superfície do sólido em W ( $J s^{-1}$ ),  $q_r$  é a transferência de calor por radiação das superfícies ao redor do sólido submetido ao processo de secagem, em W, e  $q_k$  é a transferência de calor por condução da superfície em contato com o sólido, em W. As equações referentes à transferência de calor por convecção, condução e radiação estão apresentadas nos itens 1.4.1.1, 1.4.1.2 e 1.4.1.3.

## 1.5 Processos de secagem

### 1.5.1 Drum drying

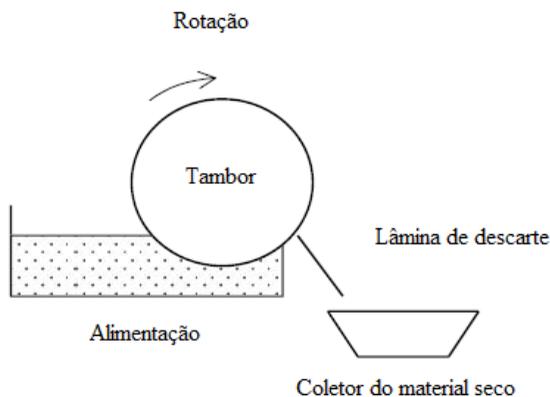
O *drum drying* (DD) ou secagem em tambor é um dos métodos de secagem mais baratos disponíveis para as indústrias. Para pequenos volumes é mais econômico que o *spray drying*. As taxas de secagem e a eficiência térmica são altas. Entretanto, este processo apresenta algumas limitações, as quais incluem que os líquidos ou purês devem aderir à superfície do metal e resistir à altas temperaturas em curtos períodos de tempo (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

*Drum dryers* consistem de um ou mais rolos de metal cilíndricos, ou tambores, dispostos para girar sobre seus eixos, a uma velocidade variável. A Figura 1.10 ilustra um *drum dryer* simples. Geralmente, o meio de aquecimento utilizado é vapor, mas ocasionalmente pode ser utilizado água quente ou outros líquidos especiais a altas temperaturas, dentro dos tambores. O material a ser seco entra em contato com a superfície do tambor, em uma camada fina de filme e o calor é transferido através do metal. Uma lâmina é disposta

no equipamento, em uma posição adequada, de modo a raspar a fina camada filme seco da superfície do tambor (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

O *drum dryer* foi inicialmente patenteado para o uso na produção de amido pré-gelatinizado na Alemanha, por Mahler e Supf, em 1921. Desde então, uma série de patentes têm sido publicadas com variações nos métodos de alimentação, número e configuração dos tambores, sistema de aquecimento e remoção do produto. O diâmetro dos tambores pode variar de aproximadamente 0,45 a 1,5 m e o comprimento de 1 a 3 m. A espessura da parede do secador está entre 2 e 4 cm (Daud, 2006).

**Figura 1.10.** Secador de *drum dryer* simples.



Fonte: Adaptado de Barbosa-Cánovas et al. (2005).

A transferência de calor no DD ocorre em três etapas, sendo elas: (a) o aquecimento da camada fina (b) evaporação da água, levando à concentração da suspensão, até que esta se torne uma camada seca na superfície do tambor e (c) aumento da temperatura desta camada seca, que fica próxima à do tambor. A taxa de secagem é determinada pela taxa de transferência de calor do tambor para o produto (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

### 1.5.2 Secagem por atomização (*spray drying*)

A secagem por atomização ou *spray drying* (SD) é uma técnica de processamento que utiliza a atomização de um líquido para criar

gotas que são secas como partículas individuais, quando movidas em um meio de secagem gasoso aquecido, geralmente o ar (Masters, 1985; Filková et al., 2006). A formação das gotículas proporciona uma grande área superficial por unidade de volume de líquido, a qual favorece uma rápida secagem (Chen e Özkan, 2007).

Um dos primeiros registros da secagem por SD ocorreu em 1865, envolvendo o processamento de ovos. Entretanto, o mérito da descoberta foi de Samuel Percy em 1872, cuja patente descreveu em detalhes a secagem de produtos na forma de pulverização (Masters, 1985). As primeiras aplicações industriais do SD ocorreram na década de 1920, nas indústrias de leite e detergente. Atualmente, essa tecnologia tem sido aplicada industrialmente para diversos produtos, conforme se pode observar na Tabela 1.3.

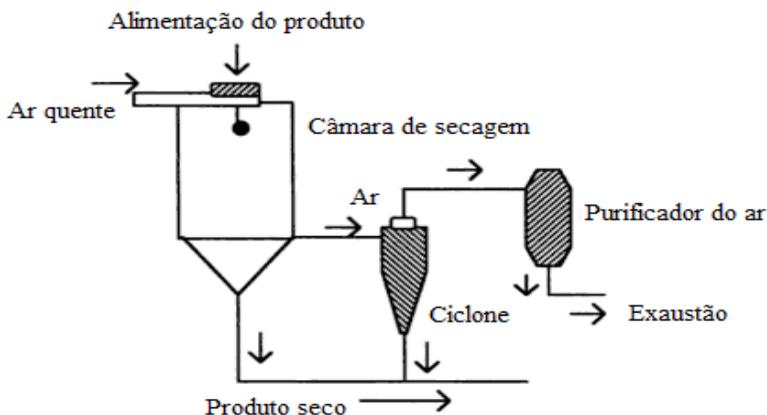
**Tabela 1.3.** Principais aplicações industriais do *spray dryer*.

<b>Indústria</b>	<b>Exemplos de aplicações</b>
Química	Resinas de fenol-formaldeído, catalisadores, aminoácidos, etc.
Tintas e pigmentos	Pigmentos de tintas, corantes para alimentos, dióxido de titânio, etc.
Detergentes e agentes tenso-ativos	Enzimas para detergentes, agentes emulsificantes, alvejantes em pó.
Alimentícia e bebidas	Leite, soro de leite, ovo, soja, proteína, café, chá, frutas e vegetais: banana, tomate, leite de coco, etc.
Farmacêutica e bioquímica	Penicilina, enzimas, vacinas, algas, antibióticos, extratos de leveduras.

Fonte: Filková et al. (2006).

Basicamente, o processo de secagem por SD consiste de quatro estágios: (I) atomização do líquido alimentado; (II) contato gotículas-ar de secagem, (III) evaporação da umidade e de voláteis e (IV) separação do produto em pó seco do ar (Masters, 1985). A separação das partículas secas e do gás de secagem geralmente ocorre em ciclones (Bhandari et al., 2008). Na Figura 1.11 está apresentado o esquema de um SD de ciclo aberto e concorrente.

**Figura 1.11.** Esquema de um *spray dryer* de ciclo aberto, concorrente.



Os *spray dryers* modernos são geralmente equipados com leito fluidizado interno ou externo, os quais podem ser usados para um segundo estágio de secagem, resfriamento, aglomeração, granulação e/ou recobrimento de materiais particulados (Bhandari et al., 2008).

Durante a atomização,  $1 \text{ m}^3$  de líquido pode ser dividido em aproximadamente  $2.10^{12}$  gotas individuais de diâmetro uniforme de  $100 \mu\text{m}$  e área total superficial de  $60.000 \text{ m}^2$  e são essas características que permitem altas taxas de secagem e curtos tempos de residência do produto (Masters, 1985). O tamanho da gotícula que deixa o atomizador é geralmente dependente da vazão de alimentação, da tensão superficial e da densidade do líquido (Chen e Özkan, 2007). Enquanto que a taxa de evaporação durante o SD é influenciada pela diferença de temperatura e de pressão de vapor entre a superfície das gotas e o gás de secagem.

As principais vantagens da secagem por SD são: as características pré-determinadas dos produtos secos que podem ser produzidos (tamanho, massa específica aparente, teor de umidade) e tipo (pós finos, granulados e aglomerados). Além disso, os produtos secos em pó estão prontos para serem embalados, sem etapa de moagem e a qualidade do pó permanece constante durante todo o ciclo de produção, se as condições de secagem são mantidas constantes. Também se deve considerar a versatilidade do processo, pois o mesmo equipamento pode ser utilizado para uma variedade de materiais líquidos e a operação e a manutenção da planta pode ser totalmente automatizada (Masters, 1985; Bhandari et al., 2008).

Por outro lado, essa tecnologia apresenta algumas desvantagens, tais como os altos custos de instalação, as grandes perdas de voláteis devido às altas temperaturas do ar de secagem, embora a temperatura da maior parte das partículas possa permanecer na temperatura de bulbo úmido do ar. Além disso, produtos ricos em açúcar ficam pegajosos durante o processo e aderem à superfície do secador, havendo a necessidade da adição de um agente carreador para minimizar esse efeito (Filková et al., 2006; Nindo e Tang, 2007).

Bhandari, Datta e Howes (1997) apresentaram um estudo sobre os principais problemas relacionados à atomização de alimentos ricos em açúcar. Os autores explicam que os aditivos utilizados na secagem em SD possuem alta temperatura de transição vítrea, elevando a temperatura de transição vítrea da mistura a ser seca, diminuindo a higroscopicidade e adesividade do produto final. Dessa maneira, grande parte dos estudos sobre SD de alimentos ricos em açúcares tem sido centrada na escolha de agentes carreadores e das concentrações ideais.

Cano-Chauca et al. (2005) estudaram o efeito da adição de maltodextrina, goma arábica e amido modificado, em concentrações de 12%, na estrutura da manga em pó desidratada por SD. Os autores observaram, nas análises de microestrutura, que as partículas do suco de manga em pó com os agentes carreadores apresentaram superfícies amorfas.

### **1.5.3 Liofilização**

A liofilização é um processo ideal para certos materiais biológicos, farmacêuticos e alimentícios, os quais não podem ser aquecidos, mesmo a temperaturas moderadas. O processo de liofilização ocorre inicialmente com o congelamento do material a ser seco, e a água é removida como vapor pela sublimação em uma câmara de vácuo (Liapis e Bruttini, 2006). O calor latente de liofilização é normalmente fornecido por condução a partir da superfície em contato com o alimento. A liofilização em larga escala iniciou-se na década de 1940, para a produção de plasma e produtos de sangue secos. Mais tarde, antibióticos e materiais biológicos foram preparados industrialmente utilizando a liofilização (Barbosa-Cánovas e Vega-Mercado, 1996).

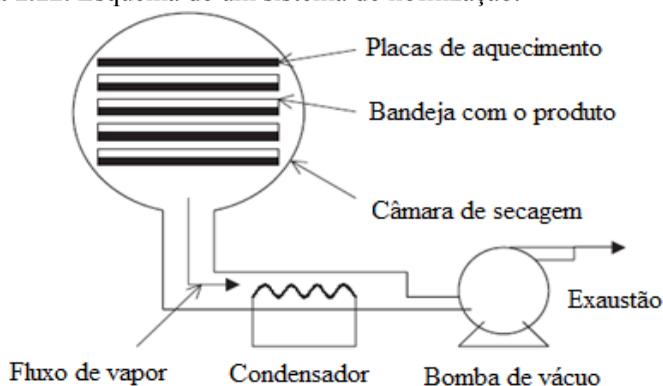
De forma geral, os produtos liofilizados apresentam qualidade superior à dos produtos obtidos utilizando os outros métodos de secagem. Um fator importante é a rigidez estrutural proporcionada pela substância congelada quando a sublimação ocorre. Esta

rigidez previne o colapso da matriz porosa remanescente após a secagem. Quando a água é adicionada posteriormente, o produto reidratado mantém muito de sua estrutura original. Outra vantagem dos materiais biológicos e alimentos liofilizados é a pequena perda de sabor e aroma. A ausência de ar e o uso de baixas temperaturas minimizam as reações de degradação e modificações no produto, as quais normalmente ocorrem em outros processos de secagem (Geankoplis, 2003; Liapis e Bruttini 2006).

Contudo, a liofilização é um processo caro de secagem devido às baixas taxas de secagem e ao uso do vácuo (Geankoplis, 2003). Além disso, os produtos liofilizados tendem a ser mais porosos, podendo reidratar mais rapidamente quando expostos a um ambiente úmido, o que nem sempre é uma característica desejável (Ochoa-Martínez et al., 2012).

Na liofilização, a água é primeiramente removida do material congelado como vapor por sublimação na câmara de vácuo. Assim, o congelamento do produto, a sublimação do gelo e a remoção do vapor de água são as três principais etapas da liofilização. Um diagrama esquemático de um liofilizador é apresentado na Figura 1.12.

**Figura 1.12.** Esquema de um sistema de liofilização.



Fonte: Adaptado de Barbosa-Cánovas et al. (2005).

O material congelado é alocado no topo dos pratos aquecidos que fornecem a energia para a sublimação e a desorção da água ligada. O calor latente de sublimação do gelo (2838 kJ/kg) é geralmente conduzido através da camada de material seco ou algumas vezes através

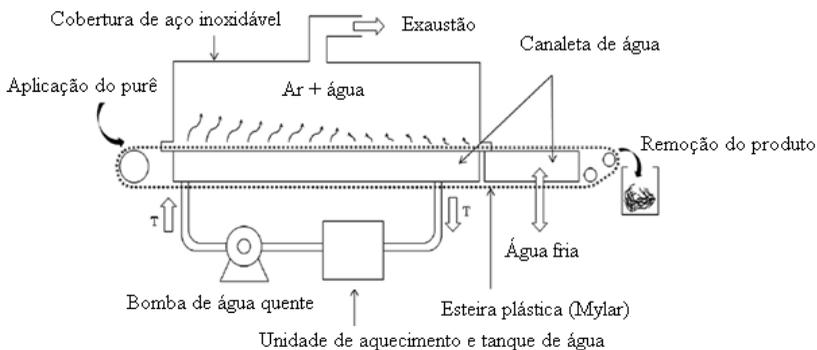
da camada congelada posterior (Geankoplis, 2003). A transferência de calor ocorre por condução dos pratos e por radiação.

### 1.5.4 *Refractance window*

O *refractance window* (RW) é um método de secagem ou concentração de alimentos e outros biomateriais líquidos e semi-líquidos, convertendo-os em pós, flocos, grânulos ou filmes (Nindo et al., 2003). Essa tecnologia foi patenteada por Magoon (1986) e desenvolvida pela MCD Technologies, Inc. (Tacoma, Washington, E.U.A.) (Abonyi et al., 2002). O RW tem sido utilizado principalmente para a secagem de polpas de frutas e hortaliças.

Neste método de secagem, o material úmido é espalhado sobre uma esteira de filme plástico que está em contato na parte inferior com água quente circulante em um reservatório, conforme se pode observar no esquema apresentado na Figura 1.13. A energia térmica para a secagem é oriunda da água quente e é transferida para a suspensão (solução) úmida através da interface do filme, que é relativamente transparente à radiação infravermelha (Nindo e Tang, 2007).

**Figura 1.13.** Esquema de um secador por *refractance window*



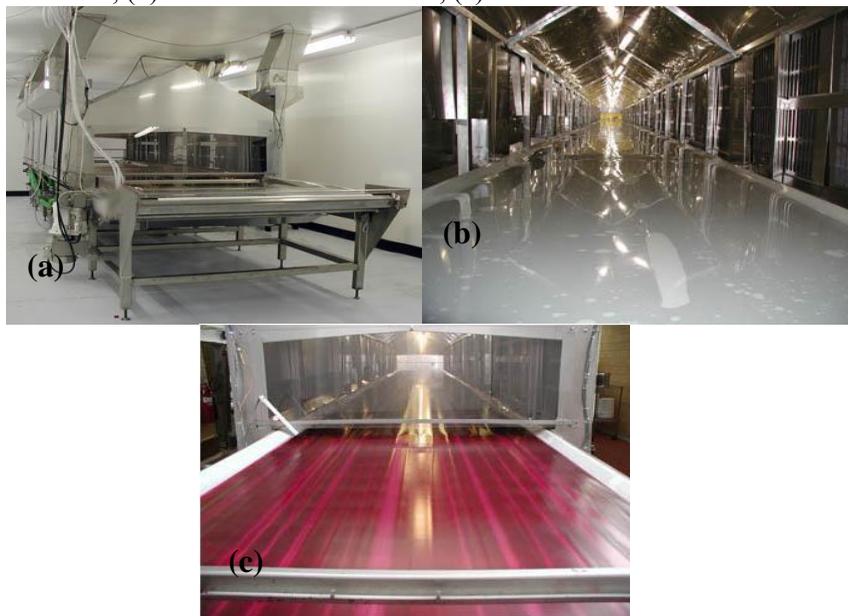
Fonte: Adaptado de Caparino et al. (2012).

O filme plástico é um material poliéster transparente (comercialmente conhecido por *mylar*). A transmissão de radiação infravermelha através do filme de poliéster é mais intensa quando a interface deste está em contato íntimo com água em uma das faces e com um material úmido na face oposta. Portanto, quando um produto com alto teor de umidade é espalhado na superfície do filme plástico, a

refração entre a interface plástico-produto é minimizada, e a radiação infravermelha, oriunda da água quente, é transmitida através da janela de refractância e absorvida pela água da solução que está sendo seca (Nindo e Tang, 2007). À medida que o teor de umidade do produto é reduzido, a janela se fecha, e a transferência de calor por condução torna-se predominante (Vega-Mercado et al., 2001; Kudra e Mujumdar, 2009). Dessa maneira, a transferência de calor para a suspensão submetida à secagem ocorre por radiação, condução através do *mylar* e convecção da água que circula no reservatório.

O equipamento de RW é disponível em configurações modulares, com um tanque de circulação de água e um sistema de exaustão do ar. Além disso, próximo à descarga do produto encontra-se uma seção de resfriamento, com o objetivo de reduzir a temperatura do produto abaixo da temperatura de transição vítrea, para evitar que o produto fique pegajoso (*sticky*) e, portanto, facilitar a remoção deste (Kudra e Mujumdar 2009). Na Figura 1.14 estão apresentadas as fotografias do equipamento comercial.

**Figura 1.14.** Fotografia do *refractance window*: (a) Visão externa - modelo 1; (b) visão interna - modelo 5; (c) extrato de uva



Fonte: MCD Technologies (2012).

Segundo Nindo e Tang (2007), os custos de investimento do equipamento e os custos energéticos do RW são consideravelmente inferiores aos de um liofilizador para processar a uma quantidade similar de produto. Os métodos de secagem por contato, como *drum drying* (DD), são provavelmente os que apresentam custo semelhante aos do RW.

A espessura de camada do produto e o seu teor de umidade são dois fatores que influenciam sua absorvidade (Nindo e Tang, 2007). A temperatura da água de aquecimento pode estar na faixa de 25 a 95 °C, dependendo das propriedades do material a ser seco. Contudo, recomenda-se que a temperatura seja inferior à de ebulição, para evitar a formação de bolhas, as quais prejudicam a transferência de calor (Clarke, 2004; Nindo et al., 2004). O uso de temperaturas mais brandas permite secar culturas de produtos lácteos, tais como as do iogurte, sem prejudicar sua atividade microbiana (Kudra e Mujumdar 2009).

A secagem por RW tem sido particularmente eficiente para o processamento de frutas e hortaliças, com ênfase na retenção de compostos naturais e nos aspectos de qualidade (Clarke, 2004). Abonyi et al. (2002) utilizaram diferentes métodos de secagem (*refractance window*, *spray dryer*, *drum dryer* e liofilização) para a secagem depolpas de morango e cenoura, com objetivo de avaliar cor, retenção de carotenóides, vitamina C e conteúdo de voláteis. O DD foi o processo que causou maiores perdas de carotenóides totais na cenoura (aproximadamente 56%), seguido do RW (8.7%) e da liofilização (4%). O RW e a liofilização apresentaram valores semelhantes com relação à retenção de ácido ascórbico no morango. Quanto à cor, os autores concluíram que alterações neste parâmetro são dependentes do produto e do método de secagem. As amostras de cenouras secas por RW apresentaram cor comparável a do purê fresco, enquanto as amostras de morango secas pelo mesmo método apresentaram cor comparável às liofilizadas. Com relação aos voláteis, o RW e o SD apresentaram perdas de voláteis superiores à liofilização, nas amostras de morangos. Este fato provavelmente está relacionado com o uso de temperaturas mais altas nos dois processos. Entretanto, os autores concluíram que os produtos secos por RW apresentaram a qualidade dos parâmetros avaliados comparável a dos produtos liofilizados.

Caparino et al. (2012) investigaram a influência do DD, SD, liofilização e RW nas propriedades físicas e na microestrutura da manga em pó. Para a secagem da manga no SD foi utilizado maltodextrina (10DE) na concentração de 0.25 kg/kg de sólidos de manga seco, devido

à elevada quantidade de açúcar. As análises realizadas foram cor, massa específica aparente do leito de partículas, porosidade, solubilidade, higroscopicidade, temperatura de transição vítrea, difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os autores encontraram resultados muito semelhantes entre as amostras obtidas por RW e por liofilização, o que os levaram a concluir que o RW pode ser utilizado para produzir manga em pó com qualidade comparável às obtidas por liofilização e superior às obtidas por SD e DD.

Além da produção de alimentos em pó, o RW foi utilizado para secar frutas em pedaços. Ochoa-Martínez et al. (2011) secaram fatias de manga de 1 a 2 mm de espessura, e avaliaram a cinética de secagem, atividade de água e alterações na cor. Os resultados foram comparados com a secagem convectiva de manga. A secagem convectiva ocorreu em 4 horas de processo enquanto o tempo de secagem do produto por RW foi de 1 hora.

## 1.6 Filmes poliméricos

Durante as últimas décadas, folhas e filmes poliméricos foram desenvolvidos com qualidades específicas para satisfazerem as necessidades de um amplo número de aplicações em engenharia. Os materiais mais conhecidos são o policarbonato, o polietileno e o polipropileno, embora outros polímeros também têm se destacado neste contexto, tais como o poliéster, a poliamida e o fluoreto de polivinil (Tsilingiris, 2003), usado como coberturas para bens industriais, em brinquedos, aparelhos eletrônicos, placas de circuito impresso, cabos, capacitores, etc. (Ahlhorn, 2012).

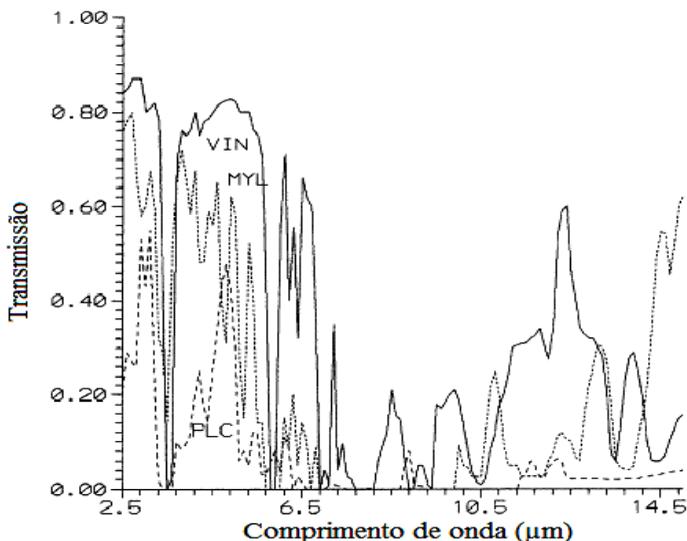
Uma das aplicações dos filmes poliméricos tem sido a substituição do vidro. Nesse caso, é desejável que o filme polimérico seja opaco à radiação na banda do espectro do infravermelho (Incropera et al., 2007). Por outro lado, existem aplicações nas quais a transparência ao espectro de radiação infravermelha é uma característica desejável, como é do caso da secagem por *refractance window*.

Em ambos os casos, a análise da transferência de calor por radiação deve ser baseada em uma predição acurada da transmissão total de radiação em função da espessura do filme polimérico e da temperatura da fonte radiante. Entretanto, segundo Tsilingiris (2003), apesar da transmitância espectral ser uma medida relativamente simples de ser coletada em laboratório, informações da literatura são escassas para os diversos materiais poliméricos. Além disso, segundo o autor,

existe uma falta de confiabilidade nos dados publicados, devido às diferenças nas medidas, nos equipamentos e entre as amostras do mesmo material para os quais as medidas são realizadas. Mesmo pequenas diferenças na qualidade e na composição química das amostras podem ser bastante significativas para as medições.

Meinel e Meinel (1976) publicaram medidas da transmitância espectral para diversos materiais empregados na indústria, sendo eles: *plexiglas*, fibra de vidro, policarbonato, polietileno, polipropileno, *tedlar*, *kapton*, *mylar* e vinil. A avaliação foi realizada no espectro comprimentos de onda entre 2.5 e 15  $\mu\text{m}$ . Na Figura 1.15 estão apresentados os dados da transmitância espectral para os filmes de vinil (VIN), *mylar* (MYL) e para o policarbonato (PLC) com 0.125, 0.13 e 1.22 mm de espessura, respectivamente, obtidos por esses autores.

**Figura 1.15.** Dados da transmitância espectral para os filmes de vinil (VIN), *mylar* (MYL) e para o policarbonato (PLC) com 0.125, 0.13 e 1.22 mm, respectivamente (Adaptado de Meinel e Meinel, 1976).



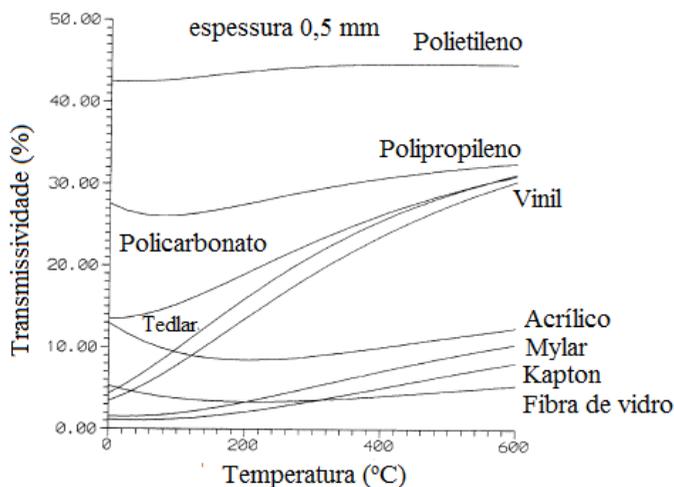
Fonte: Adaptado de Meinel e Meinel (1976).

Observa-se na Figura 1.15 que entre os comprimentos de onda de 6,5 e 10,5  $\mu\text{m}$  as transmitâncias dos filmes avaliados são baixas, em

especial do *mylar*, mas que para comprimentos de onda inferiores a 6,5 a transmitância do filme de *mylar* tem picos de quase 70% de transmitância. A transparência está relacionada com a espessura do material pela lei de Beer.

Tsilingiris (2003) desenvolveu um programa computacional capaz de ler os dados espectrais de transmissão, e em seguida, calcular e armazenar os dados de coeficientes de absorção espectral para cada polímero. Os dados que alimentaram o programa foram os publicados por Meinel e Meinel (1976). Desta maneira, foram calculados e normalizados os dados do poder emissivo espectral do corpo negro para uma temperatura fixa da fonte radiante, segundo a lei de Planck. Assim, os valores da transmitância foram disponibilizados para uma faixa de temperatura da fonte radiante de 0 a 600 °C. Na Figura 1.16 estão apresentados os dados calculados da transmitância total dos filmes de polietileno, polipropileno, policarbonato, *tedlar*, vinil, plástico acrílico, *mylar*, *kapton* e fibra de vidro, com 5 mm de espessura.

**Figura 1.16.** Transmitância total dos filmes de poliestileno, polipropileno, policarbonato, *tedlar*, vinil, plástico acrílico, *mylar*, *kapton* e fibra de vidro, com 5 mm de espessura em função da temperatura da fonte radiante.



Fonte: Adaptada de Tsilingiris (2003).

Observa-se pela Figura 1.16 que a transmitância máxima do filme de *mylar* com 5 mm de espessura é de aproximadamente 10% para temperaturas da fonte radiante próximas as 600 °C. No mercado estão disponíveis dois tipos de filme *mylar*, o tipo A e o tipo D. Segundo os fabricantes, o último é mais transparente à radiação infravermelha do que o primeiro. Segundo eles, o tipo D é mais transparente devido à sua característica de dispersão da luz. Um dos diferenciais do uso do *mylar* no *refractance window* está relacionado com sua rigidez, ou seja, ele não se deforma facilmente nas temperaturas utilizadas no secador (em torno de 95-97 °C ), além de ser aprovado pela *Food and Drug Administration* (FDA) (DuPont, 2014). Os inventores do *refractance window* não informam qual o tipo de *mylar* que eles utilizam no processo.

## 1.7 Referências

Abonyi, B. I. (2002). Quality retention in strawberry and carrot purees dried with *Refractance Window* system. *Journal of Food Science*, 67, pp. 1051-1056.

Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B. R., & Truong, V. (2001). Stickiness in Foods: A Review of Mechanisms and Test Methods. *International Journal of Food Properties*(4), 1-33.

Aguilera, J. M., & Stanley, D. W. (1999). *Microstructural Principles of Food Processing and Engineering*. Am Aspen Publication.

Ahlhorn, M. (2012). *Dr. D. Mueller-Ahlhorn*. Acesso em Agosto de 2012, disponível em <http://www.mueller-ahlhorn.com/br/mylar/>

Barbosa-Cánovas, G. V., & Vega-Mercado, H. (1996). *Dehydration of Foods*. Chapman & Hall's .

Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., & Yan, H. (2005). *Food Powders - Physical Properties, Processing, and Functionality*. Kluwer Academic/Plenum Publishers.

Bhandari, B. R., Datta, N., & Howes, T. (1997). Problems Associated with Spray Drying of Sugar-Rich Foods. *Drying Technology*, pp. 671-684.

- Bhandari, B. R. (2007). Stickiness and Caking in Food Preservation. In: M. S. Rahman, *Handbook of Food Preservation* (pp. 387-401). CRC Press.
- Boonyai, P., Bhandari, B., & Howes, T. (2004). Stickiness measurement techniques for food powders: a review. *Powder Technology*(145), 34-46.
- Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemists'Society*, 60, 309-319.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, pp. 420-428.
- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., & Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. *Journal of Food Engineering*, 11, 135-148.
- Chen, X. D., & Özkan, N. (2007). Stickiness, Functionality, and Microstructure of Food Powders. *Drying Tecnology*, 25, 969-979.
- Clarke, P. T. (2004). *Refractance Window* TM - "Down Under". *Proceedings of the International Drying Symposium (IDS 2004)*, B, 813-820.
- Cocoza, F. D. M. (2003). Maturação e conservação de manga „Tommy Atkins“ submetida à aplicação pós-colheita de 1-Metilciclopropeno. Tese (Doutorado Engenharia Agrícola). Universidade Estadual de Campinas.
- Collares, F. P., & Kieckbusch, T. G. (2002). Revião: A transição Vítrea em Produtos Alimentícios. *Brazilian Journal of Food Technology*, 5, pp. 117-130.
- Costa, J. G., Santos, C. A. F. (organizadores). EMBRAPA. Embrapa Semi-Árido. Sistemas de Produção 2. Cultivo da Mangueira – Cultivares, 2004. Disponível em:

<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Manga/CultivodaMangueira/cultivares.htm>.

Cunha, G. A. P., Sampaio, J. M. M., Nascimento, A. S., Filho, H. P. S., & Medina, V. M., (1994). Manga para Exportação: Aspectos Técnicos da Produção. Brasília: Embrapa-SPI, 35 p. (Publicações Técnicas FRUPEX, 8).

Cuq, B., Rondet, E., & Abecassis, J. (2011). Food powders engineering, between knowhow and science: constraints, stakes and opportunities. *Powder Technology*(208), 244-251.

Daud, W. R. (2006). Drum Dryers. In: A. S. Mujumdar, *Handbook of Industrial Drying*. CRC Press.

DuPont (2014). Food Contact Materials. Disponível em <http://www.dupont.com/products-and-services/plastics-polymers-resins/thermoplastics/uses-and-applications/food-contact-material-products.html>

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisas Agropecuárias. (2012). *Produção Brasileira de Manga*. Disponível em [http://www.cnpmf.embrapa.br/planilhas/Manga\\_Brasil\\_2010.pdf](http://www.cnpmf.embrapa.br/planilhas/Manga_Brasil_2010.pdf)

FAO (2009). Comitee on commodity problems. Joint meeting of the fourth session of the sub-group on bananas and the fifth session of the subgroup on tropical fruits. Rome, December, 9-11.

Fennema, O. R. (1996). Food Chemistry. (3th ed). Marcel Dekker, Inc. New York.

Fellows, P. (2000). Food Processing Technology Principles and Practice. 2 ed. CRC Press LLC, Boca Raton – USA. .

Filková, I., Huang, L. X., & Mujumdar, A. S. (2006). Industrial spray drying systems. In Mujumdar, A. S. Handbook of Industrial Drying. Taylor & Francis Group.

Forny, L., Marabi, A., & Palzer, S. (2011). Wetting, disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders. *Powder Technology*(206), 72-78.

- Fortes M., & Okos, M. R. (1980). Drying theories: their bases and limitations as applied to food and grain. In: MUJUMDAR, A. *Advances in Drying*. Washington: Hemisphere Publishing Corporation v.1 p. 119-154.
- Foust, A. S., Wenzel, L. A., Clump, C. W., Maus, L., & Andersen, L. B. (1982). *Princípios das Operações Unitárias*. John Wiley & Sons, Inc.
- Geankoplis, C. J. (2003). *Transport Processes and Separation Processes Principles*.
- Hogekamp, S., & Schubert, H. (2009). Rehydration of Food Powders. *Food Science and Technology International*, 3(9), 223-236.
- Incropera, F. P., DeWitt, D. P., Bergman, T. L., & Lavine, A. S. (2007). *Fundamentals of Heat and Mass Transfer* (6th ed., Chapter 12). John Wiley & Sons, Inc.
- Jangam, S. V., & Mujumdar, A. S. (2010). Drying of Foods, Vegetables and Fruits - Volume 1. Ed. Jangam, S. V.; Law, C. L.; Mujumdar, A. S. Singapura.
- Kim, E. H., Chen, X. D., & Pearce, D. (2002). Surface characterization of four industrial spray-dried dairy powders in relation to chemical composition, structure and wetting property. *Colloids and Surfaces B. Biointerfaces*(26), 197-212.
- Kudra, T., & Mujumdar, A. S. (2009). *Advanced Drying Technologies*. CRC Press.
- Lazghab, M., Saleh, K., Pezron, I., Guigon, P., & Komunjer, L. (2005). Wettability assessment of finely divided solids. *Powder Technology*(157), 79-91.
- Liapis, A. I., & Bruttini, R. (2006). Freeze Drying. In: A. S. Mujumdar, *Handbook of Industrial Drying*. CRC Press.
- MAPA - Ministério Da Agricultura, Pecuária E Abastecimento. (2007). "Cadeia Produtiva de Frutas". Instituto Interamericano de Cooperação para a Agricultura. Buainain, A. M.; Batalha, M. O. (coordenadores). Brasília: IICA: MAPA/SPA.

Masters, K. (1985). *Spray drying handbook*. New York, John Wiley & Sons Inc.

MCD Technologies. <http://www.mcdtechnologiesinc.com/>

Meinel, A. B., & Meinel, M. P. (1976). *Applied solar energy: an introduction* (4th ed.). Addison-Wesley series in physics.

Murrieta-Pazos, I.; Gaiani, C.; Galet, L.; Calvet, R.; Cuq, B.; Scher, J. (2012). Food powders: Surface and form characterization revisited. *Journal of Food Engineering*, 112, 1-21.

NEPA-UNICAMP – Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentação. “Tabela Brasileira de Composição dos Alimentos - TACO”. (2006). Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentação – NEPA-UNICAMP, Versão II, 2ª Edição, 113p.

Nindo, C. I., & Tang, J. (2007). *Refractance Window* Dehydration Technology: A Novel Contact Drying Method. *Drying Technology*, 25, pp. 37-48.

Nindo, C. I., Feng, H., Shen, G. Q., & Kang, D. H. (2003). Energy utilization and microbial reduction in a new film drying system. *Journal of Food Processing Preservation*, pp. 117-136.

Nindo, C. I., Tang, J., Powers, J. R., & Bolland, K. (2004). Energy consumption during *Refractance Window*® evaporation of selected berry juices. *International Journal of Energy Research*, 1089-1100.

Ochoa-Martínez, C. I., Quintero, P. T., Ayala, A. A., Ortiz, M. J. (2012). Drying characteristics of mango slices using the *Refractance Window*™ technique. *Journal of Food Engineering*, 109, pp. 69–75.

Rahman, S. (2008). *Food Properties Handbook*. CRC Press.

Roos, Y. (1995). Characterization of Food Polymers Using State Diagrams. *Journal of Food Engineering*, pp. 339-360.

São José, A. R.; Souza, I. V. B.; Filho, J. M.; Morais, O. M., (1996). *Manga: Tecnologia de Produção e Mercado*. Vitória da Conquista, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, pp. 361.

Siegel, R., & Howell, J. R. (1972). *Thermal Radiation Heat Transfer*. McGraw-Hill Kogakusha, Ltd.

Silva, E. C.; Paola, M. V. R. V.; Matos, J. R. (2007). Análise térmica aplicada à cosmetologia. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, vol. 43, no. 3.

Sissom, L. E., & Pitts, D. R. (1988). *Fenômenos de Transporte*. São Paulo: Editora Guanabara.

Slade, L.; & Levine, H. (1991). Beyond water activity: recent advances based on an alternative approach to the assessment of food quality and safety. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v.30, n.2-3, p. 115-360.

Tsilingiris, P. T. (2003). Comparative evaluation of the infrared transmission of polymer films. *Energy Conversion and Management*, 44, pp. 2839-2856.

Vega-Mercado, H., Góngora-Nieto, M. M., & Barbosa-Cánovas, G. V. (2001). Advances in dehydration of foods. *Journal of Food Engineering*, 49, 271-289.

Vock, R. (2012). *HACCPEUROPA*. Acesso em Outubro de 2012, disponível em [http://www.haccpeuropa.com/2012/10/17/powder-fruits-and-dry-fruits-are-they-futurefruits/?utm\\_source=feedburner&utm\\_medium=feed&utm\\_campaign=Feed%3A+HaccpeuropaRssFeed+%28Food+Safety+News%29&go\\_back=%2Egde\\_3868872\\_member\\_177416216](http://www.haccpeuropa.com/2012/10/17/powder-fruits-and-dry-fruits-are-they-futurefruits/?utm_source=feedburner&utm_medium=feed&utm_campaign=Feed%3A+HaccpeuropaRssFeed+%28Food+Safety+News%29&go_back=%2Egde_3868872_member_177416216)

Welty, J. R. (1974). *Engineering Heat Transfer*. John Wiley & Sons, Inc.

Wendlandt, W.W. (1986). *Thermal analysis*. 3.ed. New York: John Wiley & Sons.



## 2. EFEITOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA SECAGEM DE POLPA DE MANGA POR *REFRACTANCE WINDOW*

---

Neste capítulo é apresentado o dispositivo experimental (*refractance window* em batelada) desenvolvido para o estudo da secagem de polpa de manga, bem como o estudo sobre a influência da temperatura da água, da espessura do produto e da fonte de radiação nesse processo de secagem. Para avaliar a influência da fonte de radiação no processo de secagem, o filme polimérico utilizado (poliéster – *mylar*) foi pintado com tinta preta resistente à altas temperaturas e substituído no aparato experimental do *refractance window*. Esse processo foi chamado de *secagem sobre filme opaco* (SFO). Em ambos os processos foram avaliadas as curvas de secagem utilizando diferentes temperaturas da água (75, 85 e 95 °C) e diferentes espessuras da camada de polpa (2, 3 e 5 mm). Os resultados demonstraram que o filme *mylar* utilizado neste estudo foi transparente em alguns comprimentos de onda do espectro, dentro da banda que caracteriza a radiação infravermelha e o filme pintado foi opaco à radiação. A polpa de manga seca por RW (filme *mylar* não pintado) apresentou taxas de secagem superiores em relação à secagem efetuada com o filme de *mylar* pintado de preto (SFO), para as espessuras de camada de 2 e 3 mm. Para as polpas espalhadas com 5 mm de espessura não houve diferença no tempo de secagem entre os dois processos. Em todas as condições avaliadas foi observada a predominância do período de secagem à taxa constante. A evolução temporal da temperatura da secagem da polpa por RW e por SFO foi acompanhada através de termopares espalhados na polpa e na água e também através de imagens termográficas. Ambas as ferramentas são importantes para a determinação com precisão do final da secagem.

## 2.1 Introdução

O desenvolvimento e a comercialização de alimentos em pó têm crescido nos últimos anos e essa tendência está ligada principalmente com a conveniência oferecida por esse tipo de produto, sua estabilidade química e microbiológica e a redução dos custos de transporte e armazenamento (Forny, Marabi e Palzer, 2011). Os principais processos de secagem utilizados para a produção de alimentos em pó são o *drum drying* (DD), o *spray drying* (SD) e o *freeze drying*, cada um deles com suas vantagens e desvantagens. Contudo, deseja-se obter produtos com baixo custo, que mantenham suas propriedades nutricionais e apresentem boas características físico-químicas, de modo a atrair e satisfazer as expectativas dos consumidores. Porém, obter produtos com baixos custos e com qualidade superior nem sempre é possível usando os processos citados acima (Ochoa-Martínez et al., 2011).

Um processo de secagem alternativo para a produção de alimentos em pó é o *refractance window drying* (RW). O RW é um método de concentração e secagem de soluções que permite a obtenção de filmes, flocos e produto em pó (Nindo et al., 2003). Essa tecnologia foi patenteada por Magoon (1986) e desenvolvida pela MCD Technologies, Inc. (Tacoma, Washington, E.U.A.) (Abonyi et al., 2002). Segundo Nindo e Tang (2007), para a mesma capacidade de secagem, o equipamento de RW necessita de investimento 50-70% menor do que um *freeze drier* e com custos energéticos e operacionais 50% inferiores aos dos liofilizadores.

No RW uma solução é espalhada sobre uma esteira de poliéster transparente à radiação infravermelha, que tem sua face inferior em contato com água quente circulante em um reservatório. O filme utilizado é conhecido comercialmente como *mylar* (DuPont-USA), sendo parcialmente transparente à radiação infravermelha (Nindo e Tang, 2007). Dessa maneira, a energia térmica para a secagem é fornecida pela água quente, através dos mecanismos de condução de calor e da radiação térmica. As principais vantagens deste método de secagem estão relacionadas à possibilidade de controle da temperatura de secagem e do tempo de residência do produto, possibilitando a obtenção de produtos desidratados com manutenção de propriedades sensoriais e com reduzidas perdas nutricionais (Abonyi et al., 2002; Nindo et al., 2003; Nindo e Tang, 2007). Assim, o RW tem sido usado para o processamento de polpas de frutas e hortaliças para a obtenção de flocos e pós desidratados, com resultados que indicam boa retenção de

compostos naturais (Clarke, 2004). Abonyi et al. (2002) utilizaram diferentes métodos de secagem (*refractance window*, *spray dryer*, *drum dryer* e liofilização) em polpa de morango e purê de cenoura, com objetivo de avaliar cor, retenção de carotenoides, vitamina C e conteúdo de voláteis nos produtos secos. O DD foi o processo que causou maiores perdas de carotenos totais no purê de cenoura (aproximadamente 56%), seguido do RW (8.7%) e da liofilização (4%). Com relação à secagem da polpa de morango, os valores de retenção de ácido ascórbico foram bastante semelhantes no produto seco por RW e por liofilização. No entanto, as perdas de voláteis na polpa de morango seco por RW e SD apresentaram valores superiores à liofilização, resultado associado ao uso de temperaturas mais altas nos dois primeiros processos. Mesmo assim, os autores concluíram que os produtos secos por RW apresentaram parâmetros de qualidade comparáveis aos dos produtos liofilizados.

Nindo et al. (2003) realizaram experimentos com purê de abóbora para avaliar a eficiência energética do RW e o efeito deste processo na redução microbiana. Para a água de aquecimento a 95 °C os autores observaram que os purês apresentaram reduções logarítmicas de 4,6, 6,1, 6,0 e 5,5 de aeróbios totais (APC), coliformes, *Escherichia coli* e *Listeria innocua*, respectivamente.

Caparino et al. (2012) investigaram a influência dos processos de desidratação DD, SD, RW e liofilização nas propriedades físicas e na microestrutura de manga em pó. Os autores encontraram resultados muito semelhantes entre as amostras obtidas por RW e por liofilização, o que os levou a concluir que o RW pode produzir manga em pó com qualidade comparável às obtidas por liofilização, e superior às obtidas por SD e DD.

Como a secagem por RW é uma tecnologia relativamente recente, grande parte dos trabalhos disponíveis na literatura tratam da comparação da qualidade físico-química dos produtos obtidos por RW em relação aos produzidos por processos tradicionais. Poucas informações sobre a contribuição dos mecanismos de transferência de calor e massa no processo de secagem por RW são encontradas na literatura (Nindo e Tang, 2007). Desse modo, o objetivo deste trabalho foi investigar a importância relativa dos mecanismos de condução e radiação térmica, na secagem de filmes de manga espalhados em um filme de poliéster transparente à radiação infravermelha. Para isso, estudou-se a transmissividade do filme e a influência das variáveis de

processo (temperatura, espessura do filme, transparência do filme) na cinética de secagem de polpa de manga por RW.

## 2.2 Material e métodos

### 2.2.1 Preparo da matéria-prima

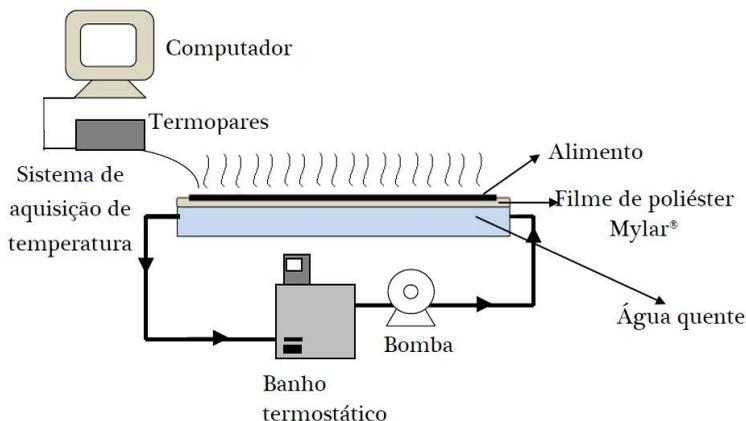
As frutas utilizadas no estudo foram mangas da variedade Tommy Atkins, adquiridas no comércio local da cidade de Florianópolis – SC. A seleção das frutas foi realizada pelo grau de maturação, observado por análise visual e pelo teor de sólidos solúveis ( $^{\circ}$ Brix). Foram utilizadas mangas com teor de sólidos solúveis entre 12 e 16  $^{\circ}$ Brix. O teor de sólidos solúveis ( $^{\circ}$ Brix) foi determinado utilizando-se um refratômetro óptico manual (Reichert, modelo AR200, USA) com resolução de 0,2  $^{\circ}$ Brix, que permite a leitura na faixa de 0 a 90  $^{\circ}$ Brix à temperatura de 25  $^{\circ}$ C.

As frutas foram lavadas, descascadas manualmente e trituradas em liquidificador doméstico (Arno-Brasil) para obtenção da polpa. Antes do processo de secagem, a polpa obtida foi peneirada usando uma peneira de malha de 16 mesh, a fim de evitar a presença de partículas maiores.

### 2.2.2 Dispositivo experimental utilizado para a secagem por *refractance window*

Para a realização dos experimentos de secagem por RW, um equipamento operando em batelada foi montado no Laboratório de Propriedades Físicas de Alimentos (PROFI-EQA-UFSC), utilizando o mesmo princípio do equipamento industrial (Nindo et al., 2003; Clarke, 2004; Nindo and Tang, 2007). O dispositivo, representado na Figura 2.1, consiste de um reservatório (bandeja de dimensões 0,8 m x 0,4 m x 0,05m) com água quente circulante, proveniente de um banho termostático (DIST, modelo DIST921, Brasil). O filme *mylar* tipo “D” (DuPont, USA), de 0,25 mm de espessura, foi fixado no topo do reservatório, de maneira que sua face inferior fica em contato com a água quente que circula no reservatório e sua face superior serve de suporte para o filme de fruta que será secado. A espessura do filme *mylar* foi escolhida com base em dados da literatura (Nindo et al., 2003). O monitoramento da temperatura do filme de fruta e da água de circulação do reservatório foi realizado por termopares do tipo T (IOPE, modelo A-TX-TF-R-30AWG, Brasil) conectados a um sistema de aquisição de dados (Agilent, modelo 34970A, Malásia).

**Figura 2.1.** Esquema do aparato experimental para a secagem por *refractance window*.



### 2.2.3 Transmissividade dos filmes *mylar*

Análises de transmissividade foram realizadas em um filme *mylar* com espessura de 0,25 mm e em outra amostra desse filme pintado com tinta preta resistente à alta temperatura (Colorgin, Sherwin-Williams do Brasil, Brazil). A espessura média do filme pintado foi determinada em várias regiões desse filme com um micrômetro digital (Mitutoyo, APB-1D, Japan), resultando em um valor igual a  $0,33 \pm 0,02$  mm. As análises foram realizadas utilizando o espectrômetro FTIR (Oriol MIR8025<sup>TM</sup> Modular IR Fourier Spectrometer) baseado no interferômetro de Michelson, com componentes similares (Nicolau, Scopel and Possoli, 2009). O espectrômetro FTIR opera na faixa espectral de emissão entre 1,7  $\mu\text{m}$  e 27  $\mu\text{m}$ .

### 2.2.4 Metodologia para a avaliação da cinética de secagem de polpa de manga por diferentes técnicas

Os processos de secagem avaliados nesse capítulo para a obtenção de manga desidratada em pó foram: (I) secagem por *refractance window* e (II) secagem sobre o filme de *mylar* pintado com tinta preta.

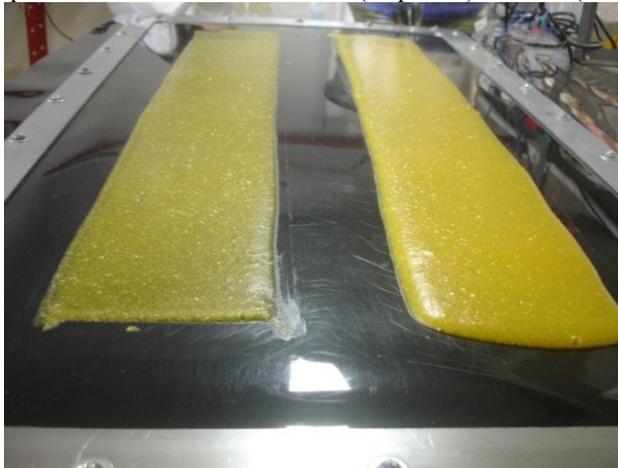
Para os processos (I) e (II), a polpa de manga foi espalhada sobre o filme de *mylar* com um espalhador (*doctor blade*), o qual

permitiu o ajuste da espessura de espalhamento desta. Para o processo de secagem (II), o filme de *mylar* foi pintado com tinta aerossol na cor preta (Colorgin resistente à alta temperatura) e utilizado o mesmo aparato experimental para a técnica de *refractance window* (Conforme se pode observar na Figura 2.2). No entanto, a secagem utilizando o filme pintado foi denominada de *secagem sobre filme mylar opaco (SFO)*, para diferenciar do processo de *refractance window*, uma vez que se espera que a camada de tinta preta bloqueie a radiação infravermelha.

A cinética de secagem da polpa de manga pela técnica de *refractance window* (RW) e através da secagem sobre filme opaco (SFO) foi avaliada retirando-se três amostras, de lugares distintos da parte central da polpa, durante intervalos de tempos pré-determinados. Para cada intervalo, as amostras foram pesadas e o teor de umidade foi determinado conforme procedimento descrito no item 2.2.6, deste capítulo. As condições experimentais avaliadas para ambos os processos de secagem foram: temperatura da água de 75, 85 e 95 °C e espessura de espalhamento da polpa de 2, 3 e 5 mm. Os experimentos foram realizados com a umidade relativa ambiental entre 58 e 68% e temperatura ambiente de 25 °C, mantida por ar condicionado. Uma regressão linear foi realizada nos dados experimentais de acordo com o comportamento observado de umidade *vs.* tempo, e as taxas de secagem foram obtidas através da inclinação da equação linear.

Na Figura 2.2 é apresentado o filme de *mylar* pintado e a polpa de manga durante o processo de secagem em filme opaco (SFO).

**Figura 2.2.** Secagem de polpa de manga sobre filme opaco: polpa de manga espalhada com camada de 3 mm (esquerda) e 5 mm (direita).



### 2.2.5 Termografia

A medida de temperatura é importante nos processos de secagem e a termografia tem se tornado uma importante ferramenta de medição de temperaturas de superfícies. A medida de temperatura geralmente é realizada usando termômetros, termopares, termistores e detectores de resistência. Estes instrumentos podem determinar temperaturas em pontos específicos, necessitando de contato com o material. A imagem térmica por infravermelho é uma técnica não destrutiva, que não necessita de contato com o meio, proporcionando um mapeamento da temperatura da superfície do material. Isso é feito através da conversão do padrão de radiação térmica (invisível) em imagens correlacionadas com dados de temperatura (Vadivambal e Jayas, 2011).

Neste estudo, termografias foram realizadas durante o processo de secagem por RW e por SFO, utilizando uma câmera termográfica (Flir, modelo T360, Suécia). Para padronizar as espessuras dos filmes, delimitar a área de medição e permitir comparações entre as condições de processo, utilizaram-se molduras de metal com as espessuras de 2, 3 e 5 mm. Essas molduras foram coladas sobre o filme *mylar* e a polpa de manga foi espalhada no interior da moldura e a espessura da polpa foi corrigida com uma régua. Para destacar a região da secagem, colocou-se uma moldura de poliestireno expandido sobre a moldura metálica. Para

o registro das imagens, alguns parâmetros foram fixados na câmera termográfica, como a distância entre a máquina e a superfície do filme de manga, a emissividade da polpa de manga, a temperatura e a umidade relativa do ambiente. Assim, para o registro das imagens, a câmera foi posicionada a uma distância fixa de 50 cm da superfície do filme espalhado. Devido à sua alta umidade, o valor da emissividade ( $\epsilon$ ) utilizado para a polpa foi de 0,96. A umidade relativa do ar e a temperatura ambiente foram medidas com um instrumento de medição de temperatura e umidade relativa, com precisão de  $\pm 2.5\%$  UR (Testo, modelo 610, Alemanha).

As imagens foram analisadas pelo software FLIR QuickReport 1.2 SP2. O aplicativo possui uma ferramenta que fornece, para uma determinada área da imagem, os valores máximo e mínimo de temperatura e os valores pontuais. Durante a coleta das termografias, a evolução temporal das temperaturas também foi registrada com termopares, alocados em 5 regiões da polpa espalhada, e em 9 pontos no interior do reservatório, para o registro da temperatura da água.

### 2.2.6 Umidade

A umidade das amostras foi determinada por método gravimétrico, em estufa a vácuo (TECNAL, TE-395) a  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ , segundo a metodologia da A.O.A.C. (2005). O percentual de umidade das amostras, em base seca (b.s.), foi calculado de acordo com a Equação 2.1:

$$X = \frac{m_o - m_f}{m_f} \times 100 \quad (2.1)$$

em que  $m_o$  e  $m_f$  são a massa da amostra antes e depois da secagem em estufa. Na descrição do procedimento não são especificadas as faixas de umidade em que esse método é válido.

### 2.2.7 Moagem

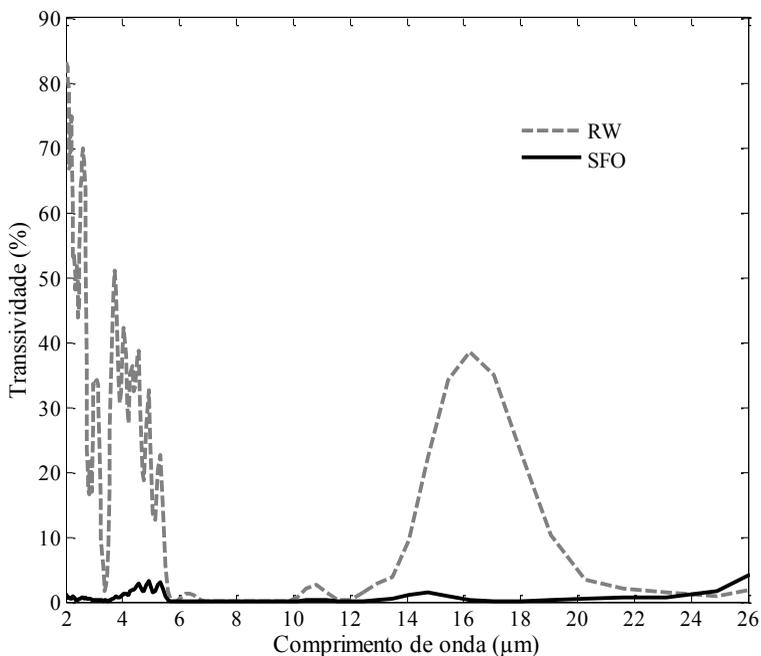
O filme de manga obtido foi submetido à moagem em moinho de facas (TECNAL, TE 631/2, Brasil).

