



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

Estudo do processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo (PVOD) para manga

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas para a obtenção do título de doutor em Engenharia de Alimentos.

Ana Paula Ito

Mestre em Engenharia Agrícola

Orientadora: Profa. Dra. Miriam Dupas Hubinger

Co-orientador: Prof. Dr. Kil Jin Park

Campinas
Junho de 2007

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

It6e Ito, Ana Paula
Estudo do processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo (PVOD) de fatias de manga / Ana Paula Ito. – Campinas, SP: [s.n.], 2007.

Orientador: Miriam Dupas Hubinger
Co-orientador: Kil Jin Park
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1. Manga. 2. Alimentos - Textura. 3. Difusividade efetiva.
4. Desidratação osmótica. 5. Superfície de resposta –
Metodologia. I. Hubinger, Miriam Dupas. II. Park, Kil Jin III.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia
de Alimentos. IV. Título.

Título em inglês: Study of mango slices pulsed vacuum osmotic dehydration (PVOD)

Palavras-chave em inglês (Keywords): Mango, Texture, Effective diffusivity, Osmotic dehydration, Response surface methodology

Titulação: Doutor em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora: Miriam Dupas Hubinger

Alessandra Faria Baroni

Ana Lúcia Gabas

Flávio Luis Schmidt

Leila Mendes Pereira

Valdecir Luccas

Programa de Pós-Graduação: Programa em Engenharia de Alimentos

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Miriam Dupas Hubinger

(Orientadora) - DEA/FEA/UNICAMP

Profa. Dra. Alessandra Faria Baroni

(Membro) – IMT/Escola de Engenharia Mauá

Profa. Dra. Ana Lúcia Gabas

(Membro) - FZEA/USP

Prof. Dr. Flávio Luis Schmidt

(Membro) - DTA/FEA/UNICAMP

Profa. Dra. Leila Mendes Pereira

(Membro) - DEA/FEA/UNICAMP

Prof. Dr. Valdecir Luccas

(Membro) – Cereal Chocotec/ITAL

*Da Índia a manga se originou
Floresceu como a poesia
E lá na África encantou
Pôs na boca um gosto de alegria
E foi a primeira vez que o colono português
No Brasil veio plantar
O fruto macio seduziu o meu Rio
Chegou para ficar...
Sente oh! Linda lua
O aroma que flutua
E que me faz sonhar
Tem manga rosa
Eu vou provar
Cheiro e magia
Bailam no ar*

do samba-enredo de 1993 da Estação Primeira de Mangueira: “Dessa fruta eu como até o caroço”
(Bira do Ponto, Eraldo Caê, Verinha, Dirceu, Preto, Fernando Lima, Gustavo e Ney Mattos)

*Dedico este trabalho aos meus pais
e as minhas irmãs Danielle e Vanessa,
família querida, com o meu agradecimento e respeito.*

*Ao Marcelo, amor da minha vida,
com todo meu carinho, amor e admiração.*

AGRADECIMENTOS

Aos meus queridos pais Mario e Thereza pela coragem que transmitem, pelos exemplos que são, pelo apoio e compreensão em todos os momentos.

Às minhas queridas irmãs Danielle e Vanessa pela amizade maravilhosa, apoio e companheirismo de sempre.

Ao meu querido Marcelo por ser uma pessoa linda e maravilhosa, que sempre me incentiva carinhosamente, com quem divido as angústias e a felicidade, que possui uma imensa paciência e compreensão e, mais do que tudo, pelo amor maior do mundo, sem o qual esse trabalho não seria possível.

À Profa. Dra. Miriam Dupas Hubinger pela orientação, compreensão nas falhas, elogios nos acertos, pela amizade, carinho e generosidade nos momentos mais necessários.

Ao Prof. Dr. Kil Jin Park pela orientação, inspiração, conselhos e incentivos, enorme paciência, imenso coração e, principalmente, pela sua amizade.

À banca, composta pelos professores Dra. Alessandra Faria Baroni, Dra. Ana Lúcia Gabas, Dr. Flávio Schmidt, Dra Leila Mendes Pereira e Dr. Valdecir Luccas, que através de suas valiosas sugestões, contribuíram para o enriquecimento do trabalho.

À Profa. Dra. Sandra Maria Carmello-Guerreiro pela colaboração na realização das análises de microscopia e por sua imensa simpatia e disposição.

Ao CNPq e a Capes pela concessão da bolsa de doutorado. À Fapesp, CNPq e Capes pelo suporte financeiro.

Ao Departamento de Engenharia de Alimentos pela oportunidade da realização do excelente curso de Doutorado.

Ao DEPAN por autorizar a utilização do Laboratório de Análise Sensorial e do colorímetro. Ao DTA por autorizar a utilização do colorímetro.

À Joyce, técnica do LEP, pela ajuda nas análises químicas. À dona Ana e à dona Castorina por manterem o laboratório sempre limpo e organizado.

A todos os funcionários, técnicos e alunos dos laboratórios pelo auxílio prestado.

À secretaria de pós-graduação, em especial ao Cosme, pela ajuda e prestatividade.

Ao pessoal do CI, sempre dispostos a nos visitar na sala 28 e arrumar as panes computacionais.

Ao David pelas dicas e pela paciência para ensinar a utilizar o equipamento.

Às alunas de Iniciação Científica, Cinthya e Marina, pela grande ajuda na parte experimental, pelo aprendizado e, principalmente, pela amizade.

À ong HC pelo aprendizado do espírito da ajuda voluntária, cooperação e gratidão.

Às queridas F amigas Cristhiane, Louise e Renata, companheiras de lab, orientadora, sala 28, HC, almoços, Água Doce, fofocas, risadas e, principalmente, do café.

À amiga Crisele por ser Super C, pelos momentos L, pelas super ajudas com os dados e com as traduções, invenções malucas e, claro, momentos de crise.

À amiga Rê, por revisar a tese, ajudando a repensar os resultados do planejamento e pelo apoio nos momentos mais revoltantes da vida.

À minha irmãzinha de mão Lou, leitora assídua deste trabalho, sempre disposta a ajudar e incentivar.

À amiga Márcia pelas caretas☺, por seus conceitos estatísticos, por fazer de Curitiba um lugar especial, pelo companheirismo e amizade.

À amiga Leila pela sua seriedade e franqueza, grande ajuda, principalmente na análise estrutural, pelos dias passados no México, pelo carinho e pela amizade.

Aos colegas, amigos e agregados da Sala 28, LEP e DEA (Lizi, Fezinha, Lílian, Ana Braga, PP, Giba, Aninha, Angelo, Fabi, Gra, Marcela, Carol....) pelos momentos compartilhados durante o trabalho e nas folgas, ajuda na análise sensorial e pela amizade.

Aos amigos da FEAGRI Rafael, Anna, Ju, Thiago, ... pela amizade, carinho e disposição.

Aos amigos da BSGI Silvia, Itaraju, Victor, Urubatan.... pelos incentivos para superar os obstáculos, pela seriedade e coragem para alcançar os objetivos, pela amizade.

A todos os meus amigos por partilharem comigo as alegrias e angústias, decepções e surpresas, por agüentarem as minhas reclamações e, por vezes, acharem lindo o que eu faço, apesar de não entenderem nada ou muito pouco.

E a todos que contribuíram para que esse trabalho fosse realizado.

SUMÁRIO

<i>Lista de figuras</i>	<i>xi</i>
<i>Lista de tabelas</i>	<i>xiv</i>
<i>Nomenclatura</i>	<i>xvii</i>
<i>Resumo</i>	<i>xx</i>
<i>Abstract</i>	<i>xxi</i>
1 Introdução	1
2 Revisão Bibliográfica	4
2.1 Manga	4
2.2 Desidratação osmótica	8
2.2.1 Desidratação osmótica a pulso de vácuo	10
2.2.2 Agente desidratante e concentração da solução osmótica	14
2.2.3 Temperatura	16
2.2.4 Agitação	17
2.2.5 Modelo difusional	18
2.2.6 Contribuição do mecanismo hidrodinâmico na difusividade efetiva	21
2.2.7 Antecedentes da desidratação osmótica de manga	24
2.3 Aspectos de qualidade dos alimentos processados	25
2.3.1 Textura, parâmetros reológicos e de cor	26
2.3.2 Análise sensorial	28
2.3.3 Carotenóides	29
2.3.4 Avaliação Estrutural: Microscopia	31
3 Material e métodos	33
3.1 Material	33
3.2 Equipamento	33
3.3 Métodos	35
3.3.1 Caracterização da matéria-prima	35
3.3.2 Preparo da matéria-prima	35
3.3.3 Preparo da solução osmótica	36
3.3.4 Desidratação osmótica	36

3.3.5 Planejamento experimental	38
3.3.6 Caracterização do produto obtido na condição otimizada do processo	42
3.3.7 Cinética do processo da condição otimizada	42
3.3.8 Modelagem matemática: coeficientes de difusão	42
3.3.9 Fração volumétrica de líquido impregnada no interior dos poros	45
3.3.10 Perfil de concentração	46
3.3.11 Microscopia ótica	46
3.3.12 Análise sensorial	47
3.3.13 Determinações analíticas	48
3.3.14 Propriedades reológicas: tensão e deformação na ruptura	51
3.3.15 Avaliação de cor instrumental	52
3.4 Análise Estatística	53
4 Resultados e Discussão	54
4.1 Caracterização da matéria-prima	54
4.2 Planejamento experimental fracionário 2⁵⁻¹	56
4.2.1 Perda de peso e perda de água	57
4.2.2 Ganho de sólidos	59
4.2.3 Atividade de água	61
4.2.4 Coeficientes de difusividade efetiva	62
4.2.5 Considerações finais sobre o planejamento fatorial fracionário	69
4.3 Planejamento experimental fatorial 2³ completo	71
4.3.1 Perda de peso, perda de água e ganho de sólidos	72
4.3.2 Ganho de sólidos	79
4.3.3 Atividade de água	84
4.3.4 Coeficientes de difusividade efetiva	87
4.3.5 Propriedades reológicas: tensão e deformação na ruptura	94
4.3.6 Considerações finais e otimização do processo	104
4.3.7 Validação dos modelos obtidos no planejamento experimental	106
4.4 Caracterização do produto	110
4.5 Cinética da tensão e deformação na ruptura na condição otimizada	114
4.6 Análise sensorial	116
4.7 Avaliação Estrutural Através de Ensaios de Microscopia	119
4.8 Determinação dos coeficientes de transferência de massa	121

4.9	Fração volumétrica impregnada com solução isotônica	129
4.10	Perfil de concentração	131
5	<i>Conclusões</i>	133
6	<i>Sugestões para trabalhos futuros</i>	135
7	<i>Bibliografia</i>	136
8	<i>Apêndice</i>	146

LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 3.1: Esquema do equipamento de desidratação osmótica a pulso de vácuo.....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 3.2: (a) guia de acrílico e manga fatiada e (b) esquematização da fatia.....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 3.3: Interior do equipamento durante o processo.....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 3.4: Ficha da análise sensorial de fatias de manga.....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 4.1: Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para perda de peso a (a) 60 minutos(b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo.....</i>	<i>59</i>
<i>Figura 4.2: Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para perda de água a (a) 60 minutos, (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo.....</i>	<i>59</i>
<i>Figura 4.3: Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para o ganho de sólidos a: (a) 60 minutos, (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo.....</i>	<i>61</i>
<i>Figura 4.4. Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para a a_w: (a) 60 minutos, (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo.....</i>	<i>62</i>
<i>Figura 4.5. Estimativa dos efeitos (valores absolutos) da difusividade efetiva de (a) água e de (b) sólidos calculada pelo Método 2.....</i>	<i>64</i>
<i>Figura 4.6. Perda de água (g de água/g de sólidos versus tempo) a diferentes temperaturas e concentrações (5 minutos e 200 mbar de aplicação de vácuo).....</i>	<i>65</i>
<i>Figura 4.7. Ganho de sólidos (g de sólidos ganhos/g de sólidos da fruta versus tempo) a diferentes temperaturas e concentrações (5 minutos e 200 mbar de aplicação de vácuo).....</i>	<i>66</i>
<i>Figura 4.8. Cinética da força direcional em função da raiz quadrada do tempo (Método 3) para diferentes temperaturas e concentrações (com 5 minutos e 200 mbar de vácuo).....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 4.9. Estimativa dos efeitos (valores absolutos) da difusividade efetiva calculada pelo Método 3.....</i>	<i>69</i>
<i>Figura 4.10: Superfícies de resposta para perda de água ao longo do tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (c) 30°C e (e) 55°Brix e 120 minutos: (b) 10 minutos de pulso de vácuo, (d) 30°C e (f) 55°Brix.....</i>	<i>77</i>
<i>Figura 4.11: Perda de água (g/100g) variando a concentração da solução (45, 55 e 65°Brix) e a temperatura (20, 30 e 40°C), em processos com 10 minutos de aplicação de vácuo.....</i>	<i>78</i>
<i>Figura 4.12: (a) Perda de água (g/100g) variando o tempo do pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos) a 30°C e 55°Brix.....</i>	<i>78</i>
<i>Figura 4.13: Superfícies de resposta para ganho de sólidos ao longo do tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (c) 30°C e (e) 55°Brix e 120 minutos: (b) 10 minutos de pulso de vácuo, (d) 30°C e (f) 55°Brix.....</i>	<i>82</i>
<i>Figura 4.14: Ganho de sólidos (g/100g) variando a concentração da solução (45, 55 e 65°Brix) e a temperatura (20, 30 e 40°C) em processos com 10 minutos de aplicação de vácuo.....</i>	<i>84</i>
<i>Figura 4.15: Ganho de sólidos (g/100g) variando o tempo do pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos) em soluções a 30°C e 55°Brix.....</i>	<i>84</i>

<i>Figura 4.16: Atividade de água durante as 5 horas de processo variando (a) temperatura, (b) concentração e (c) tempo do pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos).....</i>	<i>85</i>
<i>Figura 4.17: Superfícies de resposta para Difusividade efetiva de água a: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix</i>	<i>90</i>
<i>Figura 4.18: Superfícies de resposta para Difusividade efetiva de sólidos (Def_sólidos) a: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix.....</i>	<i>91</i>
<i>Figura 4.19: Superfícies de resposta para Difusividade efetiva a: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix</i>	<i>94</i>
<i>Figura 4.20: Variação da tensão na ruptura normalizada durante 5 horas de processo, variando-se a concentração e a temperatura, com 10 minutos de pulso de vácuo</i>	<i>99</i>
<i>Figura 4.21: Variação da tensão na ruptura normalizada durante 5 horas de processo variando-se o tempo de pulso de vácuo, em solução a 55°Brix e 30°C.....</i>	<i>99</i>
<i>Figura 4.22: Superfícies de resposta para tensão na ruptura normalizada ao tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix.....</i>	<i>101</i>
<i>Figura 4.23: Variação da deformação na ruptura durante 5 horas de processo, variando-se a concentração e a temperatura, com 10 minutos de pulso de vácuo</i>	<i>104</i>
<i>Figura 4.24: Variação da deformação na ruptura durante 5 horas de processo, variando-se o tempo de pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos), em solução a 55°Brix e 30°C</i>	<i>104</i>
<i>Figura 4.25: Curva de contorno para perda de água (120 minutos de processo) com 10 minutos de aplicação de vácuo.....</i>	<i>106</i>
<i>Figura 4.26: Curva de contorno para ganho de sólidos (120 minutos de processo) com 10 minutos de aplicação de vácuo.....</i>	<i>106</i>
<i>Figura 4.27: Cinética da perda de peso experimental e predita pelos modelos</i>	<i>108</i>
<i>Figura 4.28: Cinética da perda de água experimental e predita pelos modelos.....</i>	<i>108</i>
<i>Figura 4.29: Cinética do ganho de sólidos experimental e predita pelos modelos.....</i>	<i>109</i>
<i>Figura 4.30: Variação da tensão na ruptura normalizada durante 5 horas de processo para o processo em PVOD e DO em p. atm.</i>	<i>115</i>
<i>Figura 4.31: Variação da deformação na ruptura durante 5 horas de processo para o processo em PVOD e DO em p. atm.....</i>	<i>116</i>
<i>Figura 4.32: Resultados da Análise Sensorial</i>	<i>117</i>
<i>Figura 4.33: Microscopia óptica de mangas frescas e processadas com aumento de 10x (a, c, e, g) e com aumento de 20x (b, d, f, h).....</i>	<i>120</i>
<i>Figura 4.34: Cinética do processo de perda de umidade (g/g massa seca) de PVOD de manga para os diferentes métodos estudados</i>	<i>123</i>
<i>Figura 4.35: Cinética do processo de perda de umidade (g/g massa seca) de DO em p.atm. de manga para os diferentes métodos estudados</i>	<i>123</i>
<i>Figura 4.36: Cinética do processo de ganho de sólidos (g/g massa seca) de PVOD de manga para os diferentes métodos estudados</i>	<i>126</i>

<i>Figura 4.37: Cinética do processo de ganho de sólidos (g/g massa seca) de DO em p.atm. de manga para os diferentes métodos estudados</i>	<i>126</i>
<i>Figura 4.38: Ajuste do Método 3 para a cinética da desidratação osmótica em (a) PVOD e em (b) DO em p.atm. considerando 2 tempos de processo</i>	<i>129</i>
<i>Figura 4.39: Perda de água e ganho de sólidos ao longo da manga para amostras com (a) 1,0cm, (b) 1,5cm, (c) 2,0cm e (d) 2,5cm de espessura</i>	<i>132</i>
<i>Figura 8.1: Superfícies de resposta para perda de peso ao longo do tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (c) 30°C e (e) 55°Brix e 120 minutos: (b) 10 minutos de pulso de vácuo, (d) 30°C e (f) 55°Brix.....</i>	<i>150</i>

LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 3.1: Níveis do planejamento experimental fracionário 2^{5-1}</i>	38
<i>Tabela 3.2: Ensaios do planejamento experimental fracionário 2^{5-1}</i>	39
<i>Tabela 3.3: Níveis do planejamento experimental fatorial completo 2^3</i>	40
<i>Tabela 3.4: Ensaios do planejamento experimental 2^3</i>	41
<i>Tabela 4.1. Composição química, caracterização física e a_w da manga (Tommy Atkins var.)</i>	54
<i>Tabela 4.2: Perda de peso (PP), perda de água (PA), ganho de sólidos (GS) e a_w para os tempos 60, 120 e 300 minutos</i>	56
<i>Tabela 4.3: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a perda de peso e perda de água</i>	58
<i>Tabela 4.4: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para ganho de sólidos</i>	60
<i>Tabela 4.5: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a_w</i>	62
<i>Tabela 4.6: Difusividade efetiva de água e de solutos calculada pelo Modelo de Fick</i>	63
<i>Tabela 4.7: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a difusividade efetiva de água e de sólidos calculada pelo Método 2</i>	64
<i>Tabela 4.8: Parâmetros K_1, K_2 e difusividade efetiva pelo Método 3 considerando HDM</i>	67
<i>Tabela 4.9: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a difusividade efetiva calculada pelo Método 3</i>	69
<i>Tabela 4.10: Resultados obtidos de perda de peso (PP), perda de água (PA) e ganho de sólidos (GS) para os tempos 30, 60, 120 e 300 minutos de processo</i>	73
<i>Tabela 4.11: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de peso considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo</i>	73
<i>Tabela 4.12: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R^2) e apresentação do modelo proposto para perda de peso ao longo do processo</i>	74
<i>Tabela 4.13: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de água considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo</i>	75
<i>Tabela 4.14: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para perda de água ao longo do processo</i> 76	
<i>Tabela 4.15: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para ganho de sólidos considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo</i>	79
<i>Tabela 4.16: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para ganho de sólidos ao longo do processo</i>	80
<i>Tabela 4.17: Difusividade efetiva de água e de solutos pelo modelo de Fick</i>	87
<i>Tabela 4.18: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para difusividade efetiva de água e sólidos</i>	88
<i>Tabela 4.19: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para a difusividade efetiva de água e sólidos</i>	89
<i>Tabela 4.20: Parâmetros K_1 e K_2 e difusividade efetiva calculados pelo Método 3</i>	92

<i>Tabela 4.21: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para difusividade efetiva calculada pelo Método 3.....</i>	<i>93</i>
<i>Tabela 4.22: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para a difusividade efetiva calculada pelo Método 3.....</i>	<i>93</i>
<i>Tabela 4.23: Variação da tensão na ruptura normalizada (Pa/Pa) para 30, 60, 120 e 300 minutos de processo.....</i>	<i>95</i>
<i>Tabela 4.24: Variação da deformação na ruptura (m/m) para 30, 60, 120 e 300 minutos de processo.....</i>	<i>96</i>
<i>Tabela 4.25: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para tensão na ruptura normalizada considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo.....</i>	<i>97</i>
<i>Tabela 4.26: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para tensão na ruptura normalizada ao longo do processo.....</i>	<i>98</i>
<i>Tabela 4.27: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para deformação na ruptura normalizada considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo.....</i>	<i>102</i>
<i>Tabela 4.28: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para deformação na ruptura normalizada ao longo do processo.....</i>	<i>103</i>
<i>Tabela 4.29: Validação dos modelos para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos.....</i>	<i>107</i>
<i>Tabela 4.30: Atividade de água e umidade das amostras frescas e processadas.....</i>	<i>110</i>
<i>Tabela 4.31: Teor de carotenóides das amostras frescas e processadas.....</i>	<i>111</i>
<i>Tabela 4.32: parâmetros de cor das amostras frescas e processadas.....</i>	<i>112</i>
<i>Tabela 4.33: Tensão e deformação na ruptura para as amostras frescas e processadas.....</i>	<i>113</i>
<i>Tabela 4.34: Difusividade efetiva da água e média relativa dos desvios (P (%)) para os diferentes métodos estudados.....</i>	<i>122</i>
<i>Tabela 4.35: Difusividade efetiva da água e erro relativo (%) pelo Método 1 para os diferentes tempos de processo.....</i>	<i>124</i>
<i>Tabela 4.36: Difusividade efetiva de sólidos e média relativa dos desvios (P (%)) para os diferentes métodos estudados.....</i>	<i>125</i>
<i>Tabela 4.37: Difusividade efetiva de sólidos e erro relativo (%) pelo Método 1 para os diferentes tempos de processo.....</i>	<i>127</i>
<i>Tabela 4.38: Parâmetros do modelo pelo Método 3 para a desidratação osmótica com e sem pulso de vácuo.....</i>	<i>128</i>
<i>Tabela 4.39: Variação da massa, massa específica aparente, porosidade e valores da fração volumétrica penetrada nos poros.....</i>	<i>130</i>
<i>Tabela 8.1: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos.....</i>	<i>146</i>
<i>Tabela 8.2: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de peso considerando 15 e 180 minutos de processo.....</i>	<i>147</i>
<i>Tabela 8.3: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R²) e apresentação do modelo proposto para perda de peso aos 15 e 180 minutos de processo.....</i>	<i>147</i>