## 2.3 Resultados e discussão

### 2.3.1 Transmissividade dos filmes *mylar*

Os dados das transmissividades dos filmes *mylar* transparente (original) e pintado com tinta preta podem ser visualizados na Figura 2.3.

**Figura 2.3.** Transmissividade dos filmes *mylar* original (usado por *refractance window*) e pintado com tinta preta (usado na secagem sobre filme opaco).



Esses resultados permitem observar que o *mylar* transparente apresentou picos de transmissividade à radiação infravermelha. A transmissividade do filme original foi maior entre os comprimentos de onda nas faixas 2 a 6 μm e 14 a 19 μm. Esse resultado está de acordo com os obtidos por Meinel e Meinel (1976) em estudo sobre a transmissividade de alguns filmes poliméricos, dentre eles o *mylar* com

espessura de 0,13 mm. Entretanto, os picos de transmissão obtidos pelos autores foram praticamente o dobro dos obtidos no presente estudo. Essa diferença pode estar relacionada com a redução da transmissividade da radiação incidente em um material com o aumento de sua espessura (Ratti e Mujumdar, 2006). Embora seja mais transparente à radiação infravermelha, um filme com baixa espessura apresenta menor resistência mecânica, dificultando sua utilização nesse estudo, pois a água que circula no reservatório do equipamento do *refractance window* em batelada exerce pressão sobre o filme e pode causar sua deformação.

Por outro lado, como visto na Figura 2.3, a tinta preta bloqueou quase totalmente a radiação incidente da água no comprimento de onda avaliado. Entretanto, a tinta preta aderida ao filme também é uma emissora de radiação quando aquecida, pois tem uma emissividade de 0,98 (Incropera et al., 2007). Essa informação foi verificada experimentalmente utilizando uma fita isolante, que tem a emissividade de 0,95, como referência (dados não apresentados) (Mario, 2011).

Existem três principais aspectos que devem ser considerados no processo de secagem por *refractance window*: o espectro de emissão da fonte radiante (água quente ou tinta preta); o espectro de transmissão da radiação pelo meio (*mylar*); e o espectro de absorção pelo produto (polpa de manga).

De acordo com a *Lei de Deslocamento de Wien*, um corpo negro na temperatura de 373 K (100 °C) apresenta emissão máxima no comprimento de onda próximo a 8  $\mu\text{m}$ . Entretanto, entre os comprimentos de onda de 4  $\mu\text{m}$  e 40  $\mu\text{m}$ , a emissão corresponde a mais de 10% da emissão máxima (Incropera et al., 2007). Nesses comprimentos de onda, o *mylar* apresentou picos de transmissividade em torno de 40%. Como o produto tem umidade elevada, é razoável assumir que a radiação emitida pela água quente e transmitida através do *mylar* foi absorvida pela polpa. A água tem alta absorção de radiação infravermelha entre os comprimentos de onda próximos a 3,0, 4,7, 6,0 e acima de 12  $\mu\text{m}$  (Sternglanz, 1956; Sandu 1984). Esses dados sugerem a efetividade da transferência de calor por radiação no processo de RW.

De acordo com Nindo e Tang (2007), quando a polpa com umidade elevada é espalhada sobre a superfície do *mylar*, a refração na interface plástico-polpa é reduzida e a radiação é mais facilmente transmitida pelo *mylar* para o produto. De fato, o índice de refração do *mylar* é 1,64 (Tsilingiris, 2003), o da água é 1,33 e o do ar é 1 (Siegel e Howell, 1992). Então, quando um feixe de radiação incide na direção

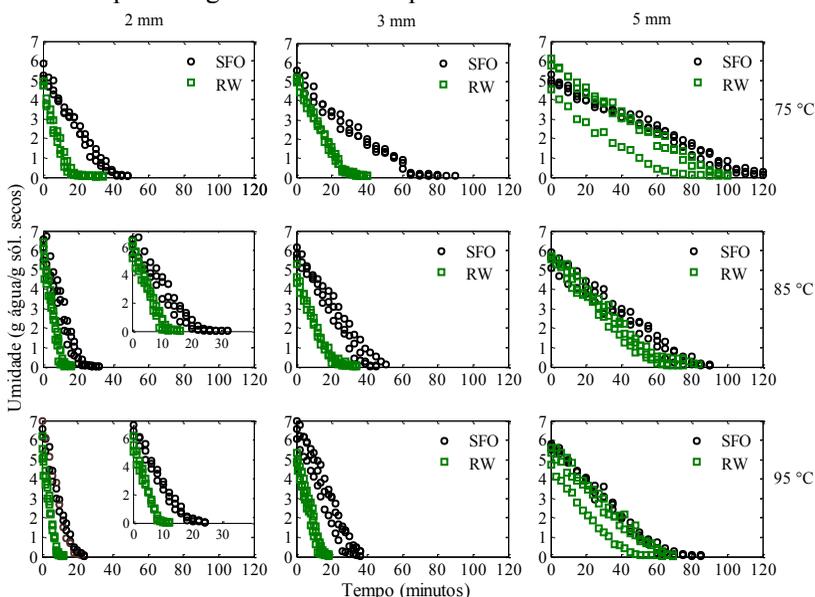
normal, o coeficiente de perda por reflexão no sistema ar-mylar ( $r_{\text{ar-mylar}}(0)=0,0587$ ) é praticamente cinco vezes maior do que no sistema água-mylar ( $r_{\text{água-mylar}}(0)=0,01073$ ).

Conforme a umidade da polpa decresce (avanço do processo de secagem), ocorrem modificações nas propriedades do produto (por exemplo, a absorvidade decresce enquanto a refletividade aumenta), então a transferência de calor por condução torna-se predominante e a taxa de secagem se reduz (Clarke, 2004; Ratti e Mujumdar, 2006; Nindo e Tang, 2007). Esse fato causa o fechamento da janela de refractância e a radiação parece ser refletida de volta para a água quente.

### 2.3.2 Curvas de secagem

Na Figura 2.4 estão apresentadas as curvas de secagem da polpa de manga pelos processos RW e SFO, para as espessuras de polpa de 2, 3 e 5 mm, para temperaturas da água circulante de 75, 85 e 95 °C. Para melhor visualização dos dados, apenas os resultados de uma repetição experimental são apresentados.

Figura 2.4. Curvas de secagem da polpa de manga por *refractance window* e por secagem sobre filme opaco.



O aumento da temperatura da água circulante contribuiu para a redução do tempo de secagem, especialmente para a polpa de 2 mm de espessura e seca por RW. Nessa condição, umidades inferiores a 0,10 g água/g sólidos secos foram alcançadas em tempos de secagem de 24, 13 e 9 minutos para as temperaturas de 75, 85 e 95 °C, respectivamente. Esses resultados indicam uma redução de mais de 60% no tempo de processo quando a temperatura da água circulante no reservatório aumentou de 75 °C para 95 °C. Para as demais espessuras da camada de polpa, a contribuição da temperatura na redução dos tempos de secagem foi mais discreta. Em todas as condições experimentais avaliadas, observou-se uma queda linear da umidade com o tempo de secagem, até umidades próximas a 0,1 g água/g sól. secos. Tendo-se como referência esse período, foram calculadas as taxas de secagem para ambos os processos. Esses dados estão apresentados na Tabela 2.1.

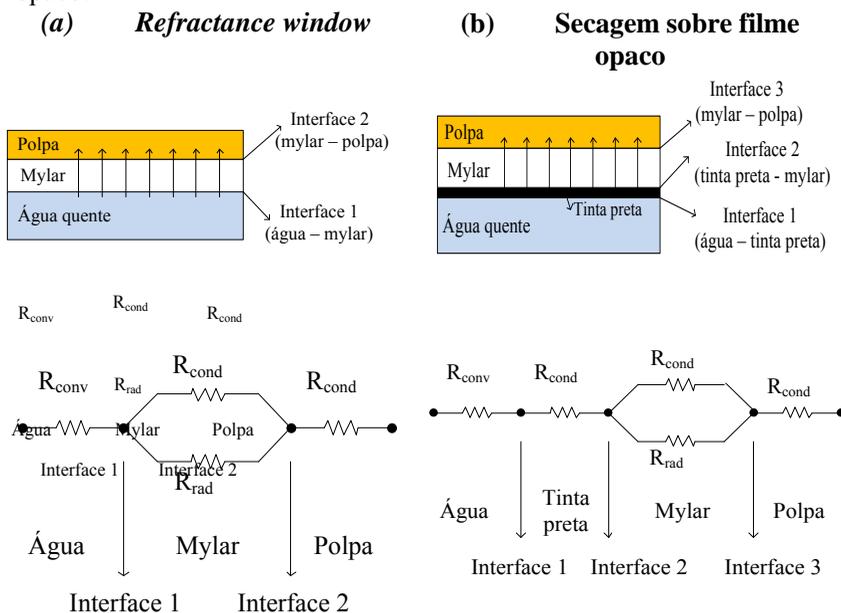
**Tabela 2.1.** Taxas de secagem de polpa de manga por *refractance window* e secagem sobre filme opaco.

Processo de secagem	Temperatura da água (°C)	Espessura da polpa (mm)	Taxa de secagem (g água/g de sólidos secos.min) no período constante
RW	75	2	0,301±0,033
		3	0,177±0,013
		5	0,061±0,003
	85	2	0,508±0,087
		3	0,189±0,011
		5	0,092±0,003
	95	2	0,603±0,050
		3	0,331±0,033
		5	0,091±0,005
SFO	75	2	0,135±0,019
		3	0,075±0,007
		5	0,043±0,003
	85	2	0,282±0,026
		3	0,138±0,014
		5	0,068±0,010
	95	2	0,342±0,037
		3	0,202±0,012
		5	0,086±0,005

Embora a temperatura seja uma variável importante no processo de secagem por RW e por SFO, a espessura da camada de polpa influenciou nas taxas de secagem, conforme pode ser observado nos valores apresentado na Tabela 2.1. De maneira geral, quando a espessura foi aumentada de 2 para 3 mm, na secagem por RW, as taxas de secagem foram aproximadamente 30 e 50% inferiores, nas condições em que a água estava a 75 e 95 °C, respectivamente. Além disso, para todas as temperaturas da água de aquecimento, as polpas de manga com espessuras de 2 e 3 mm, secas por RW, apresentaram taxas de secagem superiores às taxas de secagem observadas para as polpas secas por SFO. No caso da polpa com espessura da camada de 2 mm, as taxas de secagem por RW foram praticamente o dobro das taxas de secagem por SFO, para a mesma temperatura da água. Por outro lado, essa diferença entre os processos foi menos evidente quando a polpa foi espalhada com 5 mm de camada. Para polpas espalhadas com espessura maior, o aumento da temperatura foi menos importante devido à maior relevância da resistência à transferência de calor por condução e de transferência de massa (difusão de água) na polpa.

As diferenças observadas nas taxas de secagem de ambos os processos e das condições avaliadas podem ser melhor entendidas examinando os mecanismos de transferência de calor presentes durante a secagem por RW e SFO, como apresentados na Figura 2.5.

**Figura 2.5.** Esquema dos mecanismos de transferência de calor presentes na: (a) secagem por *refractance window* e (b) sobre filme opaco.

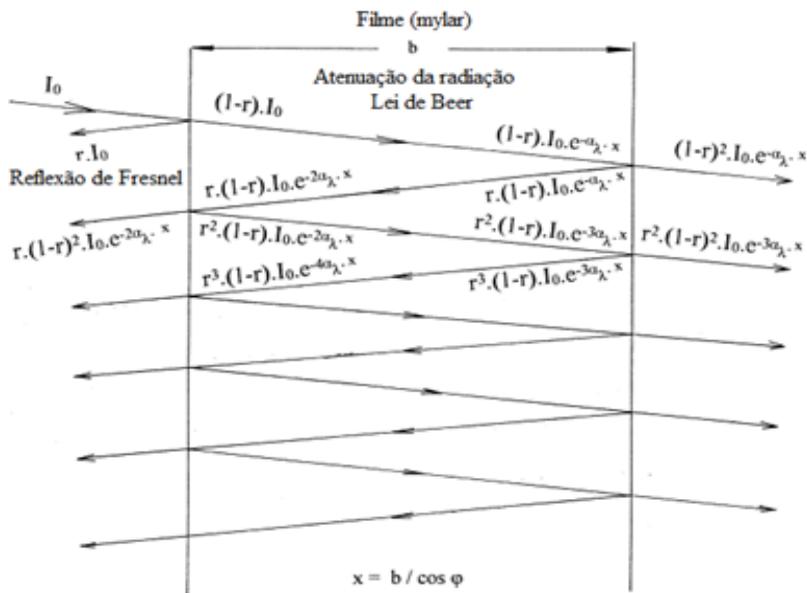


Como visto anteriormente (Figura 2.3) a tinta preta bloqueou a radiação infravermelha emitida pela água, entretanto, devido à sua elevada emissividade, quando essa tinta é aquecida, ela parece emitir radiação. Baseado nessa informação e na análise de ambos os sistemas (Figura 2.5), as diferenças entre as taxas de secagem observadas parecem ser devido à resistência condutiva da camada de tinta (interface 1 - Figura 2.5 b). De fato, a camada de tinta preta representou um aumento na espessura total do *mylar* de aproximadamente 25 %, resultando em um incremento na resistência térmica (resistência condutiva).

A radiação é um fenômeno complexo de transferência de calor, e a estimativa da contribuição desse mecanismo de calor na secagem por *refractance window* não é uma questão trivial. Quando a radiação emitida pela água ou pela tinta preta incide na superfície do *mylar*, sua intensidade sofre uma atenuação pela reflexão na interface água-*mylar* ou tinta preta-*mylar*, de acordo com a reflexão de Fresnel. A radiação remanescente, que cruza a interface, se propaga pelo meio (*mylar*) até

atingir a outra interface *mylar-polpa*. Entretanto, no meio a intensidade da radiação sofre uma atenuação segundo a Lei de Beer. Essa atenuação está relacionada com a absorção da radiação no meio. Na segunda interface (*mylar-polpa*), parte da radiação irá sofrer uma segunda reflexão, e outra parte irá cruzar essa interface e atingir a polpa, conforme se observa no esquema apresentado na Figura 2.6 (Tsilingiris, 2003).

**Figura 2.6.** Esquema dos componentes de fluxo de energia radiante em filme polimérico.



Fonte: Adaptado de Tsilingiris (2003).

De acordo com Siegel e Howell (1992) as reflexões internas (no meio) na segunda interface são responsáveis por outras múltiplas reflexões e absorções da radiação, então, a intensidade total transmitida deve ser calculada como o somatório de todos os componentes da radiação transmitidos na segunda interface (*mylar-polpa*).

A radiação que é transmitida pelo *mylar* irá penetrar e ser absorvida pela polpa. Entretanto, essa energia restante sofre outra atenuação (de acordo com a Lei de Beer). É comum definir uma profundidade de penetração das ondas eletromagnéticas, que é uma

distância a partir da interface (incidência da radiação), para o qual a energia incidente é reduzida para  $1 / e = 1 / 2,718$ , ou 36,79 % da potência incidente (Singh e Heldman, 2009). Para a água, a profundidade de penetração é de até 0,09 milímetros de comprimento de onda entre 2 e 200  $\mu\text{m}$ . Assim, é evidente que as diferenças na velocidade de secagem entre os três espessuras medidas são resultado dos mecanismos de transferência de calor e massa dentro da polpa.

Pode se ter também que a transferência de calor durante os processos de RW e SFO sofra influência da resistência de contato entre o *mylar* e o produto. Essa resistência seria principalmente devido a micro rugosidades na superfície do filme (*mylar*) que está em contato com a polpa. Esses pontos de contato seriam intercalados com aberturas preenchidas com uma mistura de ar e vapor de água, que tem uma baixa condutividade térmica (Incropera et al., 2007). No entanto, acredita-se que essas interferências não afetaram significativamente o processo de secagem nesses sistemas.

Em ambos os processos de secagem, a temperatura, a umidade relativa ambiental e o fluxo de ar próximo ao equipamento não foram estritamente controlados. Esses fatores podem influenciar nos mecanismos do resfriamento evaporativo da polpa e não foram considerados.

Na Tabela 2.2 estão apresentados os dados da capacidade evaporativa do RW e do SFO, nas condições experimentais avaliadas de: temperatura da água de 75, 85 e 95 °C e espessura da polpa de 2, 3 e 5 mm.

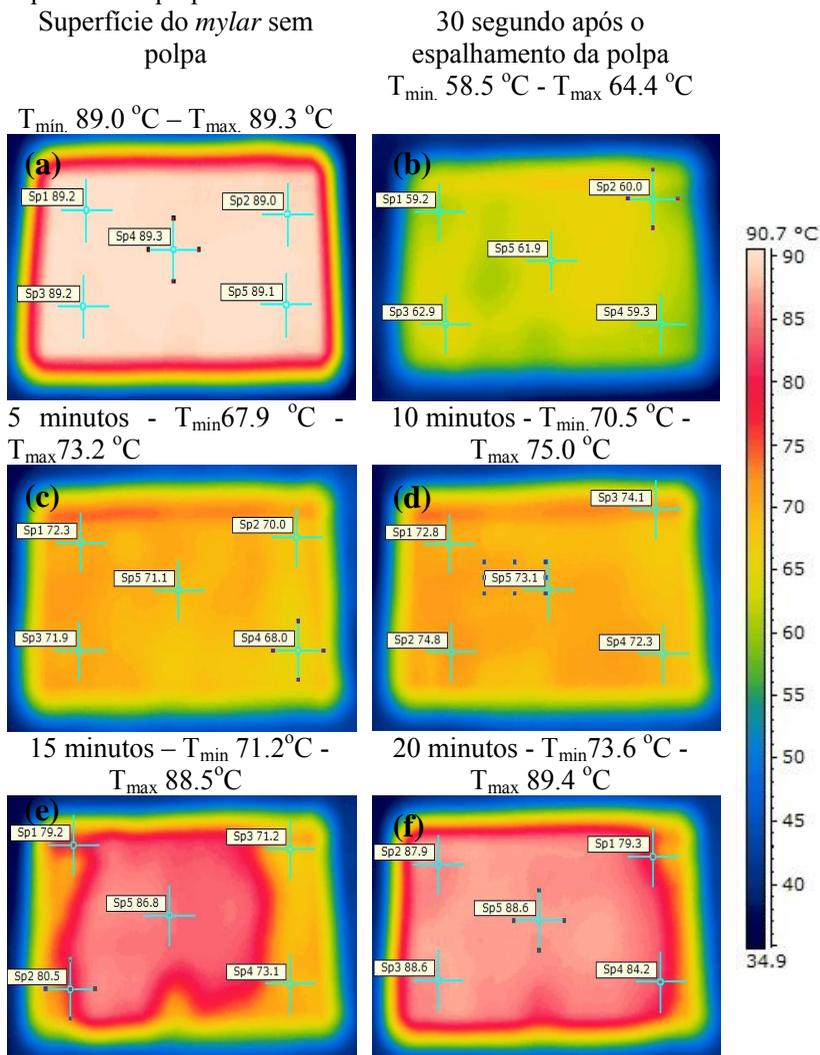
**Tabela 2.2.** Fluxo evaporativo do *refractance window* e da secagem sobre filme opaco, em diferentes condições experimentais.

Temperatura (°C)	Espessura da camada (mm)	RW	SFO
		(kg de água $\text{m}^{-2}\text{h}^{-1}$ )	(kg de água $\text{m}^{-2}\text{h}^{-1}$ )
75	2	5,43	2,58
	3	5,45	2,51
	5	4,19	3,20
85	2	7,76	4,52
	3	7,43	4,21
	5	4,54	3,89
95	2	10,86	4,93
	3	9,62	5,45
	5	4,54	4,54

Para a espessura de polpa de 2 mm e temperatura de 95 °C observou-se que a capacidade evaporativa no RW foi de 10,86 kg de água m<sup>-2</sup>h<sup>-1</sup>. Nindo et al. (2003) em estudo sobre a eficiência energética do RW durante a secagem de purê de abóbora, encontraram valores da capacidade evaporativa desse equipamento contínuo em escala piloto de 10 kg de água m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> para temperatura da água de 95 °C e espessura do purê entre 0,4 e 0,6 mm. Em escala industrial do RW contínuo, esses autores observaram valores entre 3,1 e 4,6 kg de água m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup>. Abonyi, Tang e Edwards (1999) secando purê de cenoura e polpa de manga com 1 mm de espessura e temperatura da água de 95 °C encontraram valores da capacidade evaporativa, do RW contínuo piloto, de 6 kg águam<sup>2</sup>h<sup>-1</sup>.

Nas Figura 2.7 e Figura 2.8 são representadas as sequências de termografias que mostram as evoluções das temperaturas durante os processos de secagem da polpa de manga por RW e por SFO, respectivamente, para temperatura da água aquecida de 95 °C e 2 mm de espessura da polpa de manga. A evolução temporal da temperatura também pode ser observada na Figura 2.9, na qual estão apresentados os registros de temperatura por termopares imersos na água do reservatório e na polpa de manga seca por RW e SFO.

**Figura 2.7.** Termografia da polpa de manga durante o processo de secagem por *refractance window* com temperatura da água de 95 °C e espessura da polpa de 2 mm.

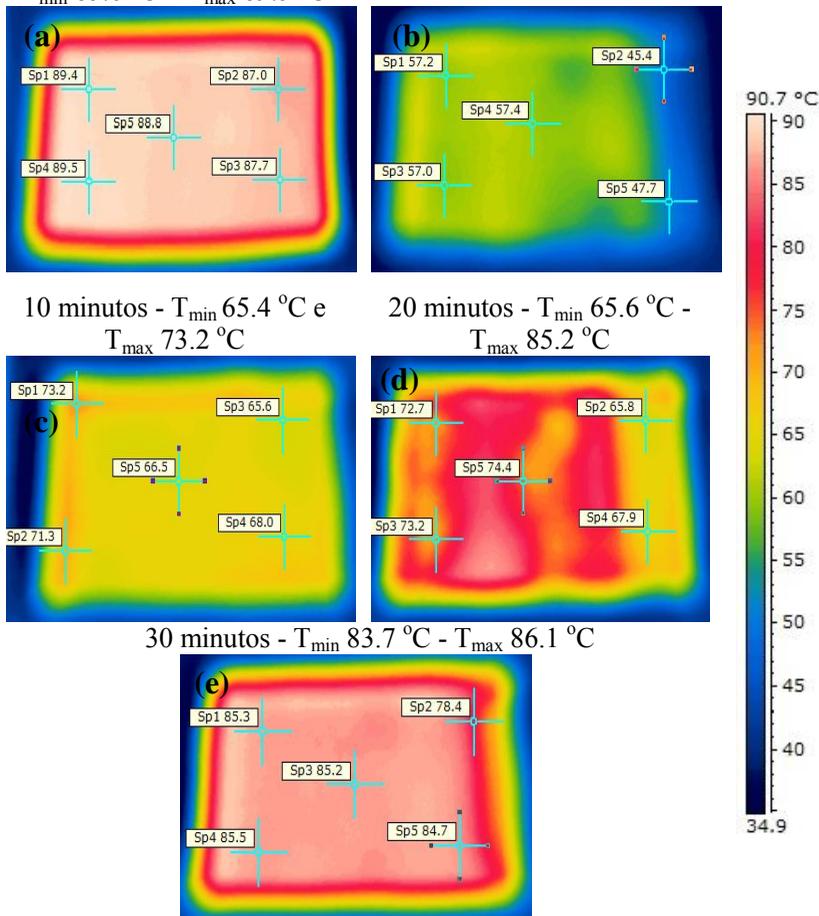


**Figura 2.8.** Termografia durante o processo de secagem da polpa de manga durante a secagem sobre filme opaco com temperatura da água de 95 °C e espessura da polpa de 2 mm.

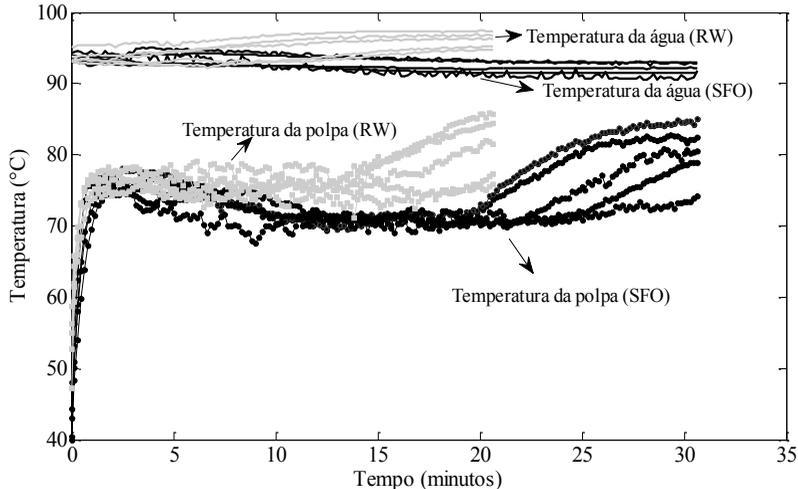
Superfície do mylar sem  
polpa

30 segundos após o  
espalhamento da polpa  
 $T_{\min} 44.8\text{ °C} - T_{\max} 59.6\text{ °C}$

$T_{\min} 85.6\text{ °C} - T_{\max} 89.5\text{ °C}$



**Figura 2.9.** Perfis de temperatura da água aquecida durante a secagem por RW (—) e por SFO (—) e da polpa de manga RW (■) e SFO (●).



É possível observar que existem gradientes de temperatura, ainda que pequenos, na superfície de secagem do filme de polpa (Figura 2.7 e Figura 2.8 – a). Com relação à temperatura da água, segundo os termopares, as temperaturas registradas mantiveram-se constantes e próximas a 95 °C, para ambos os processos de secagem.

Após o espalhamento da polpa sobre a superfície de secagem, observou-se um aumento gradual de sua temperatura. Após atingir temperatura próxima a 70 ~ 75°C, o produto iniciou o período de secagem à taxa constante, caracterizado pela temperatura constante do filme de polpa. Esse resultado é observado em ambos os processos e formas de registros. Durante a evolução do processo de secagem, foram observados alguns gradientes de temperatura durante os registros de ambos os processos, tanto por termografia quanto pelos termopares. Essas diferenças locais estão associadas principalmente com as diferenças espaciais de espessura da polpa de manga. Se a espessura for espacialmente heterogênea, isso pode comprometer a reprodutibilidade do processo, bem como a qualidade do produto final, uma vez que regiões secas terão históricos térmicos diferentes (maior exposição às temperaturas mais altas) das regiões com maiores teores de umidade (menor exposição às temperaturas mais altas). Um exemplo disso é dado pela termografia do processo RW, registrada em 15 minutos de processo

(Figura 2.7d), que mostra algumas áreas a temperaturas superiores a 70 °C. Nesse caso, devido às heterogeneidades na camada da polpa, observa-se uma região em que a secagem foi finalizada (temperaturas superiores a 80 °C) enquanto outras regiões estão com temperaturas próximas a 70 °C. Segundo o registro dos termopares a temperatura desse processo aumenta a partir de 15 minutos de secagem. Conforme visto nas curvas de secagem apresentadas na Figura 2.4, aos 15 minutos de processo a secagem por RW foi finalizada. O mesmo comportamento ocorre durante a secagem da polpa sobre filme opaco. No tempo de processo de 20 minutos, são visualizadas algumas áreas com início do aumento da temperatura, mescladas com outras com temperaturas inferiores. Entretanto, após esse período é observado o aumento da temperatura, tanto na termografia referente a 30 minutos, quanto nos termopares.

Em ambos os processos ao final da secagem, observou-se que a polpa atingiu temperaturas superiores a 80 °C. Segundo Vadivambal e Jayas (2011) o uso da termografia permite determinar o tempo de secagem de um material com bastante precisão. Nesse caso, com maior precisão do que os termopares, uma vez que à medida que ocorre a evaporação da água, a estrutura da polpa modifica-se, formando uma película de filme de manga com espessura reduzida, inferior à ponta de medição do termopar.

Durante a secagem, tanto para a água quanto para a polpa, as temperaturas registradas pelos termopares divergem em até 5°C das registradas durante as termografias. Isso pode ser atribuído à falta de precisão na avaliação da emissividade da polpa durante o processo de desidratação e ao erro intrínseco associado aos termopares.