<i>Tabela 8.4: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de água considerando 15 e 180 minutos de processo.....</i>	<i>148</i>
<i>Tabela 8.5: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R^2) e apresentação do modelo proposto para perda de água aos 15 e 180 minutos de processo.....</i>	<i>148</i>
<i>Tabela 8.6: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a ganho de sólidos considerando 15 e 180 minutos de processo.....</i>	<i>149</i>
<i>Tabela 8.7: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R^2) e apresentação do modelo proposto para ganho de sólidos aos 15 e 180 minutos de processo.....</i>	<i>149</i>

NOMENCLATURA

A	área da amostra (m^2)
a^*	parâmetro de cromaticidade (+ a^* = vermelho e - a^* = verde)
Abs	máxima absorbância medida
$A_{1cm}^{1\%}$	absortividade para o β -caroteno em éter de petróleo: 2592
a_w	atividade de água
b^*	parâmetro de cromaticidade (+ b^* = amarelo e - b^* = azul)
Ct	conteúdo de carotenóides ($\mu g/g$)
C	Concentração da solução osmótica ($^{\circ}$ Brix)
C^*	croma
D_{ef}	difusividade efetiva (m^2/s)
DO	desidratação osmótica
DRP	fenômeno de deformação-relaxação
F	força (N)
FLP	fase líquida da fruta
GL	graus de liberdade
GS	ganho de sólidos ($g/100g$ ou g/g massa seca)
H	altura da amostra (m)
H^*	tom
HDM	mecanismo hidrodinâmico
i	número de termos da série
K	parâmetro cinético do mecanismo hidrodinâmico
k_1	parâmetro da equação de Peleg (1988)
k_2	parâmetro da equação de Peleg (1988)
K_1	contribuição do HDM na variação total da massa das amostras
K_2	efeito global do mecanismo pseudo-difusional na mudança de peso da amostra
L	dimensão característica (meia espessura da placa) (m)
L^*	luminosidade
m	massa da amostra (g)
M	massa do produto (g)
m_0	massa do picnômetro vazio (g)
m_1	m_0 + massa da amostra (g)

m_2	$m_1 +$ massa do líquido (g)
m_3	$m_0 +$ massa do líquido (g)
$M_{A \text{ ou } S}$	adimensional do conteúdo de água ou de sólidos
MC	conteúdo de água ou sólidos (kg)
MQ	média quadrática
n	número de experimentos
P	pressão (N/m ²)
P (%)	erro relativo médio (%)
p_1	pressão de vácuo (mbar)
p_2	pressão do sistema (mbar)
PA	perda de água (g/100g ou g/g massa seca)
p_c	pressão capilar (mbar)
PP	perda de peso (g/100g ou g/g massa seca)
p_r	relação de pressão capilar reduzida ($=p_c/p_1$)
p-valor	significância estatística
PVOD	desidratação osmótica a pulso de vácuo
r	relação de compressão real
R	constante universal dos gases
Ra	relação de compressão aparente
Re	recirculação da solução (m ³ /h)
R ²	coeficiente de determinação
SQ	soma quadrática
T	temperatura (°C)
t	tempo (s)
V	volume (cm ³)
\bar{V}	volume parcial molar da água (m ³ /mol)
V_e	valor experimental
V_p	nível de vácuo (mbar)
V_p	valor predito pelo modelo matemático
Vt	tempo de vácuo (minutos)
x	fração mássica (g/g)
X	fração volumétrica de líquido transferido ao total da amostra
X_i	variáveis independentes
x_v	profundidade de penetração do líquido nos poros em função do volume de poros ocupados pelo líquido

y	fração mássica do componente da solução osmótica (g/g)
Y	força direcional reduzida para água (w) ou para sólidos totais (st)
z	fração mássica do componente na fase líquida (g/g)

Letras gregas

β_n	coeficientes de regressão
ϵ_e	porosidade efetiva
ϵ_H	deformação (m/m)
γ	deformação por unidade de volume
γ_l	deformação por unidade de volume quando o vácuo está sendo aplicado
φ	resposta ou variável dependente
μ	potencial químico
ρ_{sol}	massa específica da solução osmótica (g)
ρ_{ap}	massa específica aparente (g/cm ³)
ρ_L	massa específica do líquido de deslocamento (Tolueno) (g/cm ³)
ρ_s	massa específica da matriz sólida (g/cm ³)
σ_H	tensão de Hencky (Pa)
σ	tensão (Pa)
ψ	potencial matricial (N/m ²)

Subscrito

o	inicial
A	referente à água
eq	referente ao equilíbrio
exp	referente aos valores experimentais
f	final
FLP	referente à fase líquida da fruta
S	referente aos solutos
solução	referente à solução
t	referente ao tempo t

Sobrescrito

^A	referente à água
--------------	------------------

RESUMO

A proposta deste trabalho foi estudar o processo de desidratação osmótica de mangas em fatias, utilizando a tecnologia de desidratação osmótica a pulso de vácuo, que consiste em submeter o sistema solução-produto à pressão sub-atmosférica por um curto período, no início do processo. Inicialmente, foi realizado um planejamento fatorial fracionário 2^{5-1} , onde estudaram-se os efeitos da concentração da solução osmótica, temperatura de processo, recirculação da solução, tempo e intensidade de aplicação de vácuo, na transferência de massa durante o processo de desidratação osmótica de fatias de manga. A temperatura, entre 20 a 40°C, e a concentração, entre 45 a 60°Brix, foram as variáveis que mais afetaram a transferência de massa. O tempo do pulso de vácuo aplicado (entre 5 e 15 minutos) influenciou o ganho de sólidos e a difusividade efetiva de água. A intensidade da recirculação da solução e o nível de pressão aplicado não foram estatisticamente significativos para todas as respostas estudadas e esses parâmetros foram fixados nas etapas subsequentes do projeto. A partir dos resultados obtidos, um planejamento fatorial 2^3 completo foi realizado, considerando três fatores: concentração da solução osmótica (45 a 65°Brix), temperatura de processo (20 a 40°C) e tempo de pulso de vácuo (0 a 20 minutos). Para a obtenção da maior perda de água, menor ganho de sólidos e manutenção das propriedades reológicas, a melhor condição de processo encontrada para a desidratação osmótica de fatias de manga foi a utilização de solução osmótica na concentração de 60°Brix, temperatura de processo de 30°C, aplicação de 10 minutos de pulso de vácuo e tempo de processo de 120 minutos. O estudo da cinética do processo na condição otimizada, com e sem aplicação de vácuo, revelou que o pulso de vácuo provocou uma maior perda de água e ganho de sólidos e, conseqüentemente, a difusividade efetiva também foi superior em comparação ao processo tradicional. Com o uso do pulso de vácuo, as fatias de manga processadas apresentaram melhores resultados para a conservação do teor de carotenóides e preservação das propriedades mecânicas. As fatias de mangas frescas e osmoticamente desidratadas apresentaram uma boa aceitação pelo consumidor sendo que os melhores resultados também foram obtidos com o uso do vácuo. Em relação aos parâmetros de cor e à avaliação da microestrutura, não houve diferenças entre os processos com e sem aplicação de vácuo na desidratação osmótica.

ABSTRACT

The purpose of this work was to study the osmotic dehydration of mango slices using the pulsed vacuum osmotic dehydration technology, which consists on the application of a sub-atmospheric pressure to the solid-liquid system for a short period, at the beginning of the process. Initially, a 2^{5-1} fractional factorial design was realized to evaluate the influence of osmotic solution concentration, process temperature, solution recirculation, vacuum application time and pressure on mass transfer during the mango slices osmotic dehydration process. The variables that most affected mass transfer were temperature (20 to 40°C) and solution concentration (45 to 60°Brix). The pulsed vacuum time application (5 to 15 minutes) was significant for solids gain and water effective diffusivity. Osmotic solution re-circulation and vacuum pressure showed no influence on mass transfer and consequently, these variables could be fixed at the most economically viable level for any further trials. From this results, a 2^3 factorial experimental design was used to design the tests for the pulsed vacuum osmotic dehydration of mango slices, considering three factors (independent variables): concentration (45-65°Brix), temperature (20-40°C) and vacuum pulse time (0-20 minutes). The best conditions aiming a greater water loss, lower solid gain and rheological properties maintenance in the mango slices was 120 minutes of process time, 30°C of process temperature, 60°Brix of osmotic solution concentration and 10 minutes of vacuum time. The study of process kinetics on the optimized condition, with and without vacuum application, revealed that the vacuum pulse provoked a greater water loss and solids gain and, consequently, the effective diffusivity was also greater, compared to the traditional osmotic process. The mango slices processed by pulsed vacuum osmotic dehydration showed better results for carotenoids retention and mechanical properties maintenance. The fresh and osmotically dehydrated mango slices showed a good sensory acceptance and the best results were also obtained with vacuum application. In respect to the color parameters and microstructure, no differences were observed between samples processed with and without vacuum application.

1 INTRODUÇÃO

A manga é uma das frutas tropicais mais populares do mundo, sendo uma importante fonte de vitaminas, carboidratos e fibras. É uma fruta climatérica e perecível, que necessita de cuidados específicos para a sua conservação, trazendo dificuldades na pós-colheita nos países produtores. Apesar da grande produção mundial (28 milhões de toneladas (FAOSTAT, 2005)), a manga é pouco comercializada mundialmente, sendo a maior parte da produção consumida nos mercados internos. A produção brasileira é crescente e, em 2004, o Brasil produziu 950 mil toneladas de manga, das quais 111 mil foram exportadas (FAOSTAT, 2005).

De polpa carnosa e suculenta, e com o seu sabor e aroma característicos, é consumida principalmente “in natura”. A manga também pode ser encontrada como produto processado nas formas de suco integral, polpa congelada, ingrediente de outros produtos como sorvetes, doces, produtos lácteos, etc. Dessa forma, um processamento da manga, que mantenha as características do produto fresco e a sua estabilidade, e assim prolongue sua vida-de-prateleira, pode ser muito conveniente para o aumento da comercialização desta fruta nos países não produtores.

Um dos métodos utilizados para o processamento de manga é a desidratação osmótica com soluções de açúcar, que permite o uso de temperaturas amenas, preservando o sabor, aroma e outras propriedades sensoriais. Esse processo possibilita a redução da atividade de água e da ação de enzimas do produto, com poucas alterações nas características da fruta. A desidratação osmótica consiste na imersão do produto em soluções concentradas de açúcar ou sal, promovendo a remoção parcial da água e a possível incorporação de solutos. Pode ser utilizada com o objetivo de modificar a composição dos alimentos, permitindo a adição de ingredientes de interesse nutricional, sensorial ou de preservação. No processo de desidratação osmótica, são obtidas frutas de alta umidade, de boa qualidade nutricional, com a preservação do sabor e de outras propriedades sensoriais e com características similares ao produto fresco (ALZAMORA *et al.*, 1997).

Tradicionalmente, o processo osmótico é conduzido à pressão atmosférica. Entretanto, diversos autores (FITO, 1994; ESCRICHE *et al.*, 2002; PANADÉS *et al.*, 2006,

entre outros), deram destaque à impregnação a vácuo de alimentos, como uma alternativa inovadora para os processos osmóticos difusivos. A desidratação osmótica a pulso de vácuo (PVOD – “pulsed vacuum osmotic dehydration”) consiste na aplicação de vácuo no sistema sólido-solução, por um curto período no início do processo, para retirar parte do ar presente no interior dos poros do alimento. Com a recuperação da pressão do sistema, o líquido que está em contato com o alimento penetra no interior dos poros, devido aos gradientes macroscópicos de pressão e à capilaridade (FITO, 1994).

Este processo envolve uma rápida modificação na composição do alimento através da saída dos gases do interior dos poros e seu preenchimento com a solução osmótica, alterando assim, as propriedades físicas e de transporte do tecido do alimento. Os trabalhos relacionados à técnica de PVOD indicam uma melhora no processo de transferência de massa, quando comparado ao uso de pressão atmosférica ou pressão contínua de vácuo, além de proporcionar tempos mais curtos para a impregnação de solutos (BARAT, CHIRALT e FITO, 2001, ESCRICHE, *et al.*, 2002, GIRALDO, *et al.*, 2003, PANADÉS, *et al.*, 2006 e VIVANCO, 2006).

Entretanto, as mudanças na densidade e na estrutura do produto, especialmente em amostras com alta porosidade, podem alterar as propriedades físico-químicas dos alimentos e também provocar danos mecânicos na estrutura celular, como a separação celular, associada à deformação da amostra, que ocorre quando o pulso de vácuo é aplicado (CHIRALT *et al.*, 2001 e ZHAO e XIE, 2004).

O objetivo geral deste trabalho foi estudar o processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo (PVOD) de manga, utilizando-se estratégias seqüenciais de planejamentos experimentais, a fim de se obter as melhores condições de transferência de massa e manutenção dos atributos de qualidade. Os objetivos específicos foram:

- ◆ Determinar as variáveis que influenciam a cinética de transferência de massa e a_w do processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo de fatias de manga, através de um planejamento fatorial fracionário 2^{5-1} ;
- ◆ Otimizar o processo e determinar as melhores condições para a desidratação osmótica a pulso de vácuo, considerando-se a maior perda de água e a menor incorporação de sólidos, menor tempo de processo e manutenção das propriedades reológicas de tensão

e deformação na ruptura das fatias de manga, através da metodologia de superfície de resposta;

- ◆ Validar os modelos obtidos através do planejamento experimental e caracterizar o produto final;
- ◆ Avaliar o processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo em comparação ao processo tradicional à pressão atmosférica, em termos de:
 - Estudo e modelagem da cinética de desidratação osmótica;
 - Avaliação dos parâmetros de qualidade: cor, carotenóides, propriedades reológicas, a_w ;
 - Análise sensorial;
 - Análise estrutural;
- ◆ Analisar o efeito produzido pela aplicação de vácuo no produto, através da fração volumétrica impregnada com solução isotônica e do perfil de concentração.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Manga

A manga é uma fruta tropical originária do sudeste da Índia e ilhas circunvizinhas. Seu cultivo iniciou-se há 4 mil anos com a sua domesticação oriunda de frutos menores e de pouca polpa. Apesar de ser cultivada em suas regiões de origem há tanto tempo, sua introdução em outras terras iniciou-se com a descoberta das rotas comerciais marítimas entre a Europa e a Ásia, no início do século XVI. Foram os portugueses que levaram as mangas inicialmente para as costas leste e oeste da África e depois para a América (TODA FRUTA, 2004).

Por volta de 1700, o Brasil recebeu as primeiras mudas de mangueiras que se adaptaram muito bem ao clima brasileiro, podendo ser encontrada em quintais, praças, pomares, ruas, desde o estado do Paraná ao extremo norte do País (TASSARA, 1996). As mangas foram para o México no século XIX, de onde atingiram a região da Flórida, que se tornou um centro secundário de diversidade, pela distribuição de diversas variedades lá obtidas. Dos Estados Unidos, vieram algumas das principais variedades cultivadas atualmente nas plantações comerciais do Brasil: Tommy Atkins, Haden, Keitt, Kent e Palmer (TODA FRUTA, 2004).

As mangueiras pertencem à família Anacardiaceae e ao gênero *Mangifera* L. que contém cerca de 35 espécies de árvores. As mangas cultivadas são da espécie *Mangifera indica* L., que é a mais difundida. Há uma grande variação genética, originada das antigas variedades em seus centros de origem, baseada na seleção natural de possíveis híbridos e mutantes. Na Índia, há mais de 1.000 variedades e outros países também possuem suas variedades locais (MORTON, 1987).

O cultivo da mangueira no Brasil pode ser dividido em duas fases, na qual a primeira teve como característica principal os plantios de forma extensiva em áreas esparsas, nos quintais e fundos de vales das pequenas propriedades, com variedades locais e pouco ou nenhum uso de tecnologias. A segunda fase é caracterizada pelo elevado nível tecnológico, como irrigação, indução floral e variedades melhoradas. Na região Nordeste,

principalmente no vale do Rio São Francisco, foram implementados vários empreendimentos com plantios comerciais de variedades demandadas pelo mercado externo (SILVA e CORREIA, 2004).

Segundo dados da FAO (FAOSTAT, 2005), nas décadas de 80 e 90, a produção total brasileira de mangas oscilava entre 450 e 640 mil toneladas. A região Nordeste foi o grande contribuidor para o aumento da produção nacional, que saltou para um milhão de toneladas em 2006. Em 2005, 66% da área total de pomares de manga estava na região Nordeste, representando 70% da produção nacional, sendo cultivada em todos os estados, em particular nas áreas irrigadas da região semi-árida que apresentam excelentes condições para o desenvolvimento da cultura e obtenção de elevada produtividade e qualidade de frutos (SILVA e CORREIA, 2004). A mangicultura nesta região destaca-se no cenário nacional, não apenas pela expansão da área cultivada e do volume de produção mas, principalmente, pelos altos rendimentos alcançados e qualidade da manga produzida. O Sudeste é a segunda maior região produtora de manga com um total de 277,5 mil toneladas. Juntas, as regiões Nordeste e Sudeste são responsáveis por quase 98% da produção da manga nacional (IBGE, 2005).

Atualmente, o Brasil é um dos 10 maiores produtores mundiais de manga, ainda que o País responda por apenas um milhão de toneladas, da produção total mundial de 28 milhões de toneladas (cerca de 4% da produção mundial). Os principais produtores mundiais são a Índia (10800 mil ton.), China (3673 mil ton.) e Tailândia (1800 mil ton.) (FAOSTAT, 2005). O Brasil tem tido uma crescente participação no mercado mundial, exportando para a Europa e para os Estados Unidos e, mais recentemente, em 2004, o Japão permitiu a entrada da manga brasileira. Até 1997 a exportação não passava das 25 mil toneladas e, em 2004, o Brasil exportou cerca de 111,2 mil toneladas de manga, resultando em US\$ 64,3 milhões (FAOSTAT, 2005).

A comercialização da manga no mercado brasileiro centraliza-se em uma única variedade, a norte-americana Tommy Atkins, que representa 79% da área plantada (ALMEIDA e SOUZA, 2006). É uma variedade muito produtiva, além de ser tolerante à antracnose e responder melhor aos processos tecnológicos, como a indução floral e o estresse hídrico, entre outros, cuja finalidade é a antecipação da colheita e a oferta na

entressafra. São frutos grandes, com 500g de peso em média, e formato oval, de ápice arredondado, inserção peduncular moderadamente saliente, casca grossa, bastante cerosa e resistente ao transporte e ao armazenamento. Quando de vez, o fruto apresenta coloração arroxeadopúrpura e quando maduro, vermelho-amarelo brilhante. A polpa de cor amarelo-escuro, de textura firme e consistente, com fibras finas e abundantes, perfaz 80% do peso do fruto e tem cerca de 15% de sólidos solúveis (TODA FRUTA, 2004).

A composição química da manga varia com as condições de cultura, variedade e estágio de maturação mas, em geral, a fruta fresca tem um alto teor de sólidos solúveis totais e o conteúdo de açúcar é alto, se comparado com outras frutas. A manga é uma fruta climatérica, altamente perecível, devido principalmente a atividades enzimáticas degradativas (causadas por enzimas como poligalacturanase e celulase), entre outras causas, que são ativadas no período da maturação, ocasionando uma redução no conteúdo de fibras dietéticas e um amolecimento da fruta (GIRALDO *et al.*, 2003).

A manga contém, principalmente, cálcio, fósforo e potássio e as vitaminas presentes são a A (beta-caroteno), as do complexo B e a C, sendo que o teor varia de cultivar para cultivar, inclusive para uma mesma variedade devido às distintas condições climáticas e de solo existentes nas diferentes regiões de cultivo. Além disso, o grau de maturação dos frutos também influencia no aroma e no teor de vitaminas C e A. Quando verdes, os frutos são adstringentes, ácidos e ricos em vitamina C, enquanto que os maduros são doces, ricos em pró-vitamina A, moderados em vitamina C e altamente aromáticos (SIQUEIRA *et al.*, 1988).

A porcentagem de açúcares totais pode variar de acordo com a variedade da manga e seu estágio de maturação. A sacarose é o principal açúcar presente na manga Tommy Atkins (9,05%), seguida pela frutose (2,40%) e pela glicose (0,04%), totalizando 11,49% de açúcares solúveis (BERNARDES-SILVA, LAJOLO e CORDENUNSI, 2003). Quanto aos ácidos orgânicos, o cítrico e o málico são os que estão em maiores quantidades na manga, com a acidez total da fruta variando de acordo com o estágio de maturação (BLEINROTH, 1981).

A Tabela 2.1 apresenta a composição média da manga *in natura* apresentada por Morton (1987) (valores mínimos e máximos das análises feitas em mangas provenientes de

Cuba, América Central, África e Índia) e pela Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO, 2006) elaborada pelo Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentos (NEPA) da UNICAMP (valores obtidos em manga da variedade Tommy Atkins).