## 2.4 Considerações finais

Os resultados observados nesse estudo sugerem que o *refractance window* conta com uma parcela de radiação infravermelha proveniente da água de aquecimento, uma vez que o poliéster utilizado apresentou transmissividade em alguns comprimentos de onda. Essa contribuição da radiação é efetiva para menores espessuras de polpa em função do baixo poder de penetração da radiação. Observou-se que o filme de *mylar* utilizado apresenta picos de transparência em alguns comprimentos de onda. Este resultado sugere a utilização de outros materiais que sejam também transparentes ao infravermelho, e que possam otimizar os tempos de secagem. Entretanto, são necessários mais

estudos para mensurar a parcela exata com que a radiação e a condução contribuem para o processo de secagem por *refractance window*, como por exemplo mensurando a condutividade térmica do *mylar* transparente e do pintado com tinta preta. As termografias possibilitaram o acompanhamento da cinética de secagem de polpa de manga por *refractance window* e na secagem da polpa sobre filme opaco (SFO), podendo ser uma ferramenta importante na determinação do ponto final da secagem por estes processos. A produção de manga em pó desidratada pela técnica de *refractance window* apresentou-se como uma alternativa viável às tecnologias atualmente utilizadas, tendo em vista os tempos reduzidos de processo e os valores de capacidade produtiva (dados do fluxo evaporativo) observados para a unidade em batelada utilizada nesse estudo.

## 2.5 Referências bibliográficas

Abonyi, B. I., Tang, J., & Edwards, C. G. (1999). Evaluation of energy efficiency and quality retention for the Refractance Window™ drying system. *Research Report*, Washington State University, Pullman WA.

Abonyi, B. I., Feng, H., Tang, C. G., Edwards, B. P., Mattinson, D. S., & Fellman, J. K. (2002). Quality retention in strawberry and carrot purees dried with *Refractance Window* system. *Journal of Food Science*, *67*, 1051-1056.

A.O.A.C. Association of Official Analytical Chemists.(2005). *Official Methods of Analysis*, 18th ed. Gaithersburg, Maryland.

Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., & Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. *Journal of Food Engineering*, *11*, 135-148.

Clarke, P. T. (2004). Refractance Window™ - "Down Under". *Proceedings of the International Drying Symposium (IDS 2004)*, 813-820.

Forny, L., Marabi, A., & Palzer, S. (2011). Wetting, disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders. *Powder Technology*, *206*, 72-78.

Incropera, F. P., DeWitt, D. P., Bergman, T. L., Lavine, A. S. (2007). *Fundamentals of Heat and Mass Transfer* (6th ed., Chapter 12). John Wiley & Sons, Inc.

Magoon, R. E. (1986). *Patent No. 4,631,837*. U. S. A.

Mario, M. (2011). Uso da termografia como ferramenta não destrutiva para avaliação de manifestações patológicas ocultas. Porto Alegre, 68p. Trabalho de conclusão do curso de Engenharia Civil, da Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Meinel, A. B., & Meinel, M. P. (1976). *Applied solar energy: an introduction* (4th ed.). Addison-Wesley series in physics.

Nicolau, V. P., Scopel, D. A. B., & Possoli, K. (2009). Experimental apparatus to determine spectral emissivities of ceramic samples. Cobem [S.I.], Gramado – RS - Brasil, 2009.

Nindo, C. I., Feng, H., Shen, G. Q., & Kang, D. H. (2003). Energy utilization and microbial reduction in a new film drying system. *Journal of Food Processing Preservation*, 117-136.

Nindo, C. I., & Tang, J. (2007). *Refractance Window Dehydration Technology: A Novel Contact Drying Method*. *Drying Technology*, 25, 37-48.

Ochoa-Martínez, C. I., Quintero, P. T., Ayala, A. A., & Ortiz, M. J. (2012). Drying characteristics of mango slices using the Refractance Window™ technique. *Journal of Food Engineering*, 109, 69-75.

Rahman, S. (2008). *Food Properties Handbook*. CRC Press.

Ratti, C., & Mujumdar, A. S. (2006). Infrared Drying. In A. S. Mujumdar (Eds.), *Handbook of Industrial Drying* (pp. 423-437). CRC Press.

Singh, R.P., & Heldman, D.R. (2009). Introduction to Food Engineering, Fourth Edition, Elsevier Publishing, London.

Sandu, C. (1986). Infrared radiative drying in food engineering: a process analysis. *Biotechnology Progress*, 2 (3), 109-119.

Sternglanz, H. (1956). Using water as an infrared solvent. *Journal of Applied Spectroscopy*, 2, 77-82.

Tsilingiris, P. T. (2003). Comparative evaluation of the infrared transmission of polymer films. *Energy Conversion and Management*, 44, pp. 2839-2856.

Vadivambal, R., & Jayas, D. S. (2011). Application of Thermal Imaging in Agriculture and Food Industry - A Review. *Food Bioprocess Technology*, 4, 186-199.



### 3. CARACTERIZAÇÃO DA MANGA DESIDRATADA EM PÓ OBTIDA POR *REFRACTANCE WINDOW*, *SPRAY DRYING* E LIOFILIZAÇÃO

---

O presente capítulo apresenta a caracterização dos pós de manga obtidos por *refractance window*(RW), *spray drying* (SD) e liofilização (FD). Complementando, foi avaliada a secagem da polpa com maltodextrina por *refractance window*(RWM) e por *spray drying*(SDM). Os pós de manga obtidos pelos diferentes processos e condições foram caracterizados quanto à: higroscopicidade, distribuição do tamanho de partículas, carotenoides totais, massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito de partículas, morfologia, cor, isoterma de sorção e temperatura de transição vítrea. Os menores tamanhos de partículas foram observados para os pós de manga produzidos por SDM. Por outro lado, a mesma formulação seca por *refractance window*(RWM) foi a amostra que apresentou maior diâmetro médio de partícula. Os pós de manga produzidos no *refractance window*, tanto com e sem maltodextrina, apresentaram maiores massas específicas aparentes e menores valores de porosidade. Por outro lado, os pós de manga obtidos por liofilização e por *spray drying* (com e sem maltodextrina) apresentaram os menores valores de massa específica aparente e os maiores valores de porosidade. Com relação à estabilidade, os pós com maltodextrina produzidos tanto por *refractance window* como por *spray drying* adsorveram menos umidade quando comparados aos pós produzidos sem agentes, segundo os dados obtidos nas isotermas de sorção desses produtos. Complementando os resultados obtidos nas isotermas de sorção, os diagramas de estado demonstraram que os pós de manga produzidos por *spray drying* apresentaram estabilidade inferior ao dos produzidos por *refractance window*. Os resultados obtidos nesse estudo são interessantes do ponto de vista tecnológico, uma vez que exploram diferentes processos de secagem para a produção de manga em pó, ao mesmo tempo em que são avaliadas e comparadas algumas características desses pós. Este estudo foi realizado em parceria com a Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), no Laboratório de Engenharia de Processos (LEP).

### 3.1 Introdução

A manga é uma fruta bastante apreciada, visto o seu agradável sabor e ao seu valor nutricional. Segundo dados da FAO referentes ao ano de 2011, a produção mundial dessa fruta foi de aproximadamente 39 milhões de toneladas. Embora com uma produção considerável essa fruta é bastante perecível e suscetível a injúrias, dificultando em alguma situações, sua comercialização na forma *in natura*. Para aproveitar o seu potencial nutricional são necessários o desenvolvimento de processos que possam estender sua vida útil preservando suas características nutricionais e sensoriais (Caparino et al., 2012). Uma alternativa, para essa e outras frutas que apresentam características semelhantes, é a sua transformação em suco de fruta em pó. Esse tipo de produto apresenta algumas vantagens, pois pode ser utilizado como ingrediente conveniente para o desenvolvimento de outros produtos e apresenta custos inferiores de transporte e armazenamento em relação ao produto *in natura*.

Entretanto, para os pesquisadores, a produção de suco de frutas em pó é um desafio, pois seu processamento apresenta algumas dificuldades, devido a problemas de pegajosidade, higroscopicidade e solubilidade desse tipo de produto, principalmente quando produzidos por *spray drying* (SD). As frutas são alimentos ricos em açúcares e ácidos orgânicos de baixamassa molecular, que apresentam baixa temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e que quando secas a temperaturas superiores a essas, aderem às paredes do secador, reduzindo os rendimentos e a qualidade do produto final (Masters, 1985; Bhandari et al., 1997). A  $T_g$  é a temperatura na qual a fase amorfa de um polímero é convertida entre os estados borrachoso e vítreo (Ross, 1995). Uma alternativa amplamente utilizada para evitar esse problema é a adição de agentes carreadores com massa molecular mais alta antes do processo de secagem, visando aumentar a  $T_g$  (Bhandari et al., 1993).

Na literatura estão disponíveis alguns trabalhos sobre a produção de manga em pó por SD. Em todos eles foram incorporados agentes carreadores à polpa antes da secagem. No estudo de Cano-Chauca et al. (2005) foi utilizada a maltodextrina, a goma arábica e o amido modificado na concentração de 12%. Associados a esses agentes foi também avaliada a adição de solução de celulose cristalina em diferentes concentrações 0, 3, 6 e 9 %. Os pós obtidos sem a adição da celulose, mas com os agentes apresentaram partículas amorfas, mais higroscópicas e mais solúveis. Por outro lado, a adição de celulose levou

à partículas mais cristalinas, menos pegajosas, entretanto com solubilidade inferior.

Cano-Higueta et al. (2013) avaliaram a influência da maltodextrina, do leite desnatado (*skimmed milk*) e a mistura desses compostos nas isotermas de sorção de manga em pó seca por SD. As proporções utilizadas foram de 1:8 e 3:6 (base seca) de polpa de manga para maltodextrina e 1:4:4 de polpa de manga para maltodextrina e leite desnatado. Os resultados da isoterma de sorção observados demonstraram que a 20 °C a formulação de 1:8 de polpa de manga para maltodextrina foi a combinação que menos adsorveu umidade, enquanto que a combinação dos dois agentes foi a que mais adsorveu.

Algumas estratégias para que a quantidade de agentes carreadores seja reduzida ou até extinta também têm sido consideradas e investigadas, como a utilização de *spray dryers* acoplados a desumidificadores de ar. Goula e Adamopoulos (2005) secaram tomate em um sistema de SD com desumidificador de ar e observaram rendimentos entre 36.62 a 65.86%, dependendo das condições de processo utilizadas. Enquanto em estudo anterior utilizando um SD laboratorial os autores observaram rendimentos entre 13 e 28%, nas mesmas condições de processo (Goula e Adamopoulos, 2003).

Além disso, estudos com outros processos de secagem que possam ser utilizados como alternativas para o SD também tem sido investigados, como no caso da utilização do *refractance window* (RW). Nesse processo o produto a ser seco é espalhado sobre uma esteira de poliéster (comercialmente conhecido como *mylar*) semitransparente à radiação infravermelha. A face inferior dessa esteira está em contato íntimo com água aquecida, enquanto sobre a esteira é espalhado o produto a ser seco (Abonyi et al., 2002; Nindo e Tang, 2007). A secagem por RW tem sido particularmente eficiente para o processamento de frutas e hortaliças, com ênfase na retenção de compostos naturais e nos aspectos de qualidade (Clarke, 2004).

Abonyi et al. (2002) utilizaram diferentes métodos de secagem (*refractance window* com temperatura da água de 95 °C, *spray dryer* com temperatura de entrada do ar de 190 °C e de saída de 95 °C, *drum dryer* com temperatura de 138 °C, *liofilização* com temperatura do prato de 20°C e do condensador de -64 °C) para secar purês de morango e cenoura, com objetivo de avaliar cor, retenção de carotenóides, vitamina C e conteúdo de voláteis. O *drum drying* foi o processo que causou maiores perdas de carotenos totais na cenoura (aproximadamente 56%), seguido do RW (8,7%) e da *liofilização* (4%). E em relação à polpa de

morango, os autores destacaram que o RW e a liofilização apresentaram valores semelhantes de retenção de ácido ascórbico no produto seco.

Caparino et al. (2012) avaliaram a produção de manga desidratada em pó por diferentes processos de secagem incluindo o RW, a liofilização (FD) e o *drum drying* (DD) sem a adição de agentes carreadores e o SD com 25 % de maltodextrina (10DE). Os autores avaliaram as características físicas e microestruturais dos pós produzidos nos diferentes processos. A partir dos resultados obtidos, os autores concluíram que os pós produzidos por RW e sem a adição de agentes carreadores apresentaram qualidade superior a dos pós produzidos por SD e DD. Entretanto, nesse estudo não foram apresentados indicativos da estabilidade desses produtos.

Tendo em vista o exposto, o objetivo desse trabalho foi avaliar a produção de manga desidratada em pó sem a adição de agentes carreadores por *refractance window*, *spray drying* e liofilização e com a adição de 5 % desses agentes antes da secagem da polpa por SD e RW. Como objetivo específico os pós obtidos foram caracterizados quanto à distribuição do tamanho das partículas, massa específica aparente e absoluta, porosidade do leito de partículas, cor, conteúdo de carotenoides, morfologia e também em relação à estabilidade por isotermas de sorção de umidade e da temperatura de transição vítrea.

## **3.2 Material e métodos**

### **3.2.1 Matéria-prima**

As frutas utilizadas nesse estudo foram mangas da var. Tommy Atkins adquiridas na CEASA-Campinas (Centrais de Abastecimento de Campinas S.A.). A seleção das frutas foi realizada pelo grau de maturação, observado por análise visual. As mangas foram provenientes de um mesmo lote, com o objetivo de padronizar a matéria-prima, tanto para a caracterização físico-química, quanto para os ensaios de secagem.

As frutas foram lavadas, descascadas manualmente e trituradas em liquidificador doméstico (Arno-Brasil) para obtenção da polpa. A fim de evitar a presença de partículas maiores, a polpa obtida foi peneirada antes da secagem utilizando uma peneira de 16 mesh. A polpa foi fracionada em lotes de 1 kg, armazenada em embalagens de polietileno e congelada em ultra-freezer até o momento da sua utilização.

O °Brix da polpa foi de  $14,7 \pm 0,01$ , sua atividade de água  $0,991 \pm 0,001$  e a umidade de  $5,336 \pm 0,003$  (b.s.).

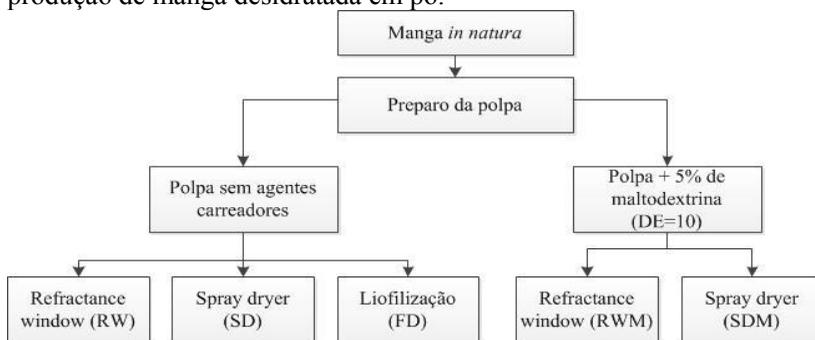
### 3.2.2 Agente carreador

Maltodextrina *MOR-REX® 1910* (Dextrose 10 – 10DE), da Ingredion Ingredientes Industriais Ltda. (Mogi-Guaçu, Brasil), foi utilizada como agente carreador. Este material foi escolhido por apresentar um baixo custo e por ser comumente usado na secagem de sucos de fruta por *spray drying*. Posteriormente, a maltodextrina foi adicionada à polpa filtrada obtida, em uma concentração de 5%, até a completa dissolução. Esse valor foi escolhido depois de testes preliminares com outras concentrações.

### 3.2.3 Processos de secagem

A secagem da polpa de manga foi realizada utilizando-se os seguintes processos: (I) liofilização (FD); (II) *spray drying* (SD); (III) *refractance window* (RW). A polpa de manga com 5 % de maltodextrina (10DE) foi seca utilizando-se como métodos: (IV) *spray drying* (SDM) e (V) *refractance window* (RWM). Na Figura 3.1 está apresentado um diagrama de fluxo dos processos de secagem utilizados para a produção de manga desidratada em pó.

**Figura 3.1.** Fluxograma dos processos de secagem utilizados para a produção de manga desidratada em pó.



#### 3.2.3.1 *Spray drying*

Um mini *spray dryer* (Buchi, B-290, Suíça) com desumidificador (B-296, Suíça) foi utilizado para a produção da manga

desidratada em pó com maltodextrina (SDM) e sem esse agente carreador (SD). O SD possui uma câmara de secagem de 65 x 110 x 70 cm e um bico atomizador do tipo duplo fluido, com orifício de 0,7 mm de diâmetro e com capacidade de evaporação de 1 L/h. A alimentação do secador foi realizada por uma bomba peristáltica, com a vazão de 0,42 L/h. A temperatura de saída do ar foi monitorada, para observar sua variação em função dos parâmetros adotados na alimentação do secador e das características do produto final. A vazão do ar de secagem utilizada foi de 35 m<sup>3</sup>/h. A temperatura do ar de entrada foi de 150 °C. A temperatura de saída do produto foi acompanhada com relação à temperatura de saída do ar. Esses parâmetros foram escolhidos com base em testes preliminares, pois com esses parâmetros a temperatura de saída do ar era de aproximadamente 75 °C, próxima a temperatura da polpa durante a secagem por *refractance window* (dado apresentado no Capítulo 2).

### **3.2.3.1 *Refractance window***

A secagem da polpa de manga por *refractance window* foi realizada conforme os procedimentos descritos no Capítulo 2 item 2.2.2.

### **3.2.3.2 *Liofilização***

O processo de secagem da polpa de manga por liofilização foi realizado em um liofilizador de bancada (Liobrás, Liotop L101, Brasil). As amostras foram colocadas em placas de petri com diâmetro interno de 60 mm, mantendo-se a espessura da polpa em aproximadamente 5 mm. Primeiramente, as amostras foram congeladas a -50 °C por 12 horas e, após este período, iniciou-se a etapa de sublimação, na qual a bomba de vácuo foi acionada e a pressão mantida em 0,15 mmHg até o final do processo de desidratação. A curva de secagem da polpa de manga por liofilização foi acompanhada utilizando uma célula de carga do tipo single point (Alfa Instrumentos, Célula de Carga Mod. GL, Brasil), com capacidade de 2000,0 g e precisão de 0,1 g. Um sistema de aquisição de dados conectado a um computador permitiu o registro on-line da variação temporal da massa das amostras durante o processo de secagem. A evolução temporal da temperatura foi acompanhada através de termopares mergulhados (modelo 34970A, Agilent, Malaysia) na amostra conectados a um sistema de aquisição de dados (Agilent, modelo 34970A, Malásia).

### 3.2.4 Rendimento do processo de secagem

O rendimento dos processos foi calculado como a razão entre a massa de sólidos no produto em pó e a massa de sólidos da alimentação dos secadores (polpa ou polpa com maltodextrina), de acordo com a Equação (3.1):

$$RS = \frac{M_{S,pó}}{M_{S,polpa}} 100 = \frac{M_{S,pó} x_{s,pó}}{M_{S,polpa} x_{s,polpa}} = \frac{M_{pó}(1 - x_{w,pó})}{M_{polpa}(1 - x_{w,polpa})} 100 \quad (3.1)$$

em que  $M$  é a massa (g),  $M_S$  é a massa de sólidos (g),  $x_s$  é a fração mássica de sólidos ( $\text{g g}^{-1}$ ) e  $x_w$  é a fração de água ( $\text{g g}^{-1}$ ).

### 3.2.5 Caracterização

A polpa de manga filtrada foi caracterizada em relação aos teores de cinzas, proteínas, lipídeos, fibras e açúcares totais de acordo com a metodologia da A.O.A.C. (2005). A polpa foi também avaliada quanto ao teor de carotenoides totais, conforme a metodologia apresentada no item 3.2.6, e a atividade de água. A atividade de água ( $a_w$ ) foi determinada em higrômetro digital (Aqualab, Decagon Devices, USA). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

### 3.2.6 Carotenoides totais

Os carotenoides totais presentes na polpa de manga e nos pós de manga desidratada foram determinados de acordo com a metodologia descrita por Rodriguez-Amaya (1999). Essa metodologia baseia-se na extração dos carotenoides com acetona, seguida de separação em éter de petróleo, diluição em balão volumétrico e posterior leitura em espectrofotômetro (UNICO, SQ-2800 UV/VIS, United Products & Instruments Inc., EUA) em comprimento de onda igual a 450 nm, utilizando o éter de petróleo puro como branco. O resultado, expresso em termos de carotenoides totais ( $\mu\text{g/g}$ ), desconsiderando a massa do agente carreador, foi calculado de acordo com a Equação 3.2:

$$CAR = \frac{Abs \times V \times 10^4}{A_{1cm}^{1\%} \times m} \quad (3.2)$$

em que  $V$  é o volume da diluição (mL),  $Abs$  é a máxima absorvância medida,  $A_{1cm}^{1\%}$  é a absorvância para o carotenoide predominante em éter de petróleo (no caso  $\beta$ -caroteno) e  $m$  é a massa da amostra (g).

### 3.2.7 Higroscopicidade

A higroscopicidade foi determinada de acordo com a metodologia proposta por Cai e Corke (2000), com algumas modificações, baseadas no estudo de Tononet al.(2008) e descritas na sequência. Colocou-se aproximadamente 1 g de cada amostra em um recipiente hermético contendo uma solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75,29%) a 25°C e, após uma semana, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade foi expressa como g de umidade adsorvida por 100 g de massa seca da amostra ( $g\ 100g^{-1}$ ).

### 3.2.8 Distribuição do tamanho de partículas

A distribuição do tamanho de partículas foi determinada por um analisador de tamanho de partículas por difração a laser (Mastersizer, Mastersizer 2000, Malvern Instruments, Reino Unido). O diâmetro médio foi determinado baseando-se no diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume, diâmetro de Brouckere ( $D[4,3]$ ), apresentado na Equação (3.3). As amostras foram analisadas em sextuplicata, por via úmida, com dispersão em etanol 99.5%.

$$D[4,3] = \frac{\sum_{i=1}^n n_i d_i^4}{\sum_{i=1}^n n_i d_i^3} \quad (3.3)$$

em que,  $d_i$  é o diâmetro das partículas e  $n$  é o número de partículas.

### 3.2.9 Massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito de partículas

A massa específica aparente do leito de partículas dos pós de manga obtidos a partir dos diferentes processos de secagem foi medida vertendo-se aproximadamente 5 g do pó em uma proveta graduada (1 mL). Essa proveta foi repetidamente batida sobre uma superfície reta e com uma altura de aproximadamente 2 cm de altura, até que as diferenças desprezíveis entre as batidas sucessivas fossem observadas (Barbosa-Cánovas et al., 2005; Goula e Adamopoulos, 2008). Sabendo-se a massa da amostra adicionada à proveta, calculou-se a massa específica aparente, que foi expressa por ( $\text{kg cm}^{-3}$ ). As medidas foram realizadas à temperatura ambiente (25 °C) e os experimentos foram realizados em triplicata.

A massa específica absoluta ( $\rho_{ab}$ ) das partículas dos pós de manga foi determinada pela técnica de picnometria em gás hélio, utilizando-se o picnômetro (Accu Pyc II 1340, Micromeritics, Georgia/EUA).

A porosidade do leito de partículas pode ser calculada segundo a Equação (3.4):

$$\varepsilon = \frac{\rho_{ab} - \rho_{ap}}{\rho_{ab}} \quad (3.4)$$

em que,  $\rho_{ab}$  é a massa específica absoluta da partícula e  $\rho_a$  é a massa específica aparente.

### 3.2.10 Microscopia Eletrônica de Varredura

As microscopias das amostras de pó de manga foram realizadas utilizando um microscópio eletrônico de varredura convencional (Modelo JEOL JSM-6390LV). O recobrimento das amostras com ouro foi realizado utilizando um metalizador (LEICA SCD 500) e um feixe de elétrons de 10 kV.

### 3.2.11 Microscopia ótica

Uma pequena quantidade dos pós (aproximadamente 0,5 g) foi colocada em lâminas e dispersas em glicerol, a suspensão foi coberta com laminula e observadas em um microscópio ótico Carl Zeiss (modelo Axio Scope A1, Gottingen, Alemanha) com aumentos de 400 x.

### 3.2.12 Cor

A cor das amostras foi analisada por refletância com um colorímetro Ultra Scan Vis 1043 (Hunter Lab, Reston, EUA), com escala CIELab ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ). As análises foram realizadas a 25 °C, utilizando o iluminante D-65 e um ângulo de observação de 10° (modo RSEX). As medidas de coloração foram expressas em termos da luminosidade  $L^*$  ( $L^*=0$  preto e  $L^*=100$  branco), e da cromaticidade definida por  $a^*$  ( $+a^*=$ vermelho e  $-a^*=$ verde) e  $b^*$  ( $+b^*=$ amarelo e  $-b^*=$ azul).

### 3.2.13 Análise estatística

O tratamento estatístico dos resultados obtidos foi realizado com o auxílio do *software* STATISTICA® 7.0. A fim de verificar a existência de diferenças significativas entre os parâmetros avaliados nos diferentes processos de secagem da polpa de manga e nas diferentes condições de secagem empregadas foi realizada análise de variância simples (ANOVA). A comparação de médias para os fatores que apresentaram diferença significativa a um nível de significância de 10% ( $p<0,10$ ) foi realizada pelo teste de Tukey.

### 3.2.14 Isotermas de sorção

As isotermas de sorção foram determinadas pelo método gravimétrico estático. Nove soluções salinas saturadas foram preparadas ( $\text{LiCl}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOK}$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{KI}$ ,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{KCl}$  e  $\text{BaCl}_2$ ) para fornecer valores de umidade relativa de 11,3%, 22,6%, 43,2%, 52,9%, 68,9%, 75,3%, 84,3% e 90,2%, respectivamente na temperatura de 25 °C (Greenspan, 1977). Amostras de aproximadamente 1g de manga em pó foram pesadas em cápsulas de plástico e acondicionadas em potes herméticos com as respectivas soluções salinas para cada valor de umidade relativa desejada, a 25°C. As amostras foram pesadas em

balança analítica em intervalos regulares de tempo, até atingirem o equilíbrio (cerca de 4 semanas). Depois de atingido o equilíbrio, a umidade foi determinada através do método gravimétrico conforme metodologia descrita no item 2.2.6. A umidade de equilíbrio das amostras foi calculada somando-se a quantidade de água adsorvida ao teor de umidade inicial de cada amostra.

O modelo de GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) foi ajustado aos dados da isoterma de sorção de umidade dos pós de manga. Esse modelo é expresso pela Equação (3.5):

$$X_{eq} = \frac{(C-1)Ka_w X_m}{1+(C-1)Ka_w} + \frac{Ka_w X_m}{1-Ka_w} \quad (3.5)$$

em que  $X_{eq}$  é a umidade de equilíbrio (b.s.),  $X_m$  é a umidade (b.s.) absorvida na monocamada e  $C$  é a constante de Guggenheim (que pode ser relacionada com o calor total de sorção na primeira camada) e  $K$  é o coeficiente do modelo (que pode ser relacionada com o calor total de sorção de água multicamada).

Os parâmetros foram estimados ajustando-se o modelo matemático aos dados experimentais, utilizando regressão não-linear, usando o método dos mínimos quadrados, com o software MATLAB (R2010a). A adequação do modelo aos dados experimentais foi avaliada utilizando-se o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e o erro médio quadrático (RMSE).

### 3.2.15 Temperatura de transição vítrea

Para a determinação da temperatura de transição vítrea, as amostras foram colocadas em cápsulas de alumínio com volume de 20  $\mu\text{L}$  e acondicionadas a 25  $^{\circ}\text{C}$  em potes herméticos contendo as soluções salinas saturadas correspondentes às isotermas de sorção. Após atingirem o equilíbrio, as cápsulas foram hermeticamente fechadas, pesadas e então submetidas à análise de calorimetria diferencial de Varredura (DSC). O calorímetro empregado foi o TA-MDSC-2920 (TA Instruments, New Castle, EUA) com resfriamento controlado pelo resfriador mecânico RCS (Refrigerated Cooling Accessory), operando com gás nitrogênio a 150 mL/min. A calibração do equipamento foi realizada com índio ( $T_{\text{fusão}} = 156,6$   $^{\circ}\text{C}$ ), utilizando hélio como gás de purga, com vazão constante de 25 mL  $\text{min}^{-1}$ . Inicialmente, a amostra foi

resfriada até  $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ , e em seguida, aquecida até  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , à taxa constante de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Duas corridas foram realizadas, uma vez que dessa forma a entalpia de relaxação dos pós amorfos é reduzida. As análises foram realizadas em triplicata e os dados foram analisados utilizando o software Universal Analysis 2.6 (TA Instruments, New Castle, EUA). O efeito plastificante da água na transição vítrea foi descrito utilizando o modelo de Gordon-Taylor (Gordon Taylor, 1952), segundo a Equação 3.6:

$$T_g = \frac{w_s T_{gs} + k w_w T_{gw}}{w_s + k w_w} \quad (3.6)$$

em que,  $T_g$ ,  $T_{gs}$ ,  $T_{gw}$  são as temperaturas de transição vítrea da mistura, do sólido puro e da água ( $^{\circ}\text{C}$ ), respectivamente;  $w_s$  e  $w_w$  são as frações mássicas de sólidos e de água na mistura (g água ou g sólidos/g total); e  $k$  é a constante do modelo de Gordon-Taylor. A  $T_{gw}$  foi considerada como sendo  $-135\text{ }^{\circ}\text{C}$  (Johari, Hallbrucker e Mayer, 1987).