Tabela 2.1. Composição química e características físicas da manga

Análise	Morton (1987)	TACO (2006)
Energia (kcal/100g fruta)	—	51
Umidade em base úmida (%)	78,9-82,8	85,8
Açúcares totais (g)	16,20-17,18	12,8
Fibras (g)	0,85-1,06	2,1
Proteína (Nx6,25) (g)	0,36-0,40	0,9
Cinzas (g)	0,34-0,52	0,3
Lipídios (%)	0,30-0,53	0,2
Cálcio (mg)	6,1-12,8	8
Magnésio (mg)	—	7
Manganês (mg)	—	0,34
Fósforo (mg)	5,5-17,9	14
Ferro (mg)	0,20-0,63	0,1
Sódio (mg)	—	Tr
Potássio (mg)	—	138
Cobre (mg)	—	0,06
Zinco (mg)	—	0,1
Vitamina A/Retinol (mg)	0,135-1,872	NA
Vitamina B1/Tiamina (mg)	0,020-0,073	Tr
Vitamina B2/Riboflavina (mg)	0,025-0,068	0,04
Vitamina B6/Pirodoxina (mg)	—	0,03
Niacina (mg)	0,025-0,707	*
Vitamina C (mg)	7,8-172,0	*

* as análises estão sendo reavaliadas; NA: não aplicável; Tr: traço; —: não apresentado

2.2 Desidratação osmótica

Os princípios básicos da conservação dos alimentos são fundamentados no controle da atividade de água, do ambiente, da temperatura, do pH e da inativação térmica de microorganismos e de fontes de deterioração bioquímica. A redução do conteúdo de umidade é um dos métodos mais antigos para a conservação dos alimentos, visto que a água é um componente essencial para a deterioração e proliferação de microorganismos. Os povos mediterrâneos, asiáticos e ameríndios já usavam a secagem solar para preservar leite, carnes, peixes, frutas e hortaliças há milhares de anos atrás, além de conhecerem outras técnicas, tais como a desidratação osmótica de peixes com sal, fermentação, congelamento (nas regiões frias) e a redução de atividade de água pela adição de sal ou mel (HULSE, 2004).

Entretanto, os processos de desidratação de alimentos podem provocar mudanças estruturais indesejáveis. Grãos e leguminosas secas apresentam poucas alterações estruturais, com excelentes propriedades de reidratação, e além disso, mantém-se a viabilidade como semente. Para a maioria das frutas e hortaliças, a secagem provoca alterações estruturais significativas e, deste modo, os produtos desidratados não apresentam boas propriedades de reconstituição (AGUILERA, CHIRALT e FITO, 2003). Assim, o desenvolvimento de processos e produtos que assegurem a estabilidade microbiológica, mas que também preservem as qualidades sensoriais e nutricionais dos alimentos tem sido buscado pelos pesquisadores e pela indústria alimentícia.

Particularmente, o processo de desidratação osmótica é muito utilizado para a remoção parcial de água dos tecidos vegetais pela imersão em uma solução hipertônica de um ou mais solutos. A diferença de pressão osmótica provoca a saída de água dos tecidos do alimento para a solução hipertônica. A difusão de água ocorre simultaneamente com a difusão de solutos da solução osmótica para o tecido vegetal. Como a membrana celular não é perfeitamente seletiva, alguns solutos presentes nas células (açúcares, ácidos orgânicos, sais minerais e vitaminas) podem ser arrastados para a solução osmótica e, mesmo que desprezível quantitativamente, essa transferência pode ser importante para a qualidade do produto final (HENG, GUILBERT e CUQ, 1990; LERICI *et al.*, 1985 e RASTOGI *et al.*, 2002).

A penetração de solutos no alimento durante o processo de desidratação osmótica permite o ajuste da composição físico-química do alimento através da adição de agentes redutores de atividade de água, incorporação de ingredientes como antioxidantes e antimicrobianos e qualquer outro soluto de interesse nutricional ou sensorial (TORREGIANI e BERTOLO, 2001). Assim, o processo possibilita a formulação de produtos funcionais, estáveis e mais próximos aos alimentos frescos além de prevenir a descoloração de frutas causada por enzimas oxidativas, devido à imersão do produto na solução osmótica, isenta de oxigênio (LERICI *et al.*, 1985; VIAL, GUILBERT e CUQ, 1991 e TORREGIANI e BERTOLO, 2001).

O processo osmótico é considerado um método muito suave de remoção de água dos tecidos vegetais. Apesar da redução do conteúdo de umidade do alimento, a atividade de água ainda é muito alta, sendo necessários processos adicionais para assegurar a estabilidade microbiológica do alimento. Deste modo, a desidratação osmótica tem sido bastante empregada como pré-tratamento dos processos convencionais como secagem, liofilização, congelamento, entre outros, mostrando-se eficiente na manutenção da textura, estabilidade de pigmentos e retenção de aroma dos alimentos, devido às baixas temperaturas utilizadas no processo, baixas perdas de voláteis e ao efeito favorável da introdução de solutos de interesse nutricional ou sensorial (TORREGIANI, 1993). O processo osmótico também pode ser utilizado como barreira, dentro do conceito da tecnologia dos obstáculos, para o desenvolvimento de frutas e hortaliças minimamente processadas. A suave redução da atividade de água e a possível incorporação de aditivos, em combinação a tratamentos térmicos brandos, embalagem sob atmosfera modificada e refrigeração ou outros processamentos mínimos de preservação, podem fornecer produtos estáveis, de boa qualidade nutricional e sensorial e com características similares ao produto fresco (ALZAMORA *et al.*, 1997; PEREIRA *et al.*, 2004).

A desidratação e/ou impregnação osmótica a vácuo é considerada uma eficiente técnica para introduzir líquidos externos na estrutura porosa dos tecidos vegetais e animais. Como conseqüência, os processos de transferência de massa são melhorados e podem ocorrer alterações na composição dos alimentos, já que a aplicação de vácuo causa a alteração da composição do produto pela saída dos gases ou líquidos ocluídos nos poros e

pela entrada de solutos, além de possíveis alterações na estrutura do alimento (ZHAO e XIE, 2004).

2.2.1 Desidratação osmótica a pulso de vácuo

O processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo (PVOD) é uma técnica que consiste em submergir o produto em uma solução osmótica e aplicar uma pressão sub-atmosférica por um curto período, após o qual segue-se o período de desidratação osmótica à pressão atmosférica. A aplicação do vácuo causa a saída dos gases ou líquidos dos poros e a entrada da solução osmótica através da ação de mecanismos hidrodinâmicos promovidos pela alteração na pressão (FITO, 1994 e FITO e PASTOR, 1994).

O processo é conduzido em duas etapas depois que o produto é imerso no tanque contendo a solução. Na primeira etapa, o sistema é submetido à aplicação do vácuo (50~200 mbar) por um curto período (5~15 minutos) no tanque fechado. Ao submeter o produto, imerso na solução, a pressões sub-atmosféricas, primeiramente o gás do interior dos poros sofre uma expansão para atingir o equilíbrio com a pressão imposta ao sistema, promovendo uma desgaseificação da estrutura porosa dos alimentos. Na seqüência, ocorre uma penetração do líquido nos poros, visando restaurar este equilíbrio de pressões no sistema. Com a restauração da pressão atmosférica, irá ocorrer um novo gradiente de pressão que tende a atuar como força motriz que promoverá o preenchimento dos espaços intercelulares com a solução. A quantidade de líquido impregnado na estrutura porosa dependerá do nível de desgaseificação e da pressão de trabalho (ANDRÉS, FITO e CHIRALT, 1995).

Fito e Pastor (1994) propuseram um modelo geral que descreve o chamado mecanismo hidrodinâmico (HDM) em produtos sujeitos à impregnação a vácuo. A teoria foi estendida para incluir o fenômeno de deformação-relaxação (DRP) na matriz sólida, para explicar a cinética de transferência de massa produzida por forças direcionadas devido aos gradientes de pressão (FITO e PASTOR, 1994; FITO *et al.*, 1996). Para o cálculo teórico da penetração do líquido nos poros (x_v), Fito e Pastor (1994) apresentaram a Equação (2.1) que relaciona as pressões impostas ao sistema:

$$x_v = \frac{p_c}{p_2 + p_c} \quad (2.1)$$

Sendo:

x_v = profundidade de penetração do líquido nos poros em função do volume de poros que foram ocupados pelo líquido;

p_c = pressão capilar;

p_2 = pressão do sistema.

A Equação (2.1) pode ser escrita de forma mais simplificada, ou seja:

$$x_v = 1 - \frac{1}{r} \quad (2.2)$$

Sendo r a relação de compressão real dada por:

$$r = \frac{p_2 + p_c}{p_1} = \left(\frac{p_2}{p_1} \right) + \left(\frac{p_c}{p_1} \right) = Ra + p_r \quad (2.3)$$

E $Ra = \frac{p_2}{p_1}$ e $p_r = \frac{p_c}{p_1}$ podem ser definidas como a relação de compressão aparente e de pressão capilar reduzida, respectivamente, e p_1 é a pressão de vácuo. Em muitos casos, p_r é muito menor que Ra e assume-se que $r = Ra$.

Uma vez conhecido o valor médio da profundidade de penetração do líquido (x_v), os cálculos podem ser estendidos ao volume total do alimento, multiplicando este valor pela porosidade efetiva (ϵ_e), definida como a fração volumétrica total da amostra ocupada pelo gás. A fração volumétrica de líquido transferido ao total da amostra (X) pelo HDM supondo que todos os poros foram preenchidos pelo líquido é dado por:

$$X = \epsilon_e x_v \quad (2.4)$$

Sendo:

ϵ_e = porosidade efetiva.

A verificação experimental da atuação da Equação (2.2) foi feita por Fito e Pastor (1994) com amostras de maçã em solução isotônica de sacarose (para prevenir outros mecanismos de transferência de massa). Os autores variaram o nível de pressão aplicada no

sistema e verificaram a alteração de peso das amostras após o tratamento. Os dados obtidos de (X) e $(1-1/r)$ foram graficados e o valor da porosidade (ε_e), que é o coeficiente angular do ajuste obtido, foi muito próximo do valor da porosidade da maçã.

Fito *et al.* (1996) estenderam a teoria do HDM para incluir os fenômenos de deformação-relaxação (DRP) na matriz sólida. Ambos os fenômenos ocorrem simultaneamente na impregnação a vácuo, alterando a situação de equilíbrio final do sistema. As atuações do HDM e do DRP estão intimamente relacionadas com a microestrutura dos alimentos e com suas propriedades mecânicas, podendo provocar variações significativas na eficiência da impregnação. A equação do equilíbrio para o HDM acoplado com DRP é dada por (FITO *et al.*, 1996):

$$X - \gamma = \varepsilon_e \left(1 - \frac{1}{r}\right) - \frac{\gamma_1}{r} \quad (2.5)$$

Sendo:

γ = deformação por unidade de volume;

γ_1 = deformação por unidade de volume quando o vácuo está sendo aplicado;

r = relação de compressão real após a quebra do vácuo.