Os parâmetros da Equação (3.6) foram obtidos por regressão não-linear dos dados experimentais, usando o método dos mínimos quadrados, com o software MATLAB (R2010a). A adequação do modelo aos dados experimentais foi avaliada utilizando-se o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e o erro médio quadrático (RMSE).

### 3.3 Resultados e discussão

#### 3.3.1 Composição da matéria-prima

A caracterização da polpa de manga filtrada utilizadas nos ensaios de secagem encontra-se na Tabela 3.1. Os dados correspondem a uma média de no mínimo três determinações e os respectivos desvios padrão.

**Tabela 3.1** Caracterização da polpa de manga filtrada

<b>Componente</b>	<b>Polpa de manga filtrada</b>
Umidade (% b.u.)	83,97±0,43
Fibras (g/100g)	0,03±0,01
Lípidos (g/100g)	0,43±0,04
Cinzas (g/100g)	0,24±0,02
Proteínas (g/100g)	0,72±0,05
Açúcares totais (g/100g)	14,05±0,62
Carotenoides totais (µg/g)	44,38±0,60
Atividade de água	0,991±0,001

A manga é um fruto bastante nutritivo, tendo como componentes majoritários a umidade seguida dos açúcares totais e fibras. A quantidade de fibras observada foi inferior ao encontrado na literatura de 2,1g de fibras/100 g de produto (NEPA-UNICAMP, 2006). A menor quantidade de fibras observada nesse trabalho se deve ao fato que na etapa de filtração da polpa é responsável pela retirada de mais de 95% da fibra presente na polpa. Essa etapa é importante para os processos de secagem, para que seja evitado o entupimento do bico durante o processo de *spray drying* e na secagem por *refractance window* para evitar diferenças na espessura da camada durante o espalhamento da polpa. Conforme discutido no Capítulo 2, diferenças de espessura da polpa no *refractance window* podem acarretar em diferenças no tempo de secagem e prejuízos na qualidade do produto devido à exposição da polpa ao calor. Contudo, sabe-se da importância das fibras, tanto para a nutrição humana quanto para reforços na produção de filmes comestíveis. Dessa maneira, esse resíduo torna-se um nicho a ser explorado para o melhor aproveitamento do produto e redução de perdas.

Com relação aos carotenoides, foram encontrados valores médios de 44,38 µg de carotenoides/g de polpa ou 280,94 µg de carotenoides/g de massa seca de polpa por massa seca de produto. Mercadante et al. (1997) encontraram para a polpa de manga, variedade Keitt, valores de carotenoides totais próximos ao desse trabalho, variando entre 49,9 e 55,0 µg de carotenoides/g de produto. Alguns valores experimentais da composição centesimal da polpa de manga podem diferir dos apresentados na literatura e, essas variações podem ser resultado de diversos fatores, como condições geográficas e climáticas de plantio e colheita dessa fruta.

### 3.3.2 Secagem e características dos pós de manga

Na Tabela 3.2 estão apresentados os dados de temperatura de secagem do produto, tempo de residência das amostras e rendimento dos pós de manga secos por *refractance window*, *spray drying* e liofilização.

**Tabela 3.2.** Temperatura do produto, tempo de residência e rendimento durante a secagem de polpa por *refractance window*, por *spray drying* e por liofilização.

Amostra	Temperatura(°C)	Tempo de residência (min)	Rendimento (%)
RW	76±3,0	9	94,5±3,4
RWM	75±1,5	10	94,5±2,5
FD	20	900	97,8±0,1
SD	75±1,0	0,03-0,05*	11,6±0,6
SDM	72±2,0	0,03-0,05*	20,4±1,7

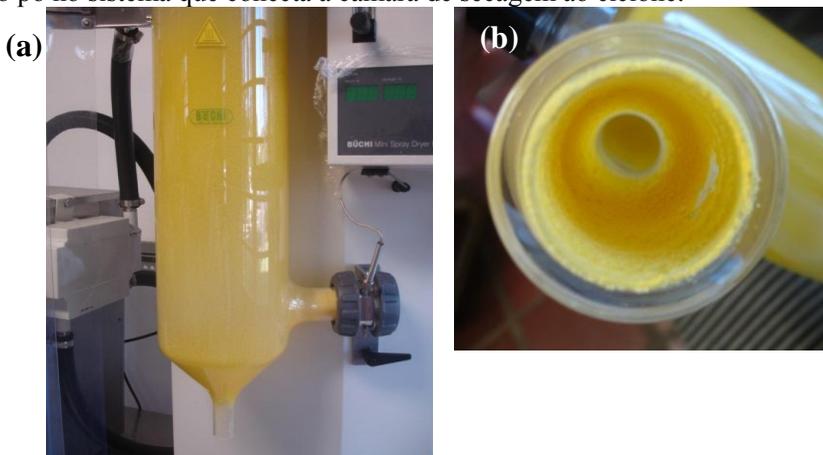
\*Tempo de residência aproximado baseado em dados disponíveis na literatura(Desobry et al., 1997).

Os processos de secagem por *refractance window* e por *spray drying* apresentaram temperaturas de processo aproximadas, enquanto que a menor temperatura foi observada no processo de liofilização. Nesse processo, a etapa de sublimação ocorre à temperatura ambiente, sendo o calor fornecido pelo meio ambiente. As baixas temperaturas durante esse processo contribuem significativamente para a preservação da cor e dos compostos, principalmente nas frutas, tanto secas na forma de polpa quanto em pedaços. Entretanto, um dos inconvenientes do processo de liofilização é o longo tempo de processo. Nesse caso, para que o pó de manga atingisse umidade semelhante a dos pós produzidos pelos outros processos, foram necessárias aproximadamente 15 horas de secagem. Por outro lado, os tempos de residência dos produtos secos no *spray dryer* (SD e SDM) foram inferiores a 1 minuto (Desobry et al., 1997). Segundo as condições empregadas no *refractance window*, os tempos de secagem foram próximos a 10 minutos.

O rendimento no processo de secagem por *spray drying* foi inferior com relação aos dos demais processos, sendo de 11,6 %. Entretanto, é importante destacar o cuidado que se deve ter ao fazer uma análise de rendimento em equipamentos laboratoriais. Isso porque nos primeiros instantes de processos ocorre uma grande adesão do material nas paredes da câmara (conforme a Figura 3.2 (a e b), sendo a

quantidade de material processada e o tempo insuficientes para que o processo entre em regime permanente, e essas perdas sejam minimizadas. No caso desse estudo, o objetivo de se fazer essa análise de rendimento foi o de destacar a importância da maltodextrina na secagem por *spray drying*. Nessa secagem, o rendimento é dependente do produto que está sendo seco e das condições de processo empregadas, diferentemente da liofilização e do refractance window, os quais se esperam rendimentos máximos ou perdas desprezíveis.

**Figura 3.2.** Problemas ocorridos durante a secagem por *spray drying*. (a) aderência das partículas no interior da câmara de secagem; (b) deposição do pó no sistema que conecta a câmara de secagem ao ciclone.



Esse problema tem relação com alta quantidade de açúcares e ácidos de baixa massa molecular presentes na polpa, que têm uma baixa temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) acarretando na adesão nestas paredes da câmara de atomização (Bhandari et al., 1997). Conforme se pode observar na Tabela 3.2, a adição de 5% de maltodextrina à polpa de manga antes da secagem resultou em praticamente o dobro de rendimento do pó de manga por esse processo. Nesse caso, a maltodextrina por ser um composto com maior massa molecular, contribui para elevar a  $T_g$  da solução, melhorando os rendimentos. Por

isso, são poucos os trabalhos na literatura que secam suco de frutas *por spray drying* sem a adição de agentes carreadores. Neste trabalho, a secagem nessa condição foi possível com o desumidificador de ar acoplado ao *spray dryer*.

Durante a secagem por *refractance window*, a estrutura da polpa se interliga formando uma estrutura rígida, resultando ao final da secagem em um filme de manga. Por isto, neste caso, os rendimentos neste processo, tanto para a polpa com e sem maltodextrina na formulação, foram próximos a 95%. A perda possivelmente está relacionada com uma pequena quantidade de polpa retida no espalhador e a pequenas quantidades de produto seco que ficam aderidas à superfície de secagem (filme *mylar*). Com relação à liofilização, encontrou-se rendimento próximo a 98%, sendo que a diferença para o rendimento máximo pode estar relacionada com erros experimentais durante a pesagem das amostras, ou diferenças no material que acondicionou a amostra (placas de petri – expansão do vidro) antes e após a secagem.

Na Tabela 3.3 estão apresentados os valores de umidade (b.s.), atividade de água e higroscopiedades dos pós de manga produzidos por *refractance window*, por *spray drying* e por liofilização com e sem maltodextrina.

**Tabela 3.3.** Umidade, atividade de água e higroscopiedades dos pós de manga obtidos por diferentes processos de secagem.

Amostra	Umidade (b.s.) (g água g sól.secos <sup>-1</sup> )	a <sub>w</sub>	Higroscopiedade (%)
RW	0,035±0,001	0,244±0,005	25,41±0,43 <sup>b</sup>
RWM	0,047±0,001	0,215±0,002	18,81±0,32 <sup>d</sup>
FD	0,028±0,001	0,215±0,006	25,01±0,31 <sup>b</sup>
SD	0,015±0,001	0,178±0,006	26,90±0,54 <sup>d</sup>
SDM	0,012±0,001	0,179±0,005	23,92±0,27 <sup>c</sup>

\* Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

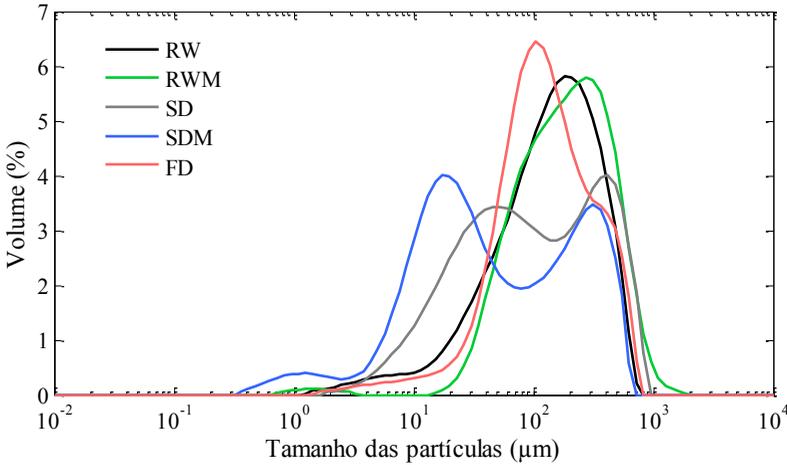
Os pós de manga obtidos pelas diferentes condições experimentais apresentaram valores de umidade inferiores a 0,05 g água g sól.secos<sup>-1</sup> ou 5% (b.u.) e valores de atividade de água inferiores a 0,3. A higroscopiedade é uma medida da capacidade de adsorção de água das partículas. Os maiores valores de higroscopiedade foram

observados para os pós sem maltodextrina na composição (SD, RW e FD). Outros autores também observaram para alimentos em pó a redução da higroscopicidade com o aumento da concentração de agentes carreadores. Cai e Corke (2000) estudando a secagem de pigmentos de betacianina observaram a redução da higroscopicidade com o aumento das concentrações de maltodextrina. Tonon et al. (2008) observaram resultado semelhante em açai em pó produzido por *spray drying*. Caparino et al. (2012), utilizando a mesma metodologia, observaram valores de higroscopicidade inferiores aos desse trabalho para polpa de manga seca por *refractance window* e liofilização, em torno de 18% e de 16 % para pós de manga produzidos com 25 % de maltodextrina por *spray drying* e em torno de 20% para os pós produzidos por *drum drying*. Os resultados inferiores de higroscopicidade observados pelos autores podem estar relacionados com as diferenças na composição das mangas estudadas, uma vez que a higroscopicidade está relacionada com a presença de compostos amorfos, como açúcares. Os açúcares, presentes nas frutas como a sacarose, a glicose e a frutose, são responsáveis por fortes interações com a molécula de água em razão dos terminais polares presentes nessas moléculas (Jaya e Das, 2004).

### **3.3.3 Distribuição do tamanho de partículas**

A distribuição do tamanho das partículas de manga desidratada em pó obtida por diferentes processos de secagem (RW, SD, FD) e com a adição de maltodextrina, (RWM e SDM) estão apresentados na Figura 3.3.

**Figura 3.3.** Distribuição do tamanho de partículas para as amostras de pó de manga produzidas a partir da polpa com e sem agentes carreadores utilizando como processos de secagem o *refractance window*, *spray drying* e a liofilização.



A distribuição do tamanho das partículas dos pós SDM apresentou uma faixa de tamanho de 0,47 até 549  $\mu\text{m}$ , a do RW entre 1,25 até 831  $\mu\text{m}$ , FD entre 1,49 e 831  $\mu\text{m}$ , as do SD de 1,9 a 955  $\mu\text{m}$  e as do RWM de 15,14 até 2188  $\mu\text{m}$ . A distribuição de tamanho dos pós produzidos por *spray drying*, com e sem maltodextrina, apresentou um comportamento bimodal. Os pós produzidos nesse processo não foram submetidos à moagem como os pós produzidos por RW e FD. Segundo Master (1985) as partículas formadas a partir da atomização dificilmente são homogêneas, e por isso, as partículas secas utilizando o *spray dryer* podem apresentar tamanhos variados. Tonon et al. (2008) avaliaram a influência das condições de processo na caracterização físico-química de pó de açaí produzido por *spray dryer*. Os autores também observaram que a distribuição de tamanho dos pós apresentou comportamento bimodal, independente das condições de processo testadas (temperatura de entrada de 138, 170 e 202  $^{\circ}\text{C}$  e concentração de maltodextrina 10DE de 10, 20 e 30%). Ferrari et al. (2012) também observaram distribuição bimodal para pós de amora produzidos por *spray drying* com 7% de maltodextrina (20DE), goma arábica e a mistura dos dois agentes carreadores. Segundo Tonon et al. (2008) a presença de partículas menores e maiores é interessante no caso de pós, uma vez que

aspartículas menores podem penetrar nos espaços entre as partículas maiores, ocupando menos espaço.

Com relação aos pós produzidos por *refractance window* e liofilização, estes apresentaram uma distribuição monomodal. Essa característica homogênea de distribuição das partículas está principalmente relacionada com o processo de moagem sofrido por esses pós. Nesse caso, o tamanho das partículas formadas são dependentes do tempo e da velocidade das facas utilizadas e da característica do produto que está sendo moído. Se os produtos absorverem pequenas quantidades de umidade (caso que pode ocorrer em dias em que a umidade relativa ambiental está elevada), o processo de moagem é dificultado, produzindo partículas maiores.

Pavan et al. (2012) secaram polpa de açaí por *refractance window* e por convecção. Os produtos obtidos foram moídos em um moedor de café e seu tamanho determinado através de testes com peneiras. As partículas de pó de açaí produzidas por ambos os processos apresentaram tamanhos entre 425 e 600  $\mu\text{m}$ , dentro da faixa observada no presente estudo.

Na Tabela 3.4 estão apresentados os valores do diâmetro médio das partículas D[4,3].

**Tabela 3.4.** Valores do diâmetro médio dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem.

Amostra	Diâmetro médio D[4,3] ( $\mu\text{m}$ )
RW	196,18 $\pm$ 2,96 <sup>b</sup>
RWM	321,86 $\pm$ 4,51 <sup>a</sup>
FD	187,36 $\pm$ 0,36 <sup>c</sup>
SD	198,13 $\pm$ 1,25 <sup>b</sup>
SDM	81,24 $\pm$ 1,02 <sup>d</sup>

\* Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

Os valores do diâmetro médio das partículas apresentaram bastante diferença entre os processos avaliados, as menores partículas foram as SDM. Por outro lado, a mesma formulação seca por *refractance window* foi a amostra que apresentou maior diâmetro médio de partícula. O tamanho de partícula dos pós de manga sem maltodextrina produzidos por *refractance window* e por *spray drying* não

apresentaram diferença estatística significativa. Os valores do tamanho médio de partícula obtidos nesse trabalho podem ser um indicativo do início do processo de aglomeração. Nesse caso, são formadas pontes irreversíveis que levam à formação de partículas maiores (Chen, Özkan, 2007; Tonon et al., 2008).

### 3.3.4 Massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito das partículas

Na Tabela 3.5 estão apresentados os dados da massa específica aparente, absoluta e a porosidade dos pós de manga obtidos pelos diferentes métodos de secagem.

**Tabela 3.5.** Massa específica aparente, absoluta e porosidade do leito das partículas de manga em pó produzidas por diferentes processos de secagem.

Amostra	Massa específica aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Massa específica absoluta (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade (%)
RW	0,79±0,01 <sup>a</sup>	1,514±0,001 <sup>b</sup>	48%
RWM	0,71±0,01 <sup>b</sup>	1,543±0,003 <sup>c</sup>	54%
FD	0,47±0,01 <sup>c</sup>	1,541±0,001 <sup>d</sup>	69%
SD	0,45±0,01 <sup>d</sup>	1,521±0,001 <sup>c</sup>	70%
SDM	0,50±0,01 <sup>c</sup>	1,498±0,001 <sup>a</sup>	67%

\* Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

Os pós de manga produzidos no *refractance window*, com e sem maltodextrina, apresentaram maiores massas específicas aparentes e menores valores de porosidade. Por outro lado, os pós de manga obtidos por liofilização e por *spray drying* (com e sem maltodextrina) apresentaram os menores valores de massa específica aparente e os maiores valores de porosidade. Partículas menores apresentam maior área de superfície por volume, para uma mesma massa, apresentando maior quantidade de ar intersticial, o que interfere na massa específica aparente e na porosidade dos pós (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Por isso, produtos em pó com maior massa específica aparente e menor porosidade são mais desejáveis, uma vez que quanto maior a massa

específica aparente, menor o volume de embalagem e o espaço necessário para o armazenamento desses produtos. Além disso, essas características implicam em menor quantidade de ar entre as partículas de pó, evitando a oxidação do produto durante o armazenamento (Silva, 2011).

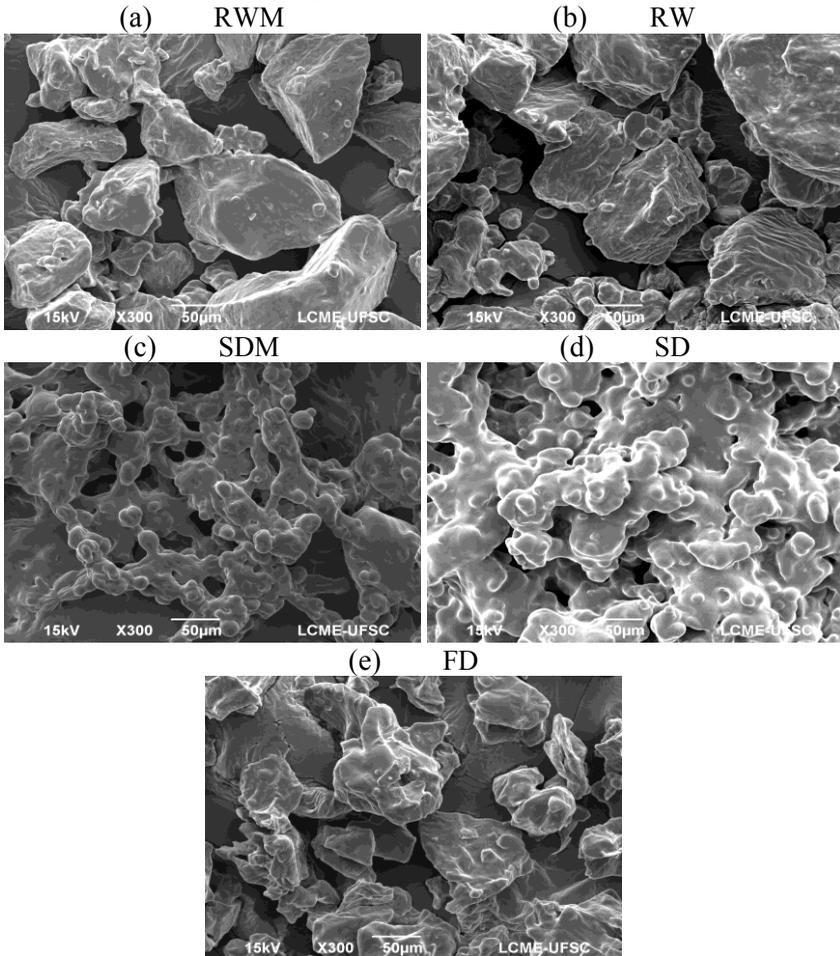
Caparino et al. (2012) observaram essa relação entre o tamanho das partículas e a massa específica dos pós. Os autores caracterizaram pós de manga obtidos por diferentes processos de secagem (*refractance window*, *spray drying*, liofilização e *drum drying*) e com diferentes tamanhos de partículas (500, 350, 250 e 180  $\mu\text{m}$ ) e observaram que a massa específica aparente da manga em pó aumentou e sua porosidade diminuiu com a redução do tamanho da partícula.

O processo de secagem ao qual o produto foi submetido também influencia na sua massa específica aparente. Em processos de secagem diretos, em que o produto está diretamente em contato com altas temperaturas e/ou temperaturas medianas por tempos maiores, podem ocorrer o colapso da estrutura, resultando em um produto mais compacto (Krokida e Maroulis, 1997; Caparino et al., 2012). Por outro lado, no caso da liofilização tanto para produtos em forma de polpa como para os produtos inteiros, o material é primeiro congelado, e a utilização de baixas temperaturas permite que a sua estrutura seja conservada durante a secagem, mesmo durante a etapa subsequente de sublimação do gelo (Krokida e Maroulis, 1997). Caparino et al. (2012) observaram que os pós de manga obtidos por *refractance window* e por *drum drying* apresentaram maior massa específica aparente e menor porosidade quando comparados ao *lioofilizado* e ao atomizado, similar aos resultados encontrados no presente estudo. Os valores de porosidade encontrados foram entre 10 e 30 % para os pós produzidos por *refractance window* (para temperatura da água de 95 °C e espessura da polpa de 0,5 e 0,7 mm) e valores de porosidade inferiores a 10 % para os pós produzidos no *drum dryer*, enquanto nos processo de liofilização e *spray drying*, os autores observaram valores desse parâmetro próximos a 50%, resultados similares aos encontrados no presente estudo.

### 3.3.5 Morfologia dos pós

Na Figura 3.4 estão apresentadas as microscopias eletrônicas de varredura dos pós de manga produzidos pelos diferentes processos de secagem.

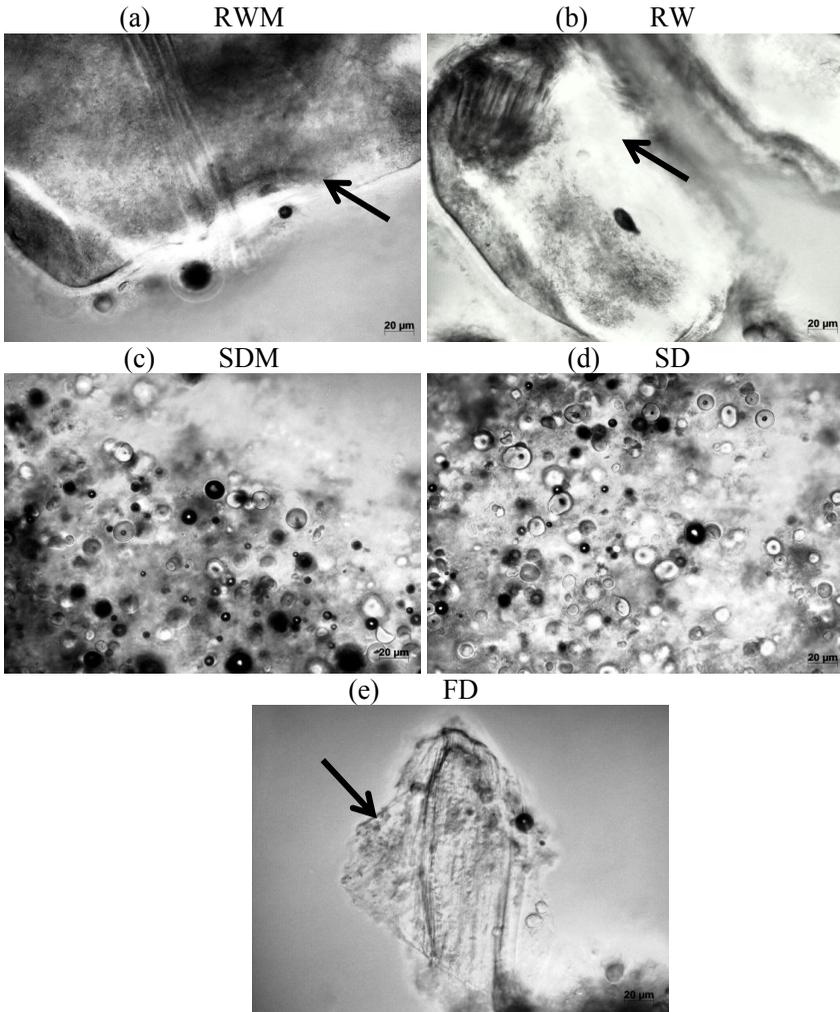
**Figura 3.4** Microscopias eletrônica de varredura com aumento de 300x da polpa de manga secas por: (a) *refractance window* com adição de maltodextrina (10DE); (b) *refractance window*; (c) *spray drying* com maltodextrina (10DE); (e) *spray drying*; (f) liofilização.



Conforme se pode observar nas Figuras 3.4 (a, b e e) os pós que foram submetidos à moagem após a secagem apresentaram formatos irregulares. Entre os pós com e sem maltodextrina, pode se observar que o RW apresentou partículas levemente mais rugosas, enquanto o RWM devido à presença do agente acarretou em uma superfície da partícula mais lisa. Essa característica favorece a estabilidade, uma vez que a área disponível para oxidação é menor (Caparino et al., 2012). O pó obtido no FD aparentou ter uma estrutura mais porosa, corroborando o resultado de porosidade observado de 69% (ver Tabela 3.5). Essa característica é devido à formação do gelo durante o congelamento, o qual ajuda a prevenir o colapso e o encolhimento da estrutura (Ratti, 2001). Em relação aos pós produzidos por *spray drying*, estes apresentaram formato esférico, e as partículas encontravam-se mais aglomeradas e com uma forte atração entre si. Esse fato provavelmente é devido à falta ou baixa concentração de maltodextrina adicionada à formulação e a temperatura de secagem empregada. Cano-Chauca et al. (2005) observaram resultado semelhante para a microscopia de manga em pó produzida por *spray drying* com temperatura do ar de secagem de 160 °C e com a adição de 12% de maltodextrina (20DE). Em estudo sobre a secagem da amora preta utilizando temperatura de entrada do ar de 130 °C e com 8% de diferentes agentes carreadores na formulação (maltodextrina DE= 6, 9 e 20 e goma arábica), Fazaeli et al. (2012) também relataram a aglomeração das partículas. Nesse caso, além da baixa temperatura de secagem e da baixa concentração de agentes carreadores utilizados, os autores destacaram o efeito da dextrose na microestrutura do produto final, quanto maior a dextrose equivalente utilizada, mais aglomerada e amorfa estava a estrutura dos pós. Por outro lado, Caparino et al. (2012) secaram polpa de manga com 25 % de maltodextrina (10DE) e com temperatura do ar de secagem de 190 °C e na microscopia correspondente a esse pó foi possível observar que as partículas apresentaram formato esférico ou oval definido, menos aglomeradas e com superfícies lisas. Os autores atribuíram o resultado à temperatura de secagem utilizada. Entretanto, deve-se considerar também a quantidade de maltodextrina que os autores adicionaram à polpa antes da secagem. Segundo Reiniccius (2001) durante a atomização as condições de secagem que resultam em maiores taxas de secagem (como temperaturas mais elevadas) favorecem a formação de partículas maiores, devido ao fato da estrutura ser formada mais rapidamente, evitando o encolhimento da partícula durante a secagem.

Na Figura 3.5 estão apresentadas as fotomicrografias registradas utilizando um microscópio óptico das amostras de pó de manga obtidas pelos diferentes processos.

**Figura 3.5.** Microscopia óptica dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem: (a) *refractance window* com maltodextrina; (b) *refractance window*; (c) *spray drying* com maltodextrina; (d) *spray drying*; (e) liofilização; imagens com aumento de 400x.