Entretanto, a determinação experimental de (γ_1) não é fácil. Assim, quando se trabalha com pressões relativamente baixas, r é muito grande e a Equação (2.6) pode ser aproximada para:

$$\varepsilon_e = \frac{X - \gamma}{\left(1 - \frac{1}{r}\right)} \quad (2.6)$$

A determinação experimental da deformação foi feita por Fito *et al.* (1996) pela medição da alteração do volume e da massa dos produtos estudados (maçã, banana, apricó, morango e cogumelo) em solução isotônica de sacarose e submetido à pressão subatmosférica. Os resultados sugerem que o acoplamento do HDM e do DRP ocorre em diferentes graus e dependem do tempo de processo e da variabilidade do material. A maior parte dos valores apresentados de deformação foram baixos, entre 10 e 25% do valor do

volume ocupado pelo líquido nos poros, e os erros foram elevados, mostrando a dificuldade em se determinar a variação volumétrica das amostras.

Hofmeister (2003) determinou a fração volumétrica de líquido impregnada (X) no interior dos poros do queijo através do mecanismo hidrodinâmico. Nos ensaios com tempos acima de 30 minutos de impregnação, os valores das frações volumétricas impregnadas são superiores aos valores calculados através do mecanismo hidrodinâmico. Esse fato foi atribuído à desconsideração dos fenômenos de deformação-relaxação que devem ter contribuído para a impregnação na amostra. Hofmeister, Souza e Laurindo (2005) usaram solução salina com azul de metileno, para visualizar os diferentes efeitos causados pela impregnação a vácuo em queijo minas. As amostras cortadas foram fotografadas para registrar a penetração da solução e os autores observaram que a impregnação a vácuo depende do tamanho e distribuição dos poros, do nível e do tempo de aplicação do vácuo.

A impregnação com pulso de vácuo permite a introdução de ingredientes desejados diretamente por todos os poros do produto de maneira controlada. Esta etapa tem sido usada como pré-tratamento antes dos processos complementares como a secagem, congelamento, fritura, etc., tendo a capacidade de modificar a formulação e desenvolver novos produtos (ESCRICHE *et al.*, 2000; TALENS *et al.*, 2002). O uso do vácuo na desidratação osmótica é efetivo na prevenção da perda de cor das frutas por reações químicas ou enzimáticas sem o uso de antioxidantes, devido à remoção do oxigênio dos poros (TORREGIANI e BERTOLO, 2001). A aplicação do vácuo também pode proporcionar a penetração de ingredientes funcionais nos poros do produto, tais como agentes protetores de textura, antioxidantes e antimicrobianos, o que possibilita um incremento na sua qualidade e a extensão de sua vida-de-prateleira.

Barrera, Betoret e Fito (2004), Ceballos *et al.* (2004) e Torres *et al.* (2006), ao trabalharem com maçãs, mamão papaia e manga, respectivamente, observaram que a impregnação a vácuo é uma técnica adequada para obter frutas enriquecidas com cálcio, em comparação com a desidratação osmótica à pressão atmosférica, já que elevou a difusividade efetiva de água e a incorporação de cálcio.

Shi e Fito (1993), na desidratação osmótica de damasco e abacaxi com solução de sacarose a 65°Brix, observaram que tratamentos à temperatura de 40°C com uso de vácuo resultaram em perda de água maior que os tratamentos a 50°C e pressão ambiente.

Resultados semelhantes foram encontrados por Fito (1994) que trabalhou com damasco, utilizando o mesmo agente osmótico, onde a perda de água no processo de desidratação osmótica a vácuo a 35°C foi superior à perda de água no processo de desidratação osmótica à pressão ambiente, na temperatura de 40°C. Ambos os trabalhos concluem que o vácuo tem efeito significativo na transferência de água durante o processo de desidratação osmótica, sem apresentar, contudo, maiores ganhos de sólidos em relação ao processo à pressão ambiente e, ainda, possibilitando o uso de temperaturas mais amenas. O efeito da capilaridade é intensificado pelo uso de vácuo, e este se apresenta mais importante no processo de transferência da água.

A concentração da solução osmótica e a viscosidade geralmente afetam a resposta do produto, frente aos mecanismos de impregnação a vácuo e à cinética da osmodesidratação, assim como a taxa final de perda de água – ganho de açúcar do produto (BARAT, FITO e CHIRALT, 2001; GIRALDO *et al.*, 2003). Na desidratação osmótica de frutas, a microestrutura, a porosidade, o tamanho, a distribuição e comunicação entre os poros, também afetam a cinética dos mecanismos hidrodinâmicos. Frutas com alta porosidade são mais suscetíveis ao tratamento a vácuo (SHI, FITO e CHIRALT, 1995) e longos tempos de impregnação a vácuo podem ocasionar deformações nos tecidos das frutas (MÚJICA-PAZ *et al.*, 2003).

O fenômeno de transferência de massa entre o produto e o meio desidratante é estritamente afetado pela natureza do produto (espécie, variedade, nível de maturação, porosidade, forma e tamanho, pré-tratamento) e pelas variáveis do processo (pré-tratamento, pressão, temperatura, natureza e concentração do agente osmótico, agitação, aditivos, tempo de processo) que exercem influência sobre a transferência de massa e sobre a qualidade do produto final (BARAT, CHIRALT e FITO, 2001; GIRALDO, *et al.*, 2003, PANADÉS, *et al.*, 2003).

2.2.2 Agente desidratante e concentração da solução osmótica

Os agentes osmóticos comumente utilizados na desidratação de frutas são soluções de sacarose, frutose, glicose, entre outros. O tipo de açúcar utilizado como agente osmótico

afeta significativamente a cinética da desidratação osmótica. Com o aumento da massa molecular dos solutos, são observados uma diminuição dos sólidos incorporados e um aumento de perda de água (HENG, GUILBERT e CUQ, 1990; LERICI *et al.*, 1985).

Como agente osmótico, a sacarose tem sido utilizada com regularidade em virtude de sua eficiência, conveniência e por apresentar sabor compatível com frutas. Além disso, apresenta baixo custo e ampla disponibilidade. A sacarose é eficiente, como outros açúcares, na inibição do processo de escurecimento enzimático e na manutenção da estabilidade dos pigmentos do material durante o processo de desidratação e armazenamento (WELTI *et al.*, 1995).

No entanto, outros agentes osmóticos também podem ser utilizados na desidratação osmótica, apresentando resultados semelhantes ou melhores que a sacarose. Escriche *et al.* (2002) estudou o processo de PVOD de kiwi usando sacarose (65°Brix) e concentrado de suco de uva (63°Brix), variando a temperatura e o tempo de pulso de vácuo. Os autores verificaram que o processo utilizando concentrado de suco de uva foi mais rápido e apresentou melhores qualidades sensoriais do que o processo usando solução de sacarose.

A porcentagem de água removida na desidratação osmótica é diretamente dependente da concentração da solução osmótica e da duração do processo e, ainda, aumentando a concentração da solução osmótica, a perda de água é mais favorecida que a incorporação de sólidos (TORREGIANI, 1993). O aumento da concentração de açúcares diminui a atividade de água da solução osmótica, o que eleva a diferença de potencial entre o produto e a solução, causando a saída de água do produto. Além disso, a utilização de soluções osmóticas altamente concentradas pode reduzir as perdas de solutos hidrossolúveis presentes no alimento, como o ácido ascórbico, devido a formação de uma camada periférica concentrada em soluto no alimento, prevenindo o arraste dos mesmos (RAOULT-WACK, 1994).

O efeito da concentração da solução de sacarose (entre 35 e 65°Brix) na cinética do processo e no rendimento durante a desidratação osmótica de manga foi estudado por Giraldo *et al.* (2003). O processo foi conduzido a 30°C e aplicando-se ou não o pulso de vácuo (50 mbar por 10 minutos) no início do processo. O coeficiente de difusão efetiva da água aumentou quando a concentração de sacarose diminuiu e sempre foi mais elevado no processo a pulso de vácuo. A aplicação do pulso de vácuo favoreceu o ganho de sólidos em

todas as condições estudadas, especialmente a 45°Brix, condição em que houve ganho de peso pelas amostras.

2.2.3 Temperatura

A temperatura também é um fator muito importante no processo de desidratação osmótica, tendo efeito sobre a cinética do processo, a viscosidade da solução e o coeficiente de difusão de água e sais. A taxa de transferência de massa aumenta consideravelmente com o aumento da temperatura, porém o escurecimento não enzimático, o amolecimento da parede vegetal e a deterioração de sabor (que se iniciam a partir de 50°C) limitam a temperatura de processo, sendo a temperatura máxima, uma particularidade de cada produto (PONTING *et al.*, 1966).

A tecnologia de desidratação osmótica a vácuo possibilita o uso de temperaturas reduzidas na obtenção da mesma taxa de perda de água em relação ao processo de desidratação osmótica convencional (FITO, 1994; SHI e FITO, 1993). No estudo com apricós, Fito (1994) verificou que a desidratação osmótica a pulso de vácuo proporcionou perda de peso ligeiramente inferior a desidratação osmótica a vácuo contínuo e muito superior aos valores obtidos ao processo à pressão atmosférica. A influência da temperatura também foi estudada por Escriche *et al.* (2000) na desidratação osmótica de kiwi à pressão atmosférica e a pulso de vácuo. Os autores encontraram que o aumento da temperatura eleva a perda de água e o ganho de sólidos das frutas, mas não relacionaram esse aumento com a aplicação do vácuo.

O processo de cristalização de frutas usualmente leva um longo tempo, sendo realizado em altas temperaturas, o que implica em danos às propriedades sensoriais do produto. A impregnação a vácuo no processo de cristalização de abacaxi possibilitou o uso de temperaturas mais amenas. Os resultados mostram que o processo com impregnação a vácuo a 25°Brix por 30 minutos seguidos por 2 passos com aumento da concentração da solução osmótica (55°Brix, 24h seguido de 65°Brix, 48h) pode ser realizado obtendo-se elevados rendimentos no processo (minimização da perda do volume e da perda de peso). A

temperatura de 15°C permite obter melhor qualidade sensorial do produto final (BARAT *et al.*, 2002).

2.2.4 Agitação

A eficiência do processo de desidratação osmótica aumenta quando o processo é conduzido sob agitação ou circulação do agente osmótico (RASTOGI, *et al.*, 2002). Um nível adequado de agitação assegura uma minimização ou até mesmo a eliminação dos efeitos de resistência externa à transferência de massa. Porém, é preciso ter certo cuidado para que não haja danos ao material a ser desidratado, além de levar-se em consideração os custos decorrentes desta implementação (PONTING *et al.*, 1966). Hawkes e Flink (1978), trabalhando com soluções osmóticas altamente concentradas na desidratação de maçãs, observaram que durante o processo a agitação favorece a diminuição da viscosidade do sistema de maneira mais homogênea e, também, a diminuição da resistência à transferência de massa.