As imagens visualizadas por microscopia óptica permitiram observar algumas características não visíveis na microscopia eletrônica de varredura. Assim como visto no MEV, Figura 3.4, as partículas produzidas no RW e no FD, que foram submetidas à moagem apresentaram formatos mais irregulares. Além disso, foi possível observar alguns filamentos na superfície dessas partículas (indicadas nas micrografias por flechas). Esses filamentos são indicativos da presença de fibras remanescentes da polpa de manga. Ambas as secagens permitem que as fibras sejam preservadas durante o processamento, podendo estar presentes nos pós.

As partículas produzidas por *spray drying* apresentaram formato esférico, característico desse tipo de processo, conforme se pode observar na Figura 3.5 (c e d). Nesse processo de secagem, as fibras em quantidades elevadas podem causar o entupimento do bico de atomização, prejudicando o processo. Além disso, devido à característica de formação das partículas por esse processo de secagem, a presença de fibras é mais dificultada.

### 3.3.6 Cor

A cor é um importante atributo de qualidade dos alimentos, em especial dos alimentos desidratados. Os parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  dos pós de manga desidratada a partir de diferentes processos de secagem estão apresentados na Tabela 3.6.

**Tabela 3.6.** Parâmetros de cor dos pós de manga obtidos por diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina.

Amostras	$L^*$	$a^*$	$b^*$
RW	73,03±0,72 <sup>e</sup>	9,55±0,61 <sup>a</sup>	47,58±1,72 <sup>d</sup>
RWM	75,13±0,44 <sup>d</sup>	8,71±0,40 <sup>g</sup>	47,85±1,02 <sup>d</sup>
FD	79,20±0,05 <sup>c</sup>	7,93±0,24 <sup>c</sup>	55,40±1,09 <sup>a</sup>
SD	80,33±0,56 <sup>b</sup>	5,99±0,33 <sup>d</sup>	50,34±0,34 <sup>b</sup>
SDM	87,71±0,22 <sup>a</sup>	1,51±0,15 <sup>e</sup>	32,24±0,65 <sup>c</sup>

\* Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

Os pós produzidos por *refractance window* apresentaram menor luminosidade, ou seja, coloração mais escura, em comparação com os pós atomizados e liofilizado, visto os valores do parâmetro  $L^*$  dessas

amostras. Com relação ao parâmetro  $a^*$ , o qual indica a tendência ao vermelho quanto mais positivo for esse parâmetro, também foram observados maiores valores nas amostras produzidas por *refractance window*, enquanto os menores valores foram observados nos pós atomizados. Embora a associação dos três parâmetros seja interessante na avaliação da cor de um produto, no caso da manga cuja cor predominante é o amarelo, o parâmetro  $b^*$  é um dos mais interessantes a ser utilizado para distinção das diferenças de cor resultantes dos processos de secagem desse produto (Caparino et al., 2012). Nesse caso, o valor mais intenso de  $b^*$  foi obtido para o pó de manga liofilizado, seguido do pó obtido por *spray drying* e por *refractance window*. Não foi observada diferença significativa ( $p \leq 0,10$ ) entre o parâmetro  $b^*$  dos pós de manga obtidos no *refractance window* com e sem maltodextrina. O pó de manga com maltodextrina seco por *spray drying* foi o que apresentou menor valor do  $b^*$ , esse fato está relacionado com as condições de processo utilizadas associadas à adição de maltodextrina. Esse agente carreador tem uma cor branca, e por isso, sua presença pode interferir na cor do produto final, por efeito de “diluição”. No caso da polpa de manga seca por *refractance window* com maltodextrina, o efeito desse agente carreador não é tão evidente, uma vez que essa polpa foi exposta a temperaturas médias por um tempo superior. A exposição do produto a altas temperaturas e/ou temperaturas medianas por um período prolongado, pode desencadear reações de escurecimento ou reações de *Maillard*, causadas por reações químicas entre açúcares e proteínas (Potter e Hotchkiss, 1995).

Caparino et al. (2012) secaram polpa de manga por *refractance window*, liofilização, *drum drying* e *spray drying*. Os autores correlacionaram os parâmetros da cor dos pós obtidos pelos diferentes processos em função do tamanho das partículas. Nos resultados é possível observar que para partículas entre 180 e 500  $\mu\text{m}$ , produzidas por *refractance window* e por liofilização, os valores de  $b^*$  foram entre 40 e 50, resultados próximos ao observados nesse estudo para os pós RW e RWM. O pó obtido por *spray drying* apresentou valor de  $b^*$  inferior a 40, aparentando ser menos amarelado que os demais. Esse resultado é devido ao efeito de diluição pela presença de maltodextrina. No presente estudo, observa-se também esse efeito, visto o valor do parâmetro ( $b^* = 32,24$ ) do pó SDM. Com relação à luminosidade, os autores destacaram que o pó mais escuro foi o obtido utilizando o *drum dryer* como processo de secagem e o mais claro foi o pó atomizado. Os pós produzidos por *refractance window* e por liofilização apresentaram

valor de  $L^*$  na faixa de 60 e 70, resultados semelhantes aos observados nesse estudo.

Na Figura 3.6 estão apresentadas as fotografias dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem

**Figura 3.6.** Fotografia dos pós de manga obtido por: (a) liofilização (FD); (b) *spray drying* com maltodextrina (SDM); (c) *spray drying* (SD); (d) *refractance window* com maltodextrina (RWM) e (e) *refractance window* (RW).



### 3.3.7 Carotenoides totais nos pós de manga

Na Tabela 3.7 estão apresentados os valores de carotenoides em função da massa seca dos pós de manga e a perda de carotenoides em relação à polpa de manga.

**Tabela 3.7** Carotenoides totais da polpa e dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem.

Amostras	Carotenoides ( $\mu\text{g}$ /g de massa seca de produto)	Retenção média de carotenoides em relação à polpa (%)
Polpa <i>in natura</i>	280,94 $\pm$ 3,80	-
RW	94,13 $\pm$ 0,73 <sup>d</sup>	34
RWM	81,21 $\pm$ 2,15 <sup>e</sup>	29
FD	129,24 $\pm$ 0,84 <sup>a</sup>	46
SD	113,20 $\pm$ 1,22 <sup>b</sup>	40
SDM	98,77 $\pm$ 2,54 <sup>c</sup>	35

\*Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

Na polpa de manga processada foram encontrados valores médios de 280,94  $\mu\text{g}$  de carotenoides/g de massa seca ou 44,38  $\mu\text{g}$  de carotenoides/g de polpa. Mercadante et al. (1997) encontraram para a polpa de manga, variedade Keitt, valores de carotenoides totais próximos ao desse trabalho, variando entre 49,9 e 55,0  $\mu\text{g}$  de carotenoides/g de produto. A perda de carotenoides está presente em todas as etapas do processamento de alimentos. Segundo Rodríguez-Amaya (2001) o processamento do purê de manga pode acarretar em perdas de  $\beta$ -caroteno, um dos principais pigmentos dessa fruta, próximas a 13%.

O pó de manga liofilizado foi o que apresentou maior teor de carotenoides entre os pós avaliados, aproximadamente 129  $\mu\text{g/g}$  de massa seca de pó, seguido do SD (113,2  $\mu\text{g/g}$ ) e do SDM (98,7  $\mu\text{g/g}$ ). Uma vez que os carotenoides conferem uma cor amarela à polpa de manga, é interessante destacar a relação entre a quantidade presente desse composto e os valores do parâmetro  $b^*$  (Tabela 3.6) dos pós de manga. Os maiores valores de  $b^*$  foram observados para as amostras liofilizadas, seguido das amostras atomizadas e por fim das produzidas por *refractance window*. De fato, a liofilização é um processo de secagem reconhecido para produtos termossensíveis, por utilizar temperaturas baixas. No caso da secagem por *spray drying* o processo de formação das partículas é bastante rápido, portanto sua exposição a temperaturas mais elevadas também é inferior.

A degradação de carotenoides durante a secagem tem sido atribuída a sua alta sensibilidade à oxidação (Desobry et al., 1997). Segundo Fenema (1996) os carotenoides são facilmente oxidados devido ao número de ligações duplas conjugadas.

### 3.3.1 Isotermas de sorção de umidade

Os dados de umidade de equilíbrio dos pós de manga produzidos por *refractance window* e *spray drying*, com e sem maltodextrina e armazenados em nove diferentes umidades relativas estão apresentados na 3.8.

**Tabela 3.8.** Umidades de equilíbrio dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem, com e sem agentes carreadores.

aw	Umidade de Equilíbrio (g água/g sólidos secos)			
	RW	RWM	SD	SDM
0,113	0,011±0,001	0,012±0,001	0,013±0,004	0,005±0,001
0,225	0,026±0,001	0,028±0,002	0,028±0,015	0,025±0,003
0,432	0,067±0,000	0,072±0,005	0,088±0,001	0,072±0,001
0,577	0,112±0,002	0,119±0,004	0,123±0,001	0,097±0,001
0,689	0,207±0,002	0,203±0,003	0,205±0,004	0,175±0,007
0,753	0,272±0,001	0,247±0,012	0,260±0,003	0,237±0,018
0,843	0,422±0,038	0,365±0,015	0,453±0,011	0,367±0,017
0,902	0,674±0,030	0,518±0,048	0,734±0,056	0,531±0,040

O modelo de Guggenheim, Anderson e de Boer (GAB) foi ajustado aos dados experimentais de isoterma de sorção dos diferentes pós de manga e os parâmetros ajustados estão apresentados na Tabela 3.9

**Tabela 3.9.** Parâmetros estimados do modelo de GAB para polpa de manga em pó com e sem maltodextrina produzida por diferentes processos de secagem

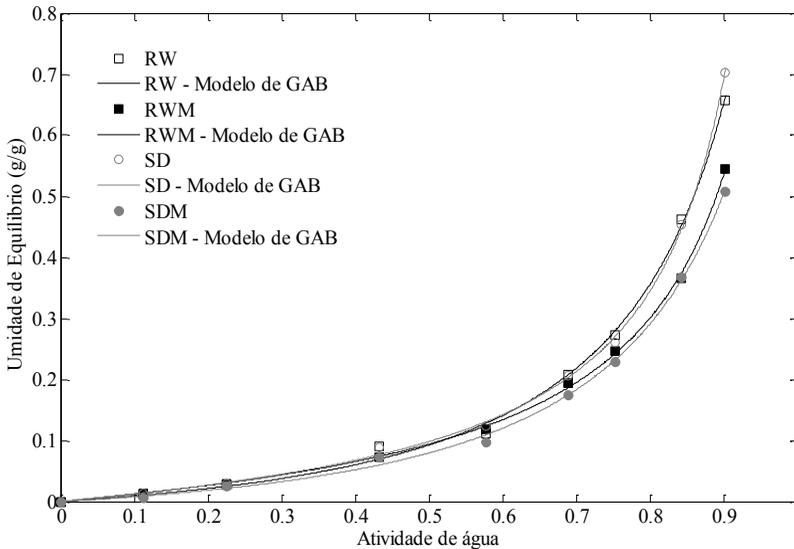
Parâmetro	Amostras			
	RW	RWM	SD	SDM
C	0,968	0,994	1,287	0,721
K	0,966	0,907	0,979	0,920
X <sub>m</sub> (b.s.)	0,099	0,115	0,091	0,116
R <sup>2</sup>	0,999	0,999	0,999	0,999
RMSE	0,009	0,007	0,008	0,008

De acordo com a Tabela 3.9, o modelo de GAB se ajustou bem aos dados experimentais, com valores do coeficiente de correlação (R<sup>2</sup>) superiores a 0,998 e RMSE inferiores a 0,01, para as diferentes amostras de manga em pó avaliadas. O modelo de GAB é baseado no conceito de umidade da monocamada molecular (X<sub>m</sub>), que é um indicativo de valor de umidade segura para a preservação de alimentos desidratados (Rahman, 2008). A umidade na monocamada indica a quantidade de água que está fortemente adsorvida em locais específicos do alimento e pode ser estimado através do ajuste do modelo aos dados (Gabas et al., 2009). Entretanto, para o diagnóstico completo sobre a estabilidade de alimentos desidratados são necessárias análises complementares. Os

valores de  $X_m$  estimados para a manga desidratada em pó ficaram próximos a 0,11 g água/g sól.secos (11,5 %) para os pós de manga com maltodextrina (RWM e SDM) e de 0,09 g água/g sól.secos (9,5 %) para os pós de mangas sem agente carreador (RW e SD). Esses valores estão de acordo com os encontrados na literatura, de 3,2 a 6,3% para açaí em pó produzido por *spraydrying* com diferentes agentes carreadores (maltodextrina DE=10 e 20, goma arábica e amido de tapioca) na concentração de 6%. Silva, Sobral e Kieckbusch (2006) obtiveram valores desse parâmetro de 6,4 % e 15,8 % para camu-camu em pó atomizado sem agentes carreadores e com 30% de maltodextrina (20DE), respectivamente. De forma geral, os valores estimados de  $X_m$  para hortaliças são um pouco superiores aos valores estimados para frutas (Goula et al., 2008), sendo os primeiros em torno de 18 a 22% enquanto para as frutas próximo de 10 a 15% (Kiranoudis et al., 1993).

Na Figura 3.7 são representados os resultados da isoterma de sorção de umidade dos pós de manga e o modelo de GAB ajustado. Os resultados representam a média de três valores.

**Figura 3.7.** Isoterma de sorção de umidade dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem

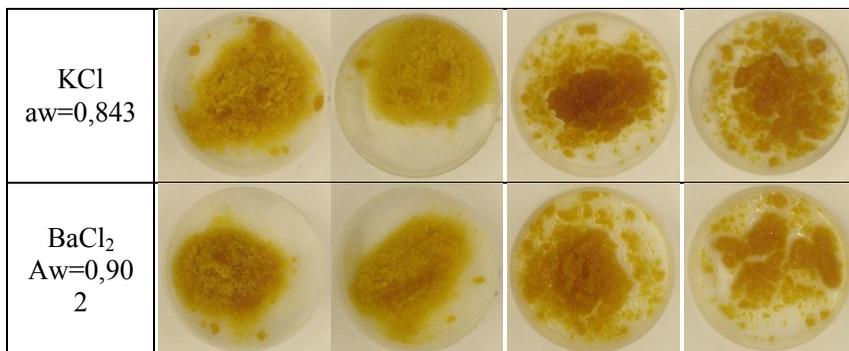


Os pós de polpa de manga sem maltodextrina SD e RW foram os que apresentaram maior capacidade de adsorção de umidade. A diferença observada entre os pós com e sem agente carreador, são devido à estrutura química da maltodextrina, que apresenta menos grupos hidrofílicos, o que favorece a menor adsorção de água (Tonon et al., 2009). As curvas apresentaram um comportamento similar de adsorção de umidade e o formato do tipo III conhecido como isotermas de Flory-Huggins, de acordo com a classificação de Brunauer (Rizvi, 1995). Segundo Bhandari e Adhikari (2008) esse comportamento representa a adsorção de um solvente ou agente plastificante, acima da temperatura de transição vítrea. Tonon et al. (2009) também observaram isotermas de sorção do tipo III para pós de açaí atomizados com 6 % de agentes carreadores (maltodextrina DE=10 e 20, goma arábica e amido de tapioca) e Gabas et al. (2007) para abacaxi seco a vácuo com adição de maltodextrina e goma arábica na concentração de 18 %.

Na Figura 3.7 é possível observar que até a umidade relativa de 43%, a adsorção de umidade das diferentes amostras de pó apresentou um comportamento similar. Mudanças no aspecto visual foram observadas a partir desse valor, ou seja, nas umidades relativas mais baixas as partículas se mantiveram menos aglomeradas. Essas mudanças físicas podem ser também observadas nas imagens apresentadas no Quadro 3.1. Nas umidades relativas intermediárias, devido ao processo de aglomeração, observou-se que os pós estavam mais compactados, formando uma estrutura rígida e com coloração escura. Nas umidades relativas mais altas, de 84 e 90 %, observou-se a formação de um exsudado. De acordo com Aguilera et al. (1995), neste estágio, as pontes que ligam as partículas se desfazem, como resultado da liquefação da amostra é geralmente as frações de baixo peso molecular da amostra são solubilizadas. Tonon et al. (2009) também observaram comportamento semelhante durante o armazenamento de pós de açaí em diferentes umidades relativas.

**Quadro3.1.** Amostras produzidas com diferentes agentes carreadores, armazenadas em diferentes umidades relativas, a 25°C.

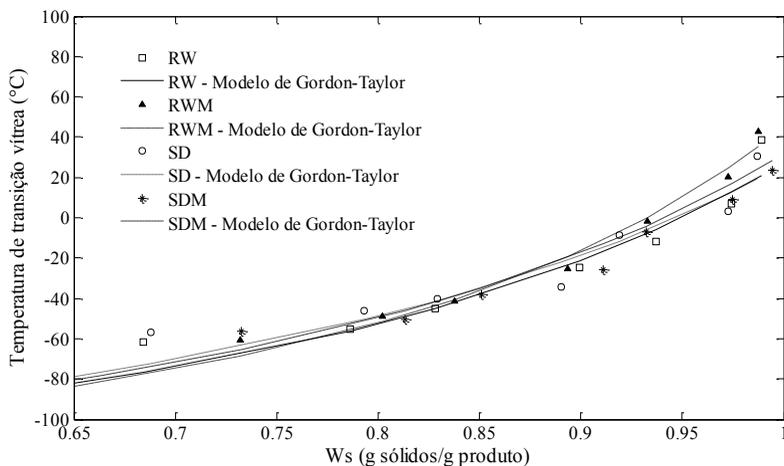
Sais	Amostras			
	RW	RWM	SD	SDM
LiCl aw=0,112				
CH <sub>3</sub> COO K aw=0,226				
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> aw=0,432				
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> aw=0,529				
KI aw=0,689				
NaCl aw=0,753				



### 3.3.2 Temperatura de transição vítrea

As relações entre a temperatura de transição vítrea e a fração de sólidos das amostras de pó de manga obtidos por diferentes processos estão apresentados na Figura 3.8. O modelo de Gordon-Taylor foi ajustado aos dados experimentais da temperatura de transição vítrea, e também está apresentado na mesma figura. Os parâmetros estimados através do modelo estão apresentados na Tabela 3.10.

**Figura 3.8.** Temperatura de transição vítrea em função da fração de sólidos da manga em pó obtida por: (□) *refractance window*, (▲) *refractance window* com maltodextrina; (○) *spray drying* e (\*) *spray drying* com maltodextrina.



**Tabela 3.10.** Parâmetros estimados do modelo de Gordon-Taylor para os pós de manga produzidos em diferentes processos.

<b>Parâmetros</b>	<b>RW</b>	<b>RWM</b>	<b>SD</b>	<b>SDM</b>
T <sub>gs</sub> (°C)	28,26	46,09	26,74	32,38
K	3,88	4,68	3,47	3,79
R <sup>2</sup>	0,966	0,979	0,937	0,977
RMSE	7,174	5,971	9,136	5,454

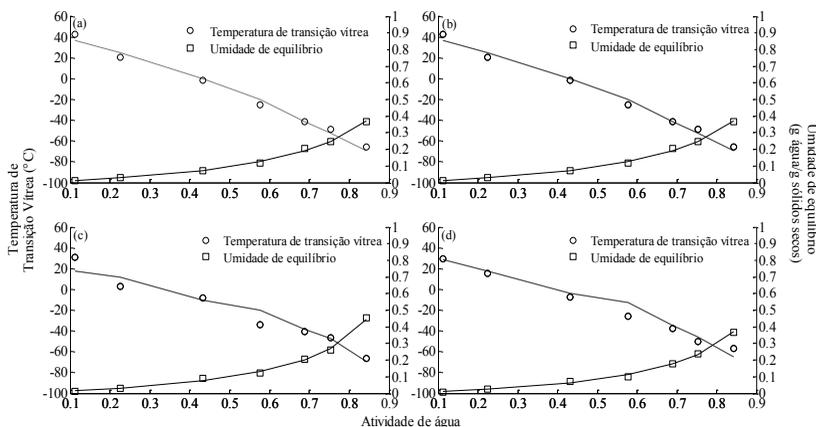
De modo geral, o modelo se ajustou bem aos dados experimentais no entanto, para concentrações de sólidos próximas a 0,7 g sólidos/g produto, o modelo não descreve de forma adequada os dados, conforme pode se observar na Figura 3.8. Esse comportamento possivelmente foi devido aos valores inferiores de temperatura de transição vítrea dos pós acondicionados em umidades relativas mais altas. Por isso, para evitar análises equivocadas, optou-se por eliminar os dados de Tg referentes aos pós acondicionados em umidade relativa de 90,2 % para a construção dos diagramas de estados que estão apresentados na Figura 3.9.

De acordo com a Tabela 3.10, os valores estimados pelo modelo para o parâmetro *K* estão na faixa de 3,47 e 4,68, valores similares foram observados em açaí em pó (Tonon et al., 2009) e camu-camu (Silva et al., 2006). Entretanto, os valores de Tgs foram inferiores aos apresentados na literatura. Os pós sem a adição de maltodextrina apresentaram valores entre 26,74 e 28,26 °C, enquanto os pós com maltodextrina na formulação apresentaram maiores valores sendo entre 32,38 e 46,09 °C. Esse resultado era esperado uma vez que a polpa de manga apresenta um elevado teor de açúcares e ácidos orgânicos, que apresentam valores de Tg baixos. Segundo dados apresentados por Roos (Roos e Karel, 1991) a temperatura de transição vítrea da glicose é de 31 °C, da frutose de 5 °C e da sacarose de 62 °C, açúcares naturalmente presentes nas frutas. Além disso, os baixos valores de Tgs observados reforçam as dificuldades de secar esse tipo de polpa, principalmente por *spray drying*, sem a adição de agentes carreadores em quantidades suficientes para elevar a Tg (Tonon et al., 2009). Agentes carreadores como a maltodextrina e a goma arábica são polímeros amorfos e com elevada massa molecular, contribuindo para que, na mistura com a polpa de fruta, o valor da Tg aumente. O efeito da adição dos agentes carreadores pode ser observado no estudo de Kurozawa et al. (2009), em que os valores de Tgs obtidos para proteína hidrolisada de frango sem

agentes carreadores foram de 44,43 °C, e com a adição de 10% de maltodextrina (DE entre 9 e 12) a Tgs foi para 91,9°C.

Em razão de obter os valores críticos de umidade e atividade de água, relacionados com a temperatura de transição vítrea das amostras de manga em pó (RW, RWM, SD e SDM) os dados de Tg,  $a_w$  e umidade de equilíbrio e os correspondentes ajustes do modelo de GAB e Gordon-Taylor foram correlacionados e estão apresentados na Figura 3.9.

**Figura 3.9.** Variação da temperatura de transição vítrea (linha hachurada) e da umidade de equilíbrio (linha sólida) em função da atividade de água para pós de manga produzidos por: (a) *refractance window*; (b) *refractance window* com maltodextrina; (c) *spray drying* e (d) *spray drying* com maltodextrina.



A Figura 3.9 é um diagrama de estado e é uma ferramenta bastante útil para predição dos valores críticos de umidade e atividade de água para o armazenamento, que assegurem que o produto permanecerá no estado vítreo (Ross, 1993). À temperatura de 20 °C, os pós produzidos por *refractance window* apresentaram valores de atividade de água próximos a 0,28, e ligeiramente superiores aos valores dos pós produzidos por *spray drying*. Estes últimos apresentaram valores de atividade de água próximos a 0,19 para a amostra com maltodextrina e de 0,12 para a amostra sem maltodextrina. Os valores superiores de umidade e atividade de água críticos da manga em pó produzidos por *refractance window* podem estar relacionados com a morfologia de suas partículas, conforme visto nas fotomicrografias (ver Figura 3.4 e Figura

3.5), a qual favorece a menor oxidação. Esses resultados sugerem no caso da secagem por *refractance window* que a adição de concentrações maiores de maltodextrina como 10%, pode contribuir para que os pós tenham maior estabilidade, sem comprometer a cor e as demais características físico-químicas. Resultados semelhantes foram observados por Mosquera et al. (2011). Esses autores observaram para polpa de morango liofilizada sem agentes carreadores, a temperatura de 20 °C, que a atividade de água foi de 0,094 e a umidade relativa máxima ao qual o produto pode ser exposto, garantindo o estado vítreo durante todo o período de armazenamento é de 9,4%. Moraga et al. (2004, 2006) também obtiveram valores críticos baixos para kiwi liofilizado e morango sem agentes carreadores. Os autores relataram que para os pós de kiwi armazenados a 30 °C os valores críticos de atividade de água e umidade foram de 0,031 e 1,4 g água/g de amostra, respectivamente, indicando a baixa estabilidade dos pós.

### 3.4 Considerações finais

Os resultados obtidos neste estudo permitem concluir que foi possível a produção de manga desidratada em pó por *spray drying* sem a adição de agentes carreadores, mas com o desumidificador de ar acoplado ao sistema. Dentre as características avaliadas observou-se que diferenças na morfologia dos pós obtidos pelos diferentes processos, sendo que os pós que sofreram moagem apresentaram estrutura irregular, e os atomizados apresentaram estrutura esférica, e com forte tendência à aglomeração. Considerando a degradação da cor e de carotenoides, o *refractance window* foi o processo que causou maiores danos aos pós, tendo a cor dos pós mais escura que os demais e maior degradação dos carotenoides.

Os pós com maltodextrina produzidos tanto por *refractance window* como por *spray drying* adsorveram menos umidade quando comparados aos pós produzidos sem agentes, segundo os dados obtidos nas isotermas de sorção desses pós. Complementando os resultados obtidos nas isotermas de sorção, os diagramas de estado demonstraram que os pós produzidos por *spray drying* apresentaram estabilidade inferior ao dos pós produzidos por *refractance window*.

Assim, os resultados obtidos nesse estudo indicam que é possível a produção de pós de manga por *refractance window* sem a adição de agentes carreadores, com características físico-químicas comparáveis às do pós de manga produzidos por *spray drying* e

liofilização, sem a adição de agentes. Entretanto, os resultados de isoterma de sorção e temperatura de transição vítrea indicaram que esses pós precisam ser acondicionados em condições bastante restritas de temperatura e umidade relativa para que estejam sempre abaixo da temperatura de transição vítrea e da atividade de água críticos. Uma alternativa é a utilização de embalagens com alta barreira de umidade para armazenar esses produtos.

### 3.5 Referências Bibliográficas

Aguilera, M. J., Del Valle, J. M., & Karel, M. 1995. Caking phenomena in amorphous foodpowder. *Trends in Food Science and Technology*, 6 (5), 149–155.

A.O.A.C. Association of Official Analytical Chemists.(2005). *Official Methods of Analysis*, 18th ed. Gaithersburg, Maryland.

Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H. (2005). *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*, (1<sup>st</sup> ed.), Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.

Barbosa-Cánovas, G. V.; Vega-Mercado, H. (1996). Dehydration of Foods. Chapman & Hall.

Bhandari, B.R., Senoussi, A., Dumoulin, E.D., & Lebert, A. (1993). Spray drying of concentrated fruit juices. *Drying Technology*, 11 (5), 1081–1092.

Bhandari, B. R., Datta, N., & Howes, T. (1997). Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. *Drying Technology*, 15(2), 671-684.

Bhandari, B. R., Adhikari, B. (2008). Water activity in food processing and preservation In *Drying Technologies in Food Processing*, Edited by Chen, X. D., Mujumdar, A. S. John Wiley & Sons Ltd.

Cano-Higuita, D. M., Villa-Vélez, H. A., Telis-Romero, J., Vázquez, H. A., & Telis, V. R. N. (2013). Influence of alternative drying aids on water sorption of spray dried mango mix powders: A thermodynamic approach. *Food Bioprod Process – In Press*.

Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 5 (4), 420–428.

Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., & Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. *Journal of Food Engineering*, 11, 135-148.

Clarke, P. T. (2004). Refractance Window™ - “down under”. Proceedings of the 14th International Drying Symposium, IDS 2004, v. B, pp. 813-820.

Chen, X. D., & Özkan, N. (2007). Stickness, functionality, and microstructure of food powders. *Drying Technology*, 25, pp. 969-979.

Desobry, S.A., Netto, F.M., Labuza, T.P. (1997). Comparison of spray-drying, drum-drying and freeze-drying for  $\beta$ -carotene encapsulation and preservation, *Journal of Food Science*, 62 (6), 1158–1162

FAOSTAT.(2010). FAO Statistics, Food and Agriculture Organization of the United Nations. *World production of mango (mangoes, mangosteens, guavas)*. Rome, Italy. <http://faostat.fao.org/>

Fazaeli, M., Emam-Djomeh, Z., Ashtari, A. K., & Omid, M. (2012). Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of Black mulberry juice powder. *Food and Bioprocess Processing*, 90, 667-675.

Fennema, O. (1996). *Food chemistry* (3rd ed.). New York, NY: Marcel Dekker

Ferrari, C. C., Germer, S. P. M., Alvim, I. D., Vissotto, F. Z., & Aguirre, J. M. (2012). Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. *International Journal of Food Science and Technology*, 47, 1237-1245.

Gabas, A. L., Telis, V. R. N., Sobral, P. J. A., & Telis-Romero, J., (2007). Effect of maltodextrin and Arabic gum in water vapor sorption

thermodynamic properties of vacuum dried pineapple pulp powder. *Journal of Food Engineering*, 82 (2), 246–252.

Gabas, A. L.; Telis-Romero, J.; Giraldo-Gómez, G. I.; Telis, V. R. N. Propiedades termodinámicas de sorción de agua de la pulpa de lulo en polvo com encapsulantes. *Ciências e Tecnologia de Alimentos*, v.29, p.911-918, 2009.

Gordon, M., & Taylor, J.S., (1952). Ideal copolymers and the second-order transitions of syntetic rubbers. I. Non-crystalline copolymers. *Journal of Applied Chemistry*, 2 (9), 493–500.

Goula, M. A., & Adamopoulos, K. G. (2003). Spray drying performance of a laboratory spray dryer for tomato powder preparation. *Drying Technology: An International Journal*, 21,(7), 1273-1289.

Goula, A. M., & Adamopoulos, K. G. (2005). Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. *Journal of Food Engineering*, 66, 25–34.

Goula A. M., Karapantsios, T. D., Achilias, D. S., & Adamopoulos, K. G. (2008). Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. *Journal of Food Engineering*, 85, 73-83.

Greenspan, L. (1977). Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. *Journal of Research of the National Bureau of Standards – Physics and Chemistry*, 81(1), 89–96.

Hassan, F. A., Al-Sheraji, S. H., & Ismail, A. (2013). Dried mangoes: phytochemicals, antioxidant properties, and health benefits. In *Dried Fruits – Phytochemical and Health Effects*, edited by Alasalvar, C., Shahidi, John Wiley & Sons, Inc., 450-477.

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

Johari, G.P., Hallbrucker, A., & Mayer, E. (1987). The glass–liquid transition of hyperquenched water. *Nature*, 330 (10), 552–553.

Krokida, M.K., Maroulis, Z.B. (1997). Effect of drying method on shrinkage and porosity, *Drying Technology*, 15 (10), 2441–2458.

Kiranoudis, C. T., Maroulis, Z. B., Tsami, E., Marinos-Kouris, D. (1993). Equilibrium moisture content and heat of desorption of some vegetables. *Journal of Food Engineering*, 20, pp. 55-74.

Kurozawa, L. E., Park, K. J., Hubinger, M. D. (2009). Effect of maltodextrin and gum Arabic on water sorption and glass transition temperature of spray dried chicken meat hydrolysate protein. *Journal of Food Engineering*, 91, 2, 287-296.

Masters, K. (1991). *Spray Drying Handbook*, (5<sup>th</sup>ed.) Longman Scientific and Technical, London.

Mercadante, A. Z., Rodriguez-Amaya, D. B., & Britton, G. (1997). HPLC and Mass Spectrometric Analysis of Carotenoids from Mango. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 45 (1), 120-123.

Mosquera, L.H., Moraga, G. & Martínez-Navarrete, N. (2011). Critical water activity and critical water content of freeze-dried strawberry powder as affected by maltodextrin and arabic gum. *Food Research International*, doi: 10.1016/j.foodres.2011.05.019.

Moraga, G., Martínez-Navarrete, N., & Chiralt, A., (2004). Water sorption isotherms and glass transition in strawberry. *Journal of Food Engineering* 62 (4), 315–321.

Moraga, G., Martínez-Navarrete, N., & Chiralt, A., (2006). Water sorption isotherms and phase transitions in kiwifruit. *Journal of Food Engineering* 72 (2), 147–156.

Nindo, C. I., Feng, H., Shen, G. Q., & Kang, D. H. (2003). Energy utilization and microbial reduction in a new film drying system. *Journal of Food Processing Preservation*, 117-136.

Nindo, C. I., & Tang, J. (2007). *Refractance Window Dehydration Technology: A Novel Contact Drying Method*. *Drying Technology*, 25, 37-48.

Pavan, M. A., Schimidt, S. J., & Feng, H. (2012). Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, Refractance Window-

dried and hot-air dried açai (*Euterpe oleracea Martius*) juice. *Food Science and Technology*, 48, pp. 75-81.

Potter, N.N., & Hotchkiss, J.H., 1995. *Food Science*, (5<sup>th</sup> ed.), Springer, New York.

Rizvi, S. S. H. (1995). Thermodynamic Properties of Food in Dehydration. In: *Engineering Properties of Foods*, Edited by Rao, M. A., Rizvi, S. S. H., Datta, A. K.. (3<sup>rd</sup>ed) CRC Press, Boca Raton FL.

Rodriguez-Amaya, D. B. (2001). A Guide to Carotenoid Analysis in Foods. (1<sup>st</sup>ed) ILSI Press, Washington, D. C.

Roos, Y., & Karel, M. (1991). Water and molecular weight effects on glass transitions on amorphous carbohydrates and carbohydrate solutions. *Journal of Food Science*, 56, 1676-1681.

Ross, Y.H., (1995). *Phase Transitions in Foods*, (1<sup>st</sup>ed.). Academic Press, San Diego.

Ratti, C. (2001). Hot air and freeze-drying of high-value foods – a review. *Journal of Food Engineering*, 49, 311–319.

Reineccius, G.A. (2001). Multiple-core encapsulation – the spray drying of food ingredients. In P. Vilstrup (Ed). *Microencapsulation of Food Ingredients*. Leatherhead Publishing, Surrey, U.K.

Sereno, A. M., Silva, M. A., & Mayor L. (2007). Determination of particle density and porosity in foods and porous materials with high moisture content. *International Journal of Food Properties*, 10, 3, 455-469.

Silva, M. A., Sobral, P. J. A., & Kieckbusch, T. G. (2006). State diagrams of freeze-dried camu-camu (*Myrciaria dúbia* (HBK) Mc Vaugh) Pulp with and without maltodextrin addition. *Journal of Food Engineering* 77 (3), 426–432.

Silva, V. M. (2011). Estudo da hidrólise enzimática, microencapsulação e secagem por spray dryer da carne de mexilhão. Tese de doutorado

curso de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas. Campinas.

Tonon, R. V.; Brabet, C.; & Hubinger, M. D. (2008). Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88, 3, 411-418.

Tonon, R. V., Baroni, A. F., Brabet, C., Gibert, O., Pallet, D., & Hubinger, M. D. (2009). Water sorption and glass transition temperature of spray dried acai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. *Journal of Food Engineering*, 94, 215-221.

## 4. REIDRATAÇÃO DOS PÓS DE MANGA OBTIDOS POR *REFRACTANCE WINDOW*, *SPRAY DRYING* E LIOFILIZAÇÃO

---

Complementando os aspectos abordados no Capítulo 3, este capítulo apresenta a reidratação dos pós de manga obtidos por diferentes processos de secagem. Dentre eles, o *refractance window*, o *spray drying* e a liofilização, e os pós de manga com maltodextrina obtidos por *refractance window* e *spray drying*. Foi avaliada a hidrofobicidade e a solubilidade dos pós de manga. As polpas reconstituídas foram avaliadas quanto ao seu comportamento reológico por curvas de escoamento e de viscosidade. As análises de ângulos de contato inferiores a 90° e os tempos de dispersão foram inferiores a 1 minuto, exceto para o pó de manga produzido por *spray drying* com maltodextrina, cujo tempo foi próximo a 5 minutos. Todas as polpas reconstituídas apresentaram um comportamento pseudo-plástico, entretanto as que foram produzidas a partir dos pós RW e FD apresentaram mais acentuadamente essa característica, sendo o comportamento reológico dessas polpas mais próximo ao da polpa de manga original. Assim como o estudo do Capítulo 3, este também foi realizado em parceria com a Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), no Laboratório de Engenharia de Processos (LEP).

### 4.1 Introdução

Os alimentos em pó, independentemente se destinados para o uso doméstico ou industrial, geralmente necessitam ser reidratados em água ou em outro meio aquoso antes de seu uso. Portanto, a reidratação e o comportamento reológico da solução reidratada são etapas importantes para os processos industriais, no desenvolvimento de produtos, na execução de projetos de equipamentos e de processos.

Segundo Forny et al. (2011) quando um pó entra em contato com a superfície de um líquido, primeiramente ocorre a penetração do líquido no interior da estrutura das partículas de pó, na sequência ocorre a imersão (deposição) das partículas no líquido seguida da sua dispersão e, por fim, a dissolução das partículas, caso elas sejam solúveis. É desejável para um pó, que estas etapas do processo de reidratação sejam rápidas e completas, que o pó não flutue sobre a superfície do líquido e que não sejam formados grumos durante o processo de reidratação.

O comportamento ideal na reidratação dos pós é difícil de ser atingido, uma vez que em muitos processos são produzidas partículas de tamanho reduzido e/ou estrutura desfavorável (Hogekamp e Schubert, 2003). A capacidade de reidratar-se de forma completa está diretamente relacionada com as propriedades físicas desses pós. As características do pó como: composição, umidade, distribuição do tamanho das partículas, morfologia (propriedades de superfície) são fortemente dependentes do método de produção das partículas e quando associadas à umidade relativa, a temperatura e ao tempo de armazenamento influenciam no comportamento desses pós quando em contato com a água.

Bardana e El-Omri (2009) estudaram as propriedades reológicas de polpa de tomate concentrada reconstituída a partir do pó obtido por liofilização. No processo de reidratação foram avaliadas diferentes temperaturas da água (20, 30, 40, 50 e 60 °C) e diferentes concentrações de sólidos solúveis (9,7, 12,9, 20,5 e 26,8 %). Os autores observaram comportamento pseudo-plástico para as polpas reconstituídas. Além disso, a consistência do reidratado aumentou com o aumento da concentração e reduziu com o aumento da temperatura.

Apesar da importância do conhecimento da característica do produto reidratado, poucas informações estão disponíveis na literatura com relação ao comportamento reológico de frutas e vegetais reidratados a partir dos pós (produzidos por diferentes processos). Por isso, o objetivo deste estudo foi caracterizar os pós de manga quanto à hidrofobicidade, ao tempo de dispersão, à solubilidade, e ao comportamento reológico das polpas de manga reconstituídas a partir dos pós produzidos por: liofilização, *refractance window* e *spray drying* com e sem maltodextrina.

## **4.2 Material e métodos**

### **4.2.1 Matéria-prima e agente carreador**

Mangas da var. Tommy Atkins adquiridas na CEASA-Campinas (Centrais de Abastecimento de Campinas S.A.) foram utilizadas nesse estudo. A polpa foi processada conforme metodologia descrita no item 3.2.1.

As polpas que foram secas com maltodextrina na formulação seguiram a metodologia descrita no item 3.2.2.

#### 4.2.2 Sólidos solúveis, umidade e atividade de água

O teor de sólidos solúveis (°Brix) da polpa foi determinado utilizando-se um refratômetro de bancada (Zeiss, Jena, Alemanha). A umidade foi determinada por método gravimétrico, em estufa a vácuo (TECNAL, modelo TE-395, Brasil) a 70 °C (A.O.A.C., 2005). Todas as determinações foram realizadas em triplicata.

#### 4.2.3 Pós de manga

Os pós de manga foram obtidos a partir dos seguintes processos de secagem: (I) liofilização (FD); (II) *spray drying* (SD); (III) *refractance window* (RW). A polpa de manga com 5 % de maltodextrina (10DE) foi seca utilizando-se como métodos: (IV) *spray drying* (SDM) e (V) *refractance window* (RWM). Os processos de secagem foram realizados conforme procedimento descrito no Capítulo 3, item 3.2.3.

#### 4.2.4 Ângulo de contato

O ângulo de contato dos pós foi medido por de um tensiômetro Tracker-S (Teclis, Longessaigne, França). Para tal, os pós foram espalhados sobre uma fita dupla face colada sobre uma placa de acrílico. O excesso de pó foi retirado, permanecendo uma camada homogênea. Foram realizadas triplicatas experimentais e o ângulo apresentado foi correspondente ao tempo de 1 segundo de contato entre a gota de água ea superfície dos pós. Esse tempo foi escolhido após testes preliminares. O ângulo formado entre a superfície do pó e a gota em tempos superiores a 1 s não conseguiam ser medidos pelo equipamento devido à alta hidrofiliçidade dos pós.

#### 4.2.5 Solubilidade

A solubilidade foi determinada de acordo com o método descrito por Cano-Chauca et al. (2005). O método consiste na adição de 1 g de amostra a um recipiente contendo 100 mL de água destilada, operando com agitação magnética a alta velocidade – aproximadamente 700 rpm (velocidade 4 agitador magnético) - (Fisatom, São Paulo, Brasil) por 5 minutos, seguida por uma centrifugação a 3000 g, também por 5 minutos. Posteriormente, uma alíquota de 25 ml do sobrenadante

foi retirada e levada à estufa a 105 °C, até massa constante. A solubilidade foi calculada pela diferença de massa.

#### 4.2.6 Tempo de dispersão

O tempo de dispersão foi o tempo necessário para a completa submersão das partículas de pó quando em contato com a superfície de um líquido (Dacanal e Menegalli, 2010). O tempo de dispersão foi avaliado de acordo com Hoge Kamp e Schubert (2003). O aparato experimental, apresentado na Figura 4.1, consiste de um recipiente, que foi preenchido de 80 mL com água destilada, à temperatura de 27 °C. Sobre o reservatório estava uma lâmina, a qual separa o compartimento com o volume de água e o material em pó (foi utilizado aproximadamente 1g de amostra). Ao deslocar a lâmina, o pó instantaneamente entrou em contato com a superfície da água, e o tempo necessário para que as partículas ficassem completamente imersas foi medido (Hoge Kamp e Schubert, 2003; Dacanal e Menegalli, 2010).

**Figura 4.1.** Fotografia do aparato utilizado para determinar o tempo de molhagem.



Fonte: Dacanal, (2005).

#### 4.2.7 Reidratação

A reidratação dos pós foi realizada pela adição de água destilada às amostras de pó de manga até atingir a umidade inicial da polpa original.

## 4.2.8 Cor

A cor das amostras de pó reidratadas foi analisada por reflectância por um colorímetro Ultra Scan Vis 1043 (Hunter Lab, Reston, EUA), com escala CIELab ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ). As análises foram realizadas a 25 °C, utilizando o iluminante D-65 e um ângulo de observação de 10° (modo RSEX). As medidas de coloração foram expressas em termos da luminosidade  $L^*$  ( $L^*=0$  preto e  $L^*=100$  branco), e da cromaticidade definida por  $a^*$  ( $+a^*$ =vermelho e  $-a^*$ =verde) e  $b^*$  ( $+b^*$ =amarelo e  $-b^*$ =azul). A diferença de cor ( $\Delta E^*$ ) foi obtida pela Equação 4.2.

$$\Delta E = \sqrt{(L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2} \quad (4.1)$$

em que  $\Delta E^*$  é a mudança total na cor das polpas reconstituídas a partir dos pós de manga com relação à polpa inicial, no qual o subscrito “0” representa a cor original da polpa.

## 4.2.9 Distribuição do tamanho de partículas

A distribuição do tamanho de partículas das polpas de manga original e reconstituídas foi determinada por um analisador de tamanho de partículas por difração a laser (Mastersizer 2000, Malvern Instruments, U.K.). As amostras foram analisadas em sextuplicata, por via úmida, com dispersão em água destilada. O diâmetro médio foi determinado baseando-se no diâmetro de De Brouckere  $D[4,3]$ , conforme apresentado no Capítulo 3 - Equação 3.3.

## 4.2.10 Comportamento reológico das polpas de manga reconstituídas

Para a determinação da viscosidade das suspensões, foi utilizado um reômetro de tensão controlada (Physica MCR 301 Rheometer, Anton Paar, Ostfildern, Alemanha). As suspensões foram avaliadas, em triplicata, à temperatura de 25°C. As curvas de escoamento foram obtidas utilizando a geometria cone-placa de 50 mm de diâmetro e o gap de 0,208 mm. O modelo de Herschel-Bulkley

foi utilizado para ajustar as curvas de escoamento, conforme as Equações 4.2, respectivamente (Steffe, 1996).

$$\sigma = \sigma_0 + k(\dot{\gamma})^n \quad (4.2)$$

em que  $\mu$  é a viscosidade  $\sigma$  é a tensão residual (Pa),  $k$  é o índice de consistência (Pa.sn) e  $n$  é o índice de comportamento de escoamento

Com o intuito de verificar a existência de tixotropia no sistema, as polpas de manga (originais com e sem maltodextrina e reconstituídas a partir dos pós) primeiramente foram submetidas a um aumento de tensão de cisalhamento (Subida 1), seguido por uma redução na tensão (Descida) e, posteriormente, uma nova rampa crescente (Subida 2) de tensão de cisalhamento.

#### **4.2.11 Microscopia ótica**

Aproximadamente 0,5 g das polpas de manga reconstituídas foi colocada em lâminas, e em seguida a suspensão foi coberta com lamínulas e observadas em um microscópio ótico Carl Zeiss (modelo Axio Scope A1, Gottingen, Alemanha), com aumentos de 10 x.

### **4.3 Resultados**

#### **4.3.1 Ângulo de contato, tempo de dispersão e solubilidade**

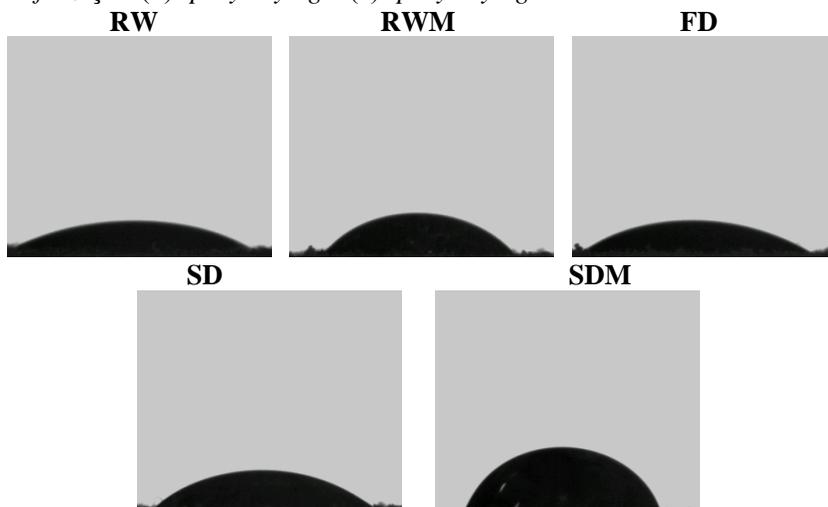
Na Tabela 4.1 estão apresentados os dados do ângulo de contato, o tempo de dispersão e a solubilidade dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem. As imagens referentes ao ângulo de contato dos pós estão apresentadas na Figura 4.2.

**Tabela 4.1** Ângulo de contato entre os pós de manga e água, tempo médio de dispersão dos pós em água e solubilidade em água. Os pós de manga obtidos por: *refractance window* (RW), *refractance window* com maltodextrina (RWM), liofilização (FD), *spray drying* (SD) e por *spray drying* com maltodextrina (SDM).

Amostra	Ângulo de contato	Tempo de dispersão (s)	Solubilidade (%)
RW	20,25±0,99 <sup>a</sup>	33,0±1,7 <sup>a</sup>	80,29±0,37 <sup>c</sup>
RWM	39,24±1,90 <sup>c</sup>	28,3±2,5 <sup>a</sup>	79,17±0,45 <sup>a,b</sup>
FD	21,54±1,18 <sup>a</sup>	36,5±3,5 <sup>a</sup>	81,79±0,72 <sup>c</sup>
SD	31,70±0,28 <sup>b</sup>	49,0±6,9 <sup>a</sup>	78,63±1,68 <sup>a,b</sup>
SDM	67,74±6,68 <sup>d</sup>	266,0±9,8 <sup>b</sup>	77,22±0,23 <sup>a</sup>

\*Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

**Figura 4.2.** Ângulo de contato dos pós de manga obtidos por (a) *refractance window*; (b) *refractance window* com maltodextrina; (c) liofilização (d) *spray drying* e (e) *spray drying* com maltodextrina.



O ângulo de contato é uma medida da afinidade do material em relação à água em um primeiro contato e é uma medida inversa da molhabilidade de uma superfície, no sentido de que menores ângulos são obtidos em superfícies que são mais facilmente molháveis pelo líquido testado (Adhikari et al., 2001). Entretanto, no caso da análise realizada

nesse trabalho, os resultados devem ser utilizados com menor rigor, sendo um indicativo da afinidade dos pós com a água, visto as limitações de se fazer testes como esses em superfícies rugosas. Segundo Wolansky e Marmur (1999), a teoria do ângulo de contato em superfícies rugosas envolve uma dificuldade conceitual e um problema matemático. Por isso, nesse caso, essa análise será utilizada como um complemento da análise de tempo de dispersão dos pós.

Conforme se pode observar na Figura 4.2e nos dados apresentados na Tabela 41, os maiores ângulos de contato foram observados nos pós de manga com maltodextrina, secos por *refractance window* por *spray drying*, principalmente devido à maltodextrina ser um material com baixa higroscopicidade.

Por outro lado, a presença do agente carreador não influenciou nos resultados de tempo de dispersão dos pós em água, apenas quando foi utilizado no processo por *spray drying*, sendo o menor tempo de dispersão observado para o pó RWM e o maior para o pó SDM. Para a análise do tempo de dispersão devem-se considerar aspectos complementares, como a massa específica aparente, morfologia e o tamanho das partículas. Quanto maior a massa específica aparente do leito de partículas mais facilitada é a penetração da água. Conforme os resultados apresentados no Capítulo 3, Tabela 3.5, os pós produzidos por *refractance window* foram os que apresentaram maior massa específica aparente do leito das partículas. Associado a isto, deve-se também considerar a morfologia e o tamanho das partículas. Segundo Vissotto *et al.* (2006), partículas grandes e de forma irregular favorecem a molhabilidade, enquanto que partículas pequenas acarretam uma redução dos interstícios, prejudicando a penetração de água. De fato, as partículas que apresentaram menores tempos de dispersão em água foram as que tiveram maiores tamanhos de partícula e formatos mais irregulares – RWM, RW e FD (resultados apresentados no Capítulo 3 itens 3.2.8, 3.2.10 e 0). Os pós de manga SD e SDM apresentaram formatos esféricos e menores tamanhos de partícula, o que leva a menor área de contato para a interação com a água. De todas as características apresentadas, segundo Hoge Kamp e Schubert (2003), o tamanho das partículas é um dos parâmetros que mais influencia na molhabilidade de um material em pó. Este é um dos motivos da aplicação do processo de aglomeração para partículas muito finas de pós. Dacanal e Menegalli (2010) estudaram o processo de aglomeração da proteína isolada de soja em pó produzida por *spray drying*. Os autores relataram que o tempo de dispersão dos pós que não sofreram o processo de aglomeração foi

superior a 5 minutos (tamanho médio das partículas 80,1  $\mu\text{m}$ ) enquanto os pós que foram aglomerados apresentaram tempos de dispersão inferiores a 4 segundos (243,3  $\mu\text{m}$ ).

Outra etapa importante do processo de reidratação, para avaliar seu comportamento em uma solução aquosa, é a dissolução dos pós no meio líquido, caso as partículas sejam solúveis (solubilidade) (Forny et al., 2011; Caparino et al., 2012). Apesar de apresentarem algumas diferenças estatísticas, os valores de solubilidade dos pós de manga foram similares e superiores a 75%. Os pós mais solúveis foram o liofilizado e o produzido por *refractance window* sem maltodextrina. Segundo Caparino et al. (2012), os pós que durante a secagem apresentam maior grau de desorganização macromolecular são os que apresentam maior solubilidade. No caso, os autores observaram que pós de manga produzidos por *drum drying* apresentaram solubilidade de aproximadamente 94%. Os autores também destacaram o papel da maltodextrina no aumento da solubilidade de pós de manga produzidos por *spray drying* (solubilidade próxima a 95%). Cano-Chauca et al. (2005) também estudando a influência de diferentes agentes carreadores na secagem de polpa de manga por *spray drying*, concluíram que a maltodextrina contribuiu para o aumento da solubilidade dos pós de manga. No presente estudo não foi observada uma relação entre o aumento da solubilidade devido à presença de maltodextrina, possivelmente devido à baixa concentração desse agente carreador.

#### 4.3.2 Cor

Na Tabela 4.2 estão apresentados os parâmetros de cor da polpa de manga com e sem maltodextrina e das polpas reconstituídas a partir dos pós de manga secos por diferentes processos de secagem.

**Tabela 4.2.** Parâmetros de cor das polpas de manga reconstituídas obtidas por diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina.

Amostra	L*	a*	b*	$\Delta E$	
				Em relação à polpa de manga	Em relação à polpa de manga com maltodextrina
Polpa de manga	42.37±0.21 <sup>e</sup>	2.71±0.07 <sup>f</sup>	44.12±1.02 <sup>b</sup>	-	-
Polpa de manga com maltodextrina	38.51±0.21 <sup>a</sup>	1.57±0.09 <sup>a</sup>	40.50±0.37 <sup>a</sup>	5.45	-
Reconstituído RW	37.73±0.52 <sup>c</sup>	2.22±0.31 <sup>c</sup>	36.42±0.68 <sup>d</sup>	9.00	-
Reconstituído RWM	35.90±0.25 <sup>b</sup>	1.01±0.05 <sup>c</sup>	32.65±0.71 <sup>c</sup>	13.28	8.26
Reconstituído FD	43.01±0.24 <sup>f</sup>	1.34±0.41 <sup>d</sup>	42.6±0.92 <sup>e</sup>	2.23	-
Reconstituído SD	40.90±0.31 <sup>d</sup>	1.79±0.12 <sup>a</sup>	44.73±1.06 <sup>b</sup>	1.84	-
Reconstituído SDM	38.35±0.62 <sup>a</sup>	0.53±0.08 <sup>b</sup>	39.71±0.65 <sup>a</sup>	6.35	1.30

\* Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

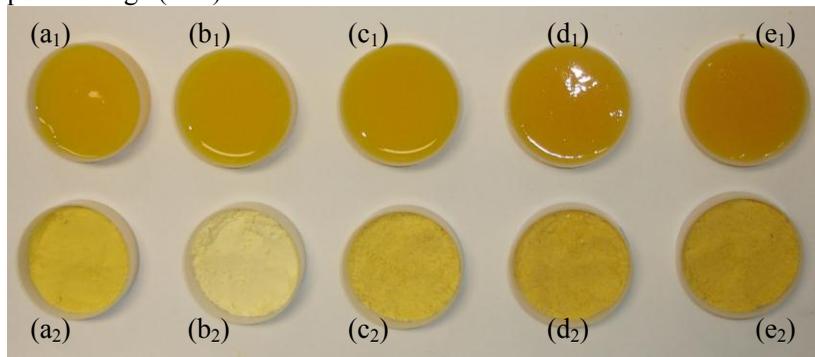
A análise individual dos parâmetros de cor é uma tarefa complicada e que pode levar a alguns equívocos. Por isso, a análise global de diferença de cor ( $\Delta E$ ) entre as polpas reconstituídas e a polpa original parece ser a mais adequada. Nesse quesito, foram analisadas: (I) diferenças globais das polpas reconstituídas em relação à polpa original; (II) diferenças das polpas reconstituídas com maltodextrina em relação à polpa com maltodextrina, visto que a adição desse agente provocou diferenças globais de cor na polpa ( $\Delta E = 5,4$  entre a polpa original e a com 5 % maltodextrina). A adição de maltodextrina reduz a intensidade da luminosidade, da tendência ao vermelho e ao amarelo. Esse fato está relacionado à coloração esbranquiçada da maltodextrina, quando adicionada à polpa, influenciando nos parâmetros  $a^*$  e  $b^*$ , reduzindo a intensidade da luminosidade devido à quantidade de sólidos que aumentam nas polpas.