Mavroudis, Gekas e Sjöholm (1998) estudaram a agitação da solução na desidratação osmótica de maçãs utilizando um agitador mecânico com velocidade controlada operando entre os números de Reynolds de 350 a 18500. Os experimentos foram conduzidos em soluções de sacarose a 50°Brix e 20°C com a agitação. A perda de água foi mais elevada na região de escoamento turbulento (valores acima do número de Reynolds de 10000) do que na de regime laminar, enquanto que o ganho de sólidos não apresentou diferenças significativas entre os dois regimes. Sendo assim, verificaram que o comportamento da perda de água indicou a presença de uma resistência externa à transferência de massa na solução

Tonon, Baroni e Hubinger (2006) estudaram a influência da temperatura (20 – 40 °C), da composição da solução (0% NaCl/65% sacarose – 10% NaCl/55% sacarose) e do nível de agitação (0 – 1000 rpm) na desidratação osmótica de metades de tomate. Os resultados foram analisados pela metodologia de superfície de resposta, de acordo com um planejamento experimental fatorial 2³ completo. A agitação apresentou influência significativa sobre a perda de água, mas não sobre a incorporação de solutos. De acordo

com as autoras, isso indica que no caso da água, a transferência de massa não é governada apenas por um mecanismo interno de difusão, ao contrário do que parece acontecer com os solutos.

2.2.5 Modelo difusional

A maioria dos modelos existentes para o estudo da cinética de desidratação osmótica utiliza-se do modelo difusional baseado na Segunda Lei de Fick, que expressa que o fluxo de massa por unidade de área é proporcional ao gradiente de concentração de água. Algumas simplificações normalmente são assumidas, as quais levam em consideração a contribuição de todos os mecanismos de transporte na difusão. Essa difusividade efetiva representa todos os mecanismos de transporte de massa incluindo a difusão molecular e outros mecanismos, tais como a capilaridade e o hidrodinâmico. Deste modo, o modelo difusional também pode ser considerado para a determinação da difusividade efetiva nos processos de desidratação osmótica a pulso de vácuo.

O modelo matemático baseado na Segunda Lei de Fick apresentou um bom ajuste para os dados experimentais de perda de água e ganho de sólidos na desidratação osmótica de frutas, tais como fatias de maçã (EMAM-DJOMEH, DEHGHANNYA e SOTUDEH GHARABAGH, 2006), pêra (PARK *et al.*, 2002) e damasco (KHOYI e HESARI, 2007) e na desidratação osmótica em soluções ternárias de vegetais tal como abóbora (MAYOR, *et al.*, 2006). O modelo unidirecional de difusão de Fick, considerando coordenadas cartesianas, pode ser representado pela Equação (2.7):

$$\frac{\partial MC(t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(D_{ef} \frac{\partial MC(t)}{\partial z} \right) \quad (2.7)$$

Sendo:

MC(t) = conteúdo de água ou sólidos (kg) a um tempo t na posição z;

D_{ef} = difusividade efetiva (m^2/s).

Crank (1975) apresentou um grande número de soluções analíticas para a Segunda Lei de Fick, considerando diferentes condições iniciais e de contorno. Considerando uma placa infinita de espessura $2L$, com uma distribuição uniforme de água ou de sólidos, submetida à desidratação osmótica sob condições constantes, a solução do modelo difusional de Fick é dada pela Equação (2.8). Como condições de contorno, considerou-se simetria no centro e superfície em equilíbrio com o meio.

$$M_{A\text{ ou }S} = \left(\frac{8}{\pi^2} \sum_{i=0}^{\infty} \frac{1}{(2i+1)^2} \exp\left(- (2i+1)^2 \pi^2 D_{ef,A\text{ ou }S} \frac{t}{4L^2}\right) \right) \quad (2.8)$$

Sendo:

i = número de termos da série;

L = dimensão característica do material (meia espessura da placa) (m);

$M_{A\text{ ou }S}$ = adimensional do conteúdo de água ou de sólidos;

$D_{ef,A\text{ ou }S}$ = difusividade efetiva de água ou sólidos (m^2/s);

t = tempo (s).

O adimensional do conteúdo de água ou sólidos é dado pela Equação (2.9):

$$M_{A\text{ ou }S} = \frac{\overline{MC(t)} - MC_{eq}}{MC_0 - MC_{eq}} \quad (2.9)$$

Sendo:

MC_0 = massa inicial de água ou sólidos (kg);

MC_{eq} = massa de água ou sólidos no equilíbrio (kg).

O alcance do equilíbrio na transferência de massa no processo de desidratação osmótica pode ser muito demorado e, em alguns casos, pode não ser alcançado devido à instabilidade biológica e/ou física do produto a ser desidratado. Peleg (1988) propôs a Equação (2.10) para descrever as curvas de sorção que chegam ao equilíbrio assintoticamente. Esta equação foi redefinida por Palou *et al.* (1994) em termos do conteúdo de umidade e de sólidos. Assim, aplicando a teoria do limite na equação de Peleg,

o conteúdo no equilíbrio de água ou de sólidos (MC_{eq}) pode ser calculado de acordo com a Equação (2.11) (PARK *et al.*, 2002):

$$MC(t) = MC_0 \pm \frac{t}{k_1 + k_2 t} \quad (2.10)$$

$$MC_{eq} = \lim_{t \rightarrow \infty} \left(MC_0 \pm \frac{t}{k_1 + k_2 t} \right) = MC_0 \pm \frac{1}{k_2} \quad (2.11)$$

Para Rastogi e Raghavarao (1997), Rastogi e Raghavarao (2004) e Rastogi, Raghavarao e Niranjani (1997) que estudaram o efeito da concentração e da temperatura da solução na modelagem da cinética de desidratação osmótica de cenoura, abacaxi e banana, respectivamente, o gradiente de pressão osmótica é responsável pela difusão da água do alimento para a solução. Maiores temperaturas e concentrações de solução resultaram no aumento do gradiente de pressão osmótica e, conseqüentemente, em maiores valores para os coeficientes de difusão da água e dos solutos, utilizando a solução da Segunda Lei de Fick.

Na desidratação osmótica de pêra, em diferentes temperaturas (40 a 60°C) e concentrações das soluções de sacarose (40 a 70°Brix), Park *et al.* (2002) também utilizaram a Segunda Lei de Fick no ajuste dos dados experimentais. Foi encontrada uma tendência semelhante aos dos autores anteriores, onde o aumento da temperatura e do gradiente osmótico levou a maiores valores dos coeficientes de difusão de água e de solutos. Porém, para 60°C e 40 e 55°Brix, os valores do coeficiente de difusão dos solutos foram menores que para as outras temperaturas e a 70°Brix também foram menores do que para outras concentrações, à exceção do teste realizado a 60°C.

A taxa da transferência de massa sob vácuo é mais elevada que em condições de pressão atmosférica devido ao aumento da área interfacial, que é resultado do preenchimento dos poros com solução osmótica (Rastogi *et al.*, 2002). Entretanto, apesar da aplicação de vácuo na desidratação osmótica de alimentos alterar a taxa na qual o equilíbrio é alcançado, não altera o conteúdo de umidade no equilíbrio. Para a desidratação osmótica a pulso de vácuo, Fito e Chiralt (1996) assumiram que o transporte total de água e de solutos é causado pelo mecanismo hidrodinâmico e pelo mecanismo pseudo-fickiano. O termo referente ao mecanismo hidrodinâmico foi acrescentado na solução da Segunda Lei de Fick.

2.2.6 Contribuição do mecanismo hidrodinâmico na difusividade efetiva

Para a modelagem matemática da desidratação osmótica a pulso de vácuo, Fito e Chiralt (1996) inicialmente assumiram que o equilíbrio entre o alimento e o líquido que o rodeia será atingido quando o potencial químico de qualquer componente for o mesmo, em todas as fases presentes no sistema. Assim, o potencial químico da solução se iguala ao potencial químico da fase líquida da fruta (FLP):

$$\mu^A|_{\text{solução}} = \mu^A|_{FLP} \quad (2.12)$$

Sendo o potencial químico expresso por:

$$\mu^A = RT \ln a_w + \bar{V}P + \bar{V}\psi \quad (2.13)$$

Sendo:

R = constante universal dos gases;

T = temperatura (°C);

a_w = atividade de água;

\bar{V} = volume parcial molar da água (m³/mol);

P = pressão (N/m²);

ψ = potencial matricial (N/m²).

Para alimentos com alta umidade (por exemplo frutas), a contribuição do potencial matricial (ψ) pode ser desprezível. Durante a desidratação osmótica, normalmente não há gradientes de pressão, exceto a contribuição do turgor da célula, a qual supõe-se que desaparece no primeiro estágio do processo. Portanto, a relação de equilíbrio é dada por:

$$a_w|_{\text{solução}} = a_w|_{FLP} \quad (2.14)$$

Quando o principal soluto é o mesmo na solução osmótica e na fase líquida do alimento (FLP), a relação pode ser simplificada para (FITO e CHIRALT, 1996):

$$z_{eq}^A = y^A \quad (2.15)$$

Sendo:

z_{eq}^A = fração mássica da água na fase líquida do alimento no equilíbrio;

y^A = fração mássica da água na solução osmótica.

Assim, considera-se que a fração mássica de água ou de solutos na fase líquida no equilíbrio se iguala às frações mássicas da solução osmótica do sistema. Conseqüentemente, o valor da difusividade efetiva (ou pseudo-difusividade) é o mesmo para ambos os componentes e a seguinte relação foi estabelecida (FITO e CHIRALT, 1996):

$$D_{ef} = D_{ef}^A = D_{ef}^S \quad (2.16)$$

A mudança na concentração na fase líquida da fruta pode ser analisada em termos da redução da força direcional reduzida (Y). Calcula-se a composição da fase líquida da fruta pelas Equações (2.17) e (2.18) (FITO e CHIRALT, 1996).

$$z^A = \frac{x^A}{(x^A + x^S)} \quad (2.17)$$

$$z^S = \frac{x^S}{(x^A + x^S)} \quad (2.18)$$

Sendo:

x^A = fração mássica de água (g/g);

x^S = fração mássica de solutos (g/g);

z^A = fração mássica de água na fase líquida do produto (g/g);

z^S = fração mássica de solutos na fase líquida do produto (g/g).

Como a composição na fase líquida da fruta pode ser considerada como um sistema binário, composto de água e solutos, a força impulsora reduzida na fase líquida define-se de acordo com a Equação (2.19) (FITO e CHIRALT, 1996):

$$Y = Y_t^A = Y_t^S = \frac{(z_t^A - z_e^A)}{(z_0^A - z_e^A)} \quad (2.19)$$

Sendo:

$Y_t^{A,S}$ = Força direcional reduzida para água (w) ou para sólidos totais (s).