O maior valor de  $\Delta E$  (nas polpas sem maltodextrina) foi observado para a polpa RW. Enquanto os menores valores foram observados nas polpas SD e FD, indicando a maior proximidade de cor com a polpa original. De fato, no processo de RW devido ao contato direto da polpa com a superfície aquecida, as reações de oxidação nos produtos são mais favorecidas do que nos demais processos avaliados. O mesmo comportamento foi observado para a polpa com maltodextrina na formulação, ou seja, a polpa RWM ( $\Delta E = 8,3$ ) apresentou maior diferença da polpa com maltodextrina do que a polpa SDM ( $\Delta E = 1,3$ ). Caparino et al. (2012) observaram para polpas de manga reconstituídas a partir dos pós secos por *refractance window*, liofilização, *spray drying*, e *drum drying*, que as maiores diferenças globais com relação a polpa foram observadas para o *drum drying* ( $\Delta E = 9,2$ ) e para o *spray drying* ( $\Delta E = 6,2$ ). As menores diferenças foram observadas para as polpas reconstituídas a partir dos pós obtidos por *refractance window* e liofilização (valores  $\Delta E < 1,6$ ). No entanto, esses autores utilizaram concentrações de maltodextrina (10DE) de 25 %, o que parece ter influenciado fortemente os parâmetros de cor da polpa reconstituída por esse pó. No presente estudo, o pó de manga seco por *spray drying* tanto com quanto sem maltodextrina apresentou coloração mais clara que os demais pós. Entretanto, as polpas reconstituídas a partir desses pós apresentaram pequenas diferenças com relação à polpa inicial. No que diz respeito aos produtos secos por *refractance window*, foram observadas diferenças de processo entre os trabalhos: no presente estudo os tempos de residência dessa polpa foram de aproximadamente 10 minutos (ver item 3.3.2) devido à espessura da camada de polpa

utilizada (2 mm), enquanto no estudo de Caparino et al. (2012) foram utilizadas espessuras das polpa de 0,5 - 0,7 mm, o que resultou em tempos de secagem próximos a 3 minutos. O aumento de 70 % no tempo de residência pode favorecer reações de oxidação devido à exposição da polpa a temperaturas mais altas.

Na Figura 4.3 estão apresentadas as fotografias das polpas de manga reconstituídas a partir dos respectivos pós.

**Figura 4.3.** Fotografia dos pós e das polpas de manga reconstituídas: (a<sub>1</sub>) polpa de manga reconstituída (FD); (a<sub>2</sub>) pó de manga FD; (b<sub>1</sub>) Polpa de manga (SDM); (b<sub>2</sub>) pó de manga (SDM); (c<sub>1</sub>) polpa de manga reconstituída (SD); (c<sub>2</sub>) pó de manga (SD); (d<sub>1</sub>) polpa de manga (RWM); (d<sub>2</sub>) pó de manga (RWM); (e<sub>2</sub>) polpa de manga reconstituída (RW) e (e<sub>1</sub>) pó de manga (RW).



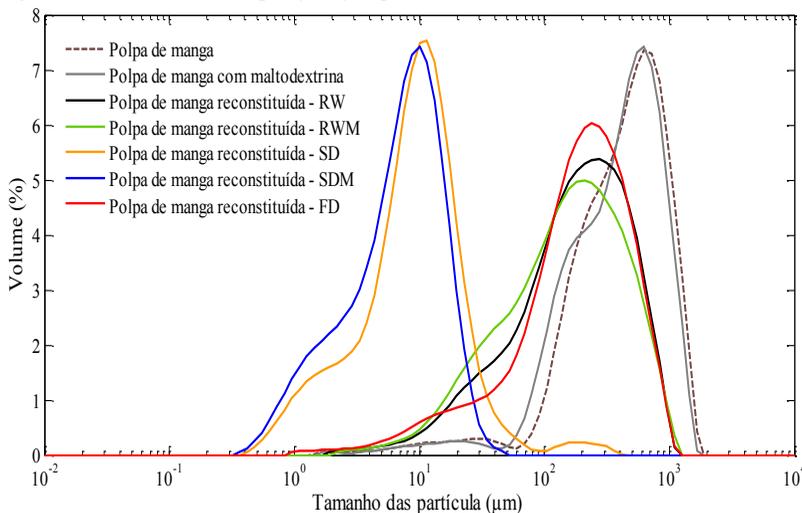
Observa-se nas imagens apresentadas na Figura 4.3 que, apesar de serem observadas diferenças nas cores dos pós de manga, e nos parâmetros de cor apresentados na Tabela 4.2, visualmente as polpas reconstituídas apresentaram coloração bastante semelhante à polpa original. Esse resultado é bastante importante, uma vez que o aspecto visual é um fator preponderante para a escolha do produto pelo consumidor.

#### 4.3.3 Distribuição do tamanho das partículas das polpas reconstituídas

Na Figura 4.4 está apresentada a distribuição de tamanho das partículas de polpa de manga original, com 5 % de maltodextrina e das

polpas reconstituídas a partir dos pós de manga obtidos pelos diferentes processos de secagem.

**Figura 4.4.** Distribuição de tamanho de partículas da polpa de manga; polpa de manga com 5 % de maltodextrina, e das polpas reconstituídas a partir dos pós de mangas secos por *refractance window*, liofilização e *spray drying*, e da polpa com 5% com maltodextrina seca por *refractance window* e *spray drying*.



As curvas observadas na Figura 4.4 indicam que a polpa de manga original e com maltodextrina apresentaram uma distribuição de tamanho de partícula similar e um comportamento bimodal. Nesse caso, observa-se partículas de tamanho entre 3 e 45 μm que representaram o menor volume da população das partículas, e o maior volume de partículas está concentrada na faixa entre 60 e 1660 μm.

Com relação ao tamanho das partículas das polpas reconstituídas a partir dos pós, é possível observar que os pós obtidos por *refractance window* (com e sem maltodextrina) e por liofilização apresentaram distribuição semelhante. A amplitude de tamanhos dessas polpas foram entre 5 e 1096 μm. Por outro lado, as polpas reconstituídas a partir dos pós produzidos por *spray drying* (com e sem maltodextrina) apresentaram partículas de menor tamanho, no intervalo próximo de 0,4 a 60 μm. A distribuição dos tamanhos de partículas também é um parâmetro que influencia consideravelmente a viscosidade. Segundo Barnes et al. (1989) pode se modificar a viscosidade aparente mantendo

a mesma quantidade de sólidos, somente com alterações na distribuição do tamanho das partículas.

Na Tabela 4.3 estão apresentados os valores do diâmetro médio D[4,3] para as polpas de manga com e sem maltodextrina e reconstituída a partir dos pós obtidos por diferentes processos de secagem.

**Tabela 4.3.** Valores do diâmetro médio dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem.

<b>Amostra</b>	<b>Diâmetro médio D[4,3] (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Polpa de manga	492,34 $\pm$ 16,77 <sup>c</sup>
Polpa de manga com maltodextrina	498,00 $\pm$ 23,02 <sup>c</sup>
Polpa de manga reconstituída – (RW)	268,24 $\pm$ 18,79 <sup>b</sup>
Polpa reconstituída – (RWM)	239,61 $\pm$ 12,64 <sup>d</sup>
Polpa reconstituída – (FD)	267,95 $\pm$ 5,72 <sup>b</sup>
Polpa reconstituída – (SD)	16,76 $\pm$ 2,07 <sup>a</sup>
Polpa reconstituída – (SDM)	9,70 $\pm$ 1,07 <sup>a</sup>

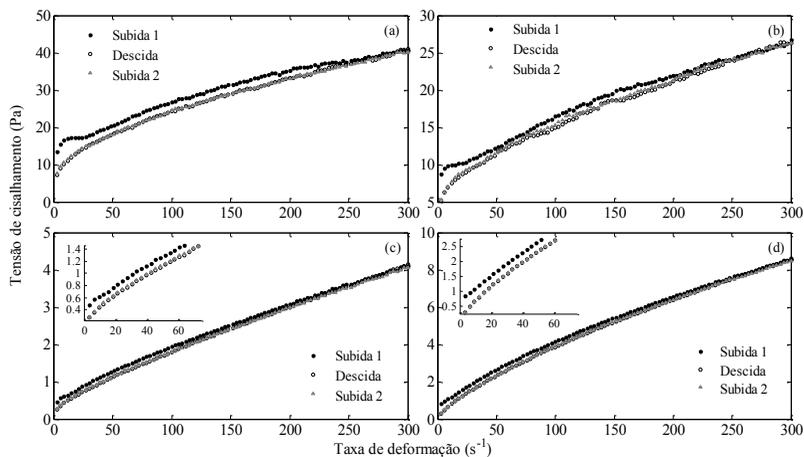
\* Letras diferentes indicam diferença estatisticamente significativa entre as amostras produzidas a partir de diferentes processos de secagem com e sem a presença de maltodextrina ( $p \leq 0,10$ ).

As polpas originais, com e sem maltodextrina na formulação não apresentaram diferença significativa no tamanho médio, o mesmo aconteceu entre as polpas reconstituídas a partir dos pós produzidos por *spray drying* (SD e SDM) que apresentaram tamanhos consideravelmente inferiores as demais polpas. Por fim, apesar da polpa (RWM) ter apresentado diferença significativa no tamanho médio em relação às polpas (RW) e (FD), a amplitude de distribuição dessas polpas foi bastante próxima, e os valores não diferiram muito. Esse resultado era esperado, uma vez que na distribuição de tamanho dos pós referentes a estes processos, é possível observar que eles apresentaram uma amplitude de tamanho similar (ver Figura 3.3).

#### 4.3.4 Reologia

Na Figura 4.5 estão apresentadas as curvas de escoamento das polpas que apresentaram comportamento tixotrópico, que foram: a polpa de manga original, com maltodextrina e das reconstituídas a partir dos pós de manga produzidos por *spray drying* com e sem a presença de maltodextrina (SD e SDM).

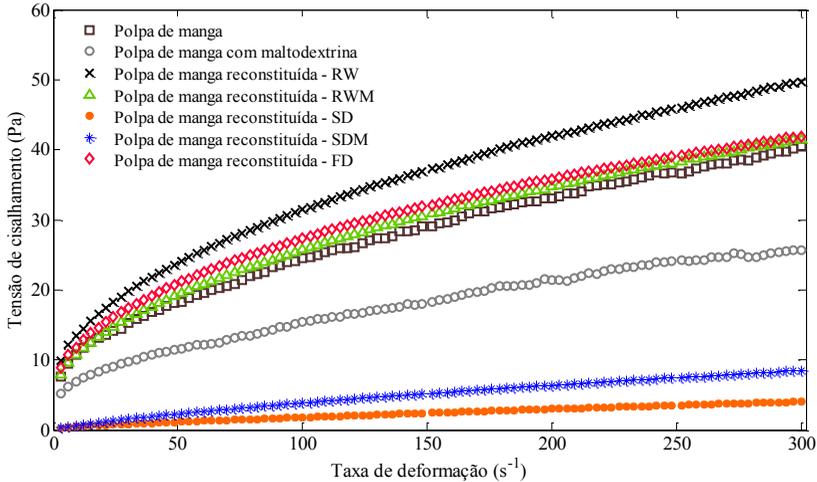
**Figura 4.5.** Curvas de escoamento: (a) polpa de manga original; (b) polpa de manga com maltodextrina; (c) polpa de manga reconstituída a partir do pó produzido por *spray drying* (SD); (d) polpa de manga com maltodextrina reconstituída a partir do pó produzido por *spray drying* (SDM).



Os fluidos tixotrópicos são aqueles em que a viscosidade aparente diminui à medida que a taxa de deformação e o tempo de cisalhamento aumentam, devido à orientação das moléculas na direção do escoamento e à quebra de agregados, que tornam a resistência ao movimento cada vez menor (Fellows, 2000; Chen e Mujumbar, 2008). Esse comportamento é característico da maioria dos cremes, pastas de frutas e vegetais, condimentos como ketchup e mostarda (Barbosa-Cánovas et al., 1993; Fellows, 2000; Choi e Yoo, 2004). Nas Figura 4.5 é possível observar que para em todos os casos, o último ciclo de cisalhamento (Subida 2) coincidiu com o ciclo anterior (Descida), indicando que a tixotropia do sistema foi eliminada após a primeira rampa de tensão de cisalhamento.

Na Figura 4.6 estão apresentadas as curvas de escoamento (tensão de cisalhamento vs. taxa de deformação) correspondentes à Subida 2, obtidas para as polpas de manga com e sem maltodextrina e para as reconstituídas a partir dos pós produzidos por *spray drying*, *refractance window* e liofilização.

**Figura 4.6.** Curvas de escoamento da polpa de manga com e sem maltodextrina e das polpas reconstituídas a partir dos pós de manga produzidos por diferentes processos de secagem.



O modelo de Herschel-Bulkley foi ajustado às curvas de escoamento, e os parâmetros médios (resultados da triplicata experimental de análise) obtidos para as diferentes polpas de manga estudadas podem ser observados na Tabela 4.4

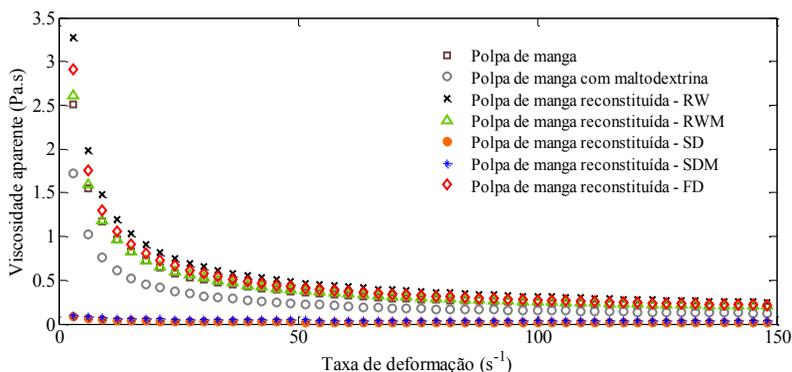
**Tabela 4.4.** Parâmetros do modelo de Herschel-Bulkley para as polpas de manga.

Amostra	$\sigma_0$ (Pa)	$k$ (Pa.s <sup>n</sup> )	$n$	$R^2$
Polpa de manga	5,8±0,5	1,44±0,16	0,56±0,01	0,99
Polpa de manga com maltodextrina	4,4±0,5	0,64±0,09	0,61±0,02	0,99
Polpa de manga reconstituída - RW	4,0±0,2	3,24±0,07	0,46±0,01	0,99
Polpa de manga reconstituída - RWM	3,3±0,3	2,32±0,10	0,48±0,01	0,99
Polpa de manga reconstituída - FD	3,2±0,9	3,41±0,34	0,43±0,02	0,99
Polpa de manga reconstituída - SD	0,2±0,1	0,03±0,01	0,80±0,01	0,99
Polpa de manga reconstituída - SDM	0	0,14±0,01	0,71±0,01	0,99

Observa-se pelos dados apresentados na Tabela 4.4 que o modelo se ajustou bem aos dados experimentais para todas as polpas. Com relação ao índice de comportamento ( $n$ ), os valores observados foram inferiores a 1, o que significa que as polpas apresentam o comportamento pseudo-plástico. O valor do índice de consistência indica o grau de resistência do fluido diante escoamento. Quanto maior o valor de  $k$ , mais consistente será o fluido. Segundo os dados apresentados na Tabela 4.4, os maiores valores desse parâmetro foram observados para as polpas reconstituídas a partir dos pós produzidos por *refractance window* (RW e RWM) e por liofilização, enquanto as polpas produzidas por *spray drying* apresentaram valores de  $k$  inferiores a 0,15. De fato, durante o processo de reidratação desses pós, foi possível observar visualmente as diferenças de consistência dessas polpas em relação às demais.

Na Figura 4.7 estão apresentadas as curvas de viscosidade aparente em função da taxa de deformação das polpas de manga.

**Figura 4.7.** Viscosidade aparente em função da taxa de deformação, para polpa de manga com e sem maltodextrina, e das polpas reconstituídas a partir dos pós produzidos por diferentes processos de secagem



De forma geral, observou-se que para baixas taxas de deformação ocorreu uma redução na viscosidade aparente com o aumento na taxa de deformação, sendo que a altas taxas, a viscosidade aparente tende à estabilidade, confirmando o comportamento pseudo-plásticos das amostras. A polpa mais viscosa foi a reconstituída a partir do pó seco por *refractance window*, seguida da liofilizada. A polpa

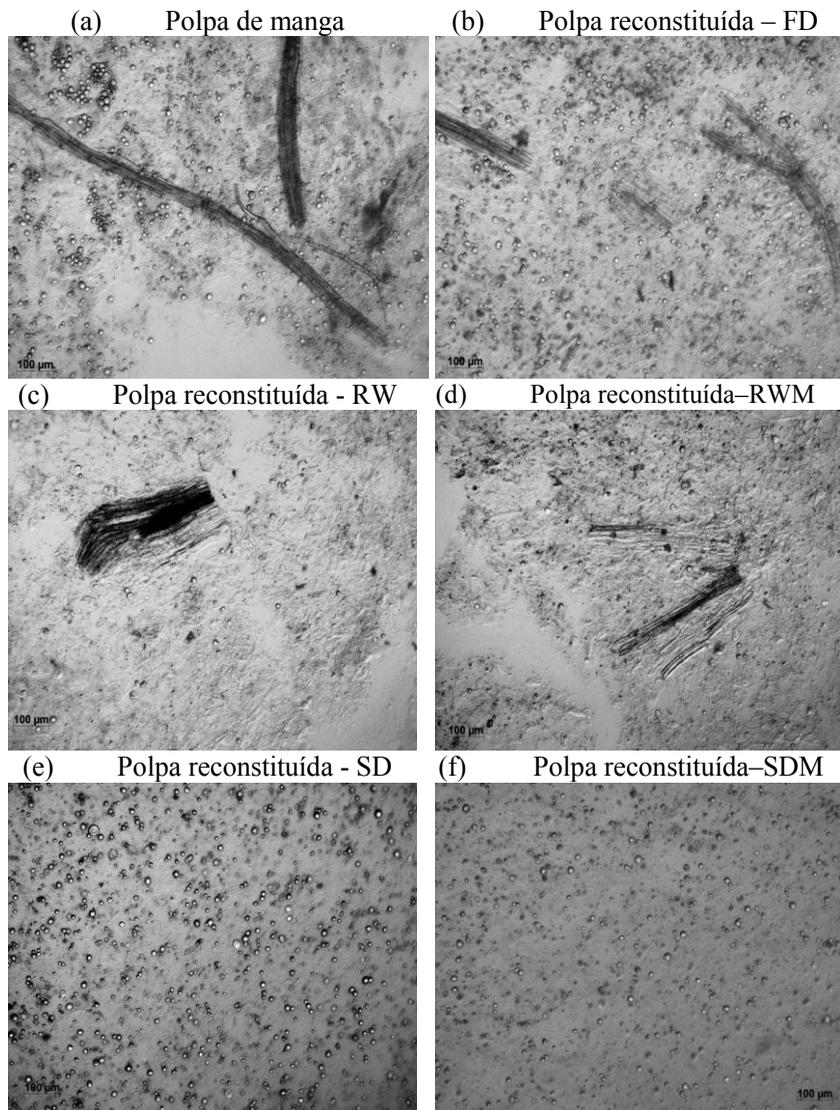
original e a polpa reconstituída a partir do pó RWM apresentaram viscosidade similar. Por fim, as menores viscosidades aparentes foram observadas para as polpas reconstituídas a partir dos pós SD e SDM. Visualmente essas polpas apresentaram consistência mais líquida do que as demais (com aparência de um suco de manga diluído).

Em modelos não-newtonianos, os parâmetros obtidos pelo ajuste do modelo de Herschel-Bulkley podem ser relacionados a diferentes aspectos da distribuição do tamanho de partículas (Servais et al., 2002). A tensão residual e viscosidade aparente de uma suspensão de partículas celulares são fortemente afetadas por fatores como volume, forma e irregularidade das partículas (Sato, 2005). Por isso, as diferenças reológicas observadas entre as polpas reconstituídas a partir de diferentes processos de secagem, estão relacionadas com o tamanho das partículas das suspensões e as diferenças morfológicas observadas nos pós de manga (ver microscopias apresentadas nas Figuras 3.4 e 3.5). Pelos dados de tensão residual, apresentados na Tabela 4.4, e das distribuições de tamanho das partículas apresentada na Figura 4.4 observa-se a relação entre o aumento da tensão residual com o aumento do tamanho das partículas. Na distribuição de tamanho das partículas, observam-se três volumes de distribuição principais: (I) das polpas de manga com e sem maltodextrina; (II) das polpas reconstituídas a partir dos pós obtidos por RW e FDe (III) com tamanhos inferiores as demais polpas, as reconstituídas a partir dos pós produzidos no *spray drying*.

Além disso, é preciso considerar que as polpas reconstituídas a partir dos pós que foram submetidas ao processo de moagem possuem uma maior contribuição de fibras em relação às polpas que sofreram atomização, o que pode também ter favorecido as diferenças de consistência observadas.

Na Figura 4.8 estão apresentadas as fotomicrografias registradas utilizando um microscópio óptico das amostras de polpa de mangas.

**Figura 4.8.** Microscopia óptica das polpas de manga: (a) original; e reconstituídas a partir dos pós produzidos por diferentes processos de secagem: (b) liofilização (FD); (c) *refractance window* (RW); (d) *refractance window* com maltodextrina (RWM); (e) *spray drying* (SD); (f) *spray drying* com maltodextrina; imagens com aumento de 100x.



Pela análise das imagens observa-se que as polpas original e as reconstituídas a partir dos pós RW, RWM e FD apresentaram filamentos, similares aos observados nas imagens de microscopia dos pós dispersos em glicerol (ver Figura 3.5). Esses filamentos são indicativos de fibras remanescentes. Por outro lado, esses filamentos não foram observados nas polpas reconstituídas a partir dos pós produzidos por *spray drying* (SD e SDM). Nesses casos, observou-se uma homogeneidade da solução. Essas diferenças estruturais contribuem para os resultados reológicos observados.

#### 4.4 Considerações finais

Os resultados obtidos nesse capítulo demonstraram que os diferentes processos de secagem influenciam na característica de reidratação dos pós de manga, principalmente devido às diferenças físico-químicas dos pós. As análises de ângulo de contato e tempo de dispersão forneceram informações que se complementaram quanto ao comportamento dos pós em contato com a água, sendo que de forma geral os pós produzidos pelos diferentes processos apresentaram boas propriedades instantâneas (ângulos de contato inferiores a 90° e baixos tempos de dispersão) e a solubilidade superior a 75 %.

Todas as polpas reconstituídas apresentaram um comportamento pseudo-plástico, entretanto as que foram produzidas a partir dos pós RW e FD apresentaram mais acentuadamente essa característica, sendo o comportamento reológico dessas polpas mais próximo ao da polpa de manga original. As polpas de manga reconstituídas a partir dos pós produzidos por *spray drying* apresentaram característica menos consistente, sendo um indicativo de utilização como suco.

Devido à falta de informações sobre o comportamento reológico de polpas de frutas reconstituídas a partir de pós, os resultados obtidos nesse estudo são úteis em processos industriais para determinar os processos de secagem que devem ser utilizados para a obtenção de produtos com características específicas.

#### 4.5 Referências bibliográficas

Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B.R., and Truong, V. (2001). Stickiness in foods: A review of mechanisms and test methods. *Int Journal of Food Properties*, **4**, 1–33.

- Barbosa-Cánovas, G.V; Ibarz, A.; Peleg, M. (1993). Propriedades reológicas de alimentos fluidos. *Revision. Alimentaria*, n. 241, p.39-49.
- Bardana, C., El-Omri, A. F. (2009). Viscometric behavior of reconstituted tomato concentrate. *Food Bioprocess Technology*, doi:10.1007/s11947-009-0270-3.
- Barnes, H. A., Hutton, J. F., Walters, K. (1989). *An introduction to Rheology*. Amsterdam: Elsevier Science Publishers.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 5 (4), 420–428.
- Caparino, O. A., Tang, J., Nindo, C. I., Sablani, S. S., Powers, J. R., & Fellman, J. K. (2012). Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. *Journal of Food Engineering*, 11, 135-148.
- Chen, X. D., Mujumdar, A. S. (2008). *Drying Technologies in Food Processing*. 1 ed. Blackwell Publishing Ltd.
- Choi, Y. H.; Yoo, B. (2004). Characterization of time-dependent flow properties of food suspensions. *International Journal of Food Science and Technology*, v.39, 801-805.
- Dacanal, G.C. (2005). *Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leite fluidizado*. Campinas, 2005. 112p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- Dacanal, G. C., Menegalli, F. C. (2010). Selection of operational parameters for the production of instant soy protein isolate by pulsed bed agglomeration. *Power Technology*, 203, 3, pp. 565-573.
- Fellows, P. (2000). *Food Processing Technology Principles and Practice*. 2 ed. CRC Press LLC, Boca Raton – USA. .

Forny, L., Marabi, A., Palzer, S. (2011). Wetting, disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders. *Powder technology*, 206, 72-78.

Hogekamp, S., Schubert, H. (2003). Rehydration of Food Powders. *Food Science Technology International*, 9, 3, 223-235.

Sato, A. C. K. (2005). Influência do tamanho de partículas no comportamento reológico da polpa de jaboticaba. Campinas, 73p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

Servais, C.; Jones, R.; Roberts, I. (2002). The influence of particle size distribution on the processing of food. *Journal of Food Engineering*, v.51, p.201-208.

Steffe, J. F. (1996). Rheological methods in food process engineering. Michigan: Freeman Press, 2a ed, 418p.

Wolansky, G., Marmur, A. (1999). Apparent contact angles on rough surfaces: the Wenzel equation revisited. *Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 156, pp. 381-388.

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

## CONCLUSÕES FINAIS

---

O desenvolvimento de processos para a industrialização de frutas e vegetais é muito importante para a indústria de alimentos. E nesse sentido, os resultados obtidos nesse trabalho tem relevância tecnológica e podem contribuir para o avanço das indústrias que processam esse tipo de matéria-prima. Baseado nas considerações finais de cada capítulo as conclusões finais que podem ser destacadas desse trabalho são:

- O dispositivo experimental construído (*refractance window* em batelada) permitiu estudar o processo de secagem de polpa de manga e a influência das condições de processo (temperatura da água e espessura da polpa) na secagem.
- O filme de poliéster (*mylar*) utilizado na secagem por *refractance window* é semitransparente à radiação infravermelha, sugerindo que esse processo de secagem, de fato conta com uma contribuição dessa energia. Entretanto, são necessários mais estudos para mensurar a parcela exata com que a radiação e a condução contribuem para o processo de secagem por *refractance window*, como por exemplo mensurando a condutividade térmica do *mylar* transparente e do pintado com tinta preta.
- A temperatura da água e a espessura da camada de polpa influenciam significativamente na cinética de secagem por *refractance window*.
- O produto final obtido pela secagem por *refractance window* apresenta qualidade comparável com os processos de secagem tradicionais utilizados.
- A produção de manga desidratada em pó sem a adição de agentes carreadores é possível, inclusive por *spray drying*. Entretanto, nesta condição é necessário que o produto seja acondicionado em condições ideais (baixas umidades relativas e temperaturas) e o uso de embalagens de alta barreira para que sejam evitados que fenômenos indesejáveis ocorram, como início de pegajosidade.

- Os diferentes processos de secagem avaliados nesse estudo contribuem para que os pós tenham características físico-químicas diferentes. Essas características influenciam na reidratação e no comportamento reológico das polpas reconstituídas. Apesar de todas as polpas reconstituídas apresentarem comportamento pseudo-plástico, as que foram reconstituídas a partir dos pós produzidos por *spray drying* apresentaram característica menos consistente (mais líquida) em comparação às demais polpas reconstituídas. Assim sendo, as características do produto final podem ser um indicativo do processo de secagem a ser empregado para determinados produtos, uma vez que todos os processos de secagem avaliados apresentam-se como tecnologias promissoras para a secagem e produção de frutas desidratadas em pó.

## PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

---

- Estudar a secagem de outros produtos como banana, pimentão, beterraba por *refractance window*;
- Investigar o efeito de pré-tratamentos na polpa (utilizando, por exemplo, ultrassom) no tempo de secagem e nas características físicas e microestruturais dos pós.
- Investigar a possibilidade da utilização de outras fontes de aquecimento e/ou de radiação no processo por *refractance window*, bem como outros materiais que sejam transparentes a radiação infravermelha, como o polietileno;
- No processo de secagem por *refractance window* o primeiro produto que se obtém na secagem da manga é um *filme* de manga, que é moído para a obtenção do pó. O filme de manga pode ser um produto alternativo ao pó e que pode ser usado em pratos gastronômicos, bem como para o recobrimento de outros alimentos, como uma barreira. Nesse sentido, seria de grande interesse o estudo das propriedades e dos usos dos filmes de manga produzidos por *refractance window*;
- Avaliar condições experimentais durante a secagem por *refractance window* que favoreçam a preservação de compostos de interesse, como os carotenoides na manga;
- Avaliar a estabilidade dos compostos de interesse (como os carotenoides) em função do tempo no pó e na polpa reconstituída;
- Avaliar a aceitabilidade das polpas reidratadas pelos consumidores através de análise sensorial;
- Aplicar o pó de manga e a polpa reconstituída a partir do pó como ingrediente de outros produtos como iogurtes, sorvetes, bolos, etc. e avaliar a estabilidade e a biodisponibilidade dos nutrientes de interesse nestes produtos.