Fito e Chiralt (1996) assumiram que os transportes totais de água e solutos são causados por dois mecanismos:

1) O mecanismo hidrodinâmico que atua por curto tempo e é promovido pelos gradientes de pressão:

$$1 - Y_t^A \Big|_{t=0}^{t=t_{HDM}} \cong K \quad (2.20)$$

2) Um mecanismo pseudo-fickiano produzido pelos gradientes ativos ao longo do tempo e calculado pela solução integrada da Segunda Lei de Fick para placas semi-infinitas e curto tempo. Segundo Fito e Chiralt (1996), esta solução foi a que melhor se ajustou aos dados experimentais:

$$1 - Y_t^A \Big|_{t=0}^{t=t_{HDM}} = 2 \left(\frac{D_{ef} t}{L^2} \right)^{1/2} \left(\pi^{-1/2} + 2 \sum_{i=1}^{\infty} (-1)^i \operatorname{ierfc} \frac{iL}{\sqrt{(D_{ef} t)}} \right) \quad (2.21)$$

A seguinte expressão simplificada pode ser usada (primeiro termo da equação mais um termo independente (K)) (FITO e CHIRALT, 1996):

$$1 - Y_t^A \Big|_{t=0}^{t=t_{HDM}} = 2 \sqrt{\left(\frac{D_{ef} t}{\pi L^2} \right)} + K \quad (2.22)$$

A soma dos dois mecanismos (hidrodinâmico e pseudo-fickiano) resulta em:

$$1 - Y_t^A \Big|_{t=0}^{t=t} = K + 2 \sqrt{\left(\frac{D_{ef} t}{\pi L^2} \right)} \quad (2.23)$$

De acordo com Fito e Chiralt (1996), o parâmetro cinético K representa a contribuição do HDM nas mudanças de composição .

Chiralt e Fito (2003) compararam os valores das difusividades efetivas de fatias de maçã submetidas à desidratação osmótica (OD) e a PVOD e encontraram que a difusividade efetiva foi maior quando se aplicou o pulso de vácuo, exceto para os tratamentos a 25°Brix e 30 e 40°C. Nesta condição, as amostras mostraram uma elevada resistência à transferência de massa, devido à baixa concentração osmótica ou estresse

térmico. Os autores também relataram que o aumento da temperatura intensificou o efeito do pulso de vácuo na desidratação osmótica.

A contribuição do mecanismo hidrodinâmico na transferência de massa depende principalmente da porosidade e da distribuição dos poros no produto, devido ao aumento da área interfacial pelo preenchimento dos poros com solução osmótica (ZHAO e XIE, 2004; HOFMEISTER, SOUZA e LAURINDO, 2005). Escriche *et al.* (2000) verificaram uma pequena influência das condições de pressão na transferência de massa total, que pode ser atribuída a baixa porosidade do kiwi ($\epsilon_c = 0,0214 \pm 0,0019$) que limita a atuação do mecanismo hidrodinâmico. Em relação aos processos de OD, o processo a PVOD apresentou valores de difusividade efetiva maiores para o kiwi, mas não houve diferença para a variação do tempo do pulso de vácuo.

2.2.7 Antecedentes da desidratação osmótica de manga

Por suas excelentes qualidades nutritivas e sensoriais, aumento do consumo e da produção mundial, a manga tem sido utilizada por diversos pesquisadores para o estudo da desidratação osmótica, tanto em pressão ambiente quanto aplicando-se um pulso de vácuo. Giraldo *et al.* (2003) estudaram a influência da concentração na desidratação osmótica de cilindros de manga para os dois tipos de processo e verificaram uma maior impregnação da solução osmótica nos tecidos do produto, quando aplicaram um pulso de vácuo no início do processo. Os autores analisaram a cinética de ganho de açúcar e perda de água, além das alterações na massa e volume das amostras. Já Torres *et al.* (2006) estudaram a influência das condições de processo nas propriedades mecânicas de manga osmoticamente desidratada, utilizando soluções de sacarose com adição de lactato de cálcio. Os autores observaram que a aplicação do pulso de vácuo promoveu maior ganho de cálcio pela amostra, que foi refletido em uma melhora na textura da manga.

O estudo do efeito da pressão de vácuo e do tempo de aplicação no volume de solução isotônica impregnada em fatias de diversas frutas foi realizado por Mujica-Paz *et al.* (2003), utilizando a metodologia de superfície de resposta. Os resultados obtidos para a manga, mostraram que o tempo de vácuo linear e a pressão de vácuo quadrática foram

estatisticamente significativos, para a impregnação da fruta com a solução isotônica. Os diferentes resultados obtidos para as demais frutas estudadas mostraram a estreita relação entre a estrutura da fruta e o efeito provocado pelo pulso de vácuo aplicado no sistema.

A desidratação osmótica de manga pode ser utilizada como pré-tratamento para o melhoramento de produtos acabados, tais como *chips* de manga obtido por Torezan *et al.* (2004). Os autores utilizaram o processo combinado de desidratação osmótica e fritura, no qual obteve-se em um produto com boas características de qualidade, baixos teores de umidade (2-5%) e de lipídeos (11-13%) e boa aceitação sensorial, mostrando que o processo de desidratação osmótica pode ser uma boa alternativa de aplicação de tecnologia para o desenvolvimento de um novo produto e agregação de valor à matéria-prima.

2.3 Aspectos de qualidade dos alimentos processados

O conhecimento das propriedades dos alimentos é necessário no projeto e desenvolvimento de processos, no controle de qualidade e no acondicionamento dos produtos, sempre visando preservar suas características pelo maior tempo possível (RAHMAN, 2005). Uma propriedade do alimento é uma avaliação particular do seu comportamento como uma substância, ou, em termos de energia, sua interação com os sentidos humanos ou sua eficiência em promover a saúde e o bem-estar (MACCARTHY, 1997; RAHMAN e MCCARTHY, 1999). De maneira geral, as propriedades dos alimentos são classificadas em propriedades físicas e físico-químicas, cinéticas, sensoriais e funcionais (RAHMAN, 2005).

O conhecimento das alterações com o processamento nas propriedades dos alimentos, tais como viscosidade, textura e cor, é necessário para o melhoramento dos processos. As alterações ocorridas durante o processamento térmico, como o amaciamento do tecido em resposta às transformações químicas e físicas, pode tornar o produto inaceitável aos consumidores (RIZVI e TONG, 1997).

Apesar dos benefícios do processo osmótico frente aos processos de conservação convencionais (tais como a manutenção da textura e da cor), a perda de água e de sólidos naturais do alimento e a incorporação de sólidos da solução osmótica são responsáveis por

modificações nas propriedades viscoelásticas do tecido, devido à plasticidade da estrutura da amostra após o tratamento. Entre as principais alterações ocorridas no processo, estão a perda de turgor da célula, alterações na lamela média e na resistência da parede celular, mudanças nas frações de volume de ar e líquido na amostra, além de variações no tamanho e forma do alimento (CHIRALT *et al.*, 2001).

A aplicação de um pulso de vácuo no processo de desidratação osmótica pode provocar danos mecânicos na estrutura celular, como a separação celular, associada à deformação da amostra que ocorre quando o pulso de vácuo é aplicado. Na desidratação osmótica de kiwis a 30°C, Chiralt *et al.* (2001) observaram que a aplicação do pulso de vácuo provocou uma maior redução da tensão na ruptura do que os processos conduzidos à pressão atmosférica. Os autores também relataram que longos tempos de imersão não são favoráveis à manutenção das propriedades reológicas de tensão e deformação na ruptura do produto final. Para não haver prejuízo nessas características de qualidade, as condições do processo de desidratação osmótica, tanto à pressão atmosférica quanto com aplicação de um pulso de vácuo, devem ser avaliadas visando o mínimo dano ao produto.

2.3.1 Textura, parâmetros reológicos e de cor

Nos alimentos em geral, a textura é um dos mais importantes atributos entre aqueles que afetam a preferência e a aceitação por parte dos consumidores. As propriedades de textura estão relacionadas à estrutura do alimento, pertencendo ao sub-grupo de propriedades mecânicas ou reológicas (BOURNE, 1982). Apesar da textura estar relacionada diretamente às propriedades mecânicas, esta relação pode modificar-se pelo efeito de sua interação com outros atributos sensoriais (sabor e cor). Como os hábitos dos consumidores tornaram-se mais sofisticados, a importância da textura como atributo de qualidade vem aumentando significativamente, sendo necessário estabelecer técnicas eficientes de preservação, com o mínimo de dano ao produto.

A cor é uma importante propriedade em alimentos, já que na decisão de ingerir um alimento leva-se em conta o seu aspecto visual, especialmente a cor. Apesar de não estar

relacionada com o valor nutricional ou com propriedades funcionais, esta propriedade tem importância tecnológica, pois ela pode ser utilizada como índice de transformações naturais dos alimentos frescos ou de mudanças ocorridas no processo industrial. A desidratação osmótica confere à fruta melhores características de textura, uma maior retenção das vitaminas, intensificação do “flavor” e estabilidade na cor em relação à fruta desidratada por secagem convencional (KARATHANOS, KOSTARAPOULOS e SARAVACOS, 1995).

Em um estudo realizado com goiabas por Pereira *et al.* (2004), as características de cor da fruta fresca não foram alteradas pela desidratação osmótica realizada com solução de sacarose a 60°Brix e 40°C. Em relação às propriedades reológicas, a deformação na ruptura foi muito influenciada pelo processo de desidratação osmótica ao qual as goiabas foram submetidas. As goiabas osmoticamente desidratadas foram mais resistentes à deformação do que as frescas, denotando que o processo osmótico aumentou a elasticidade do produto, embora conferindo uma característica mais acentuada de dureza. Neste caso, as possíveis perdas estruturais provocadas pela desidratação osmótica podem ter sido compensadas pelo aumento da rigidez da estrutura celular, devido ao elevado teor de fibras da goiaba, associado à redução do conteúdo de água da fruta desidratada.

A influência da temperatura da solução, do tempo de processo e do regime de pressão na qualidade sensorial de goiaba minimamente processada por desidratação osmótica foi analisada por Panadés *et al.* (2003). Os resultados mostraram que o “flavor” sofreu influência destes fatores e que a cor e a firmeza não foram influenciadas. O maior dano causado ao “flavor” foi no processo à temperatura mais elevada (50°C) e com uso contínuo de vácuo.

Rodrigues, Cunha e Hubinger (2003) estudaram os efeitos da desidratação osmótica em pedaços de mamão, usando solução de sacarose com aditivos (ácido cítrico e láctico, lactado de sódio ou cloreto de cálcio), nas propriedades reológicas (tensão de ruptura e tempo de relaxação) e nos parâmetros de cor ao longo de 7 horas de processo. Verificou-se que as propriedades reológicas para os diferentes aditivos variam durante o processo. Sais de cálcio mostraram-se mais adequados para tempos curtos de processo (abaixo de 2 h). Quanto aos parâmetros de cor, os valores de croma aumentaram, mostrando a intensificação

da cor durante o processo. A luminosidade mostrou um ligeiro aumento para amostras tratadas com cloreto de cálcio, mas para os outros tratamentos a luminosidade diminuiu na primeira hora, retornando para os valores iniciais ao longo do processo.

No estudo da influência das variáveis de processo da desidratação osmótica em mamão sobre a qualidade do produto final, Heng, Guilbert e Cuq (1990) verificaram que tanto o aumento da temperatura (acima de 60°C), como a duração do processo (tempos superiores a 2h) foram fatores críticos que afetaram a perda dos pigmentos da fruta. Solução osmótica a 45°Brix (favorável para a penetração de açúcares) preserva mais a cor do que solução osmótica a 72°Brix, provavelmente resultado do efeito protetor do açúcar nos carotenóides.

2.3.2 Análise sensorial

A análise sensorial é um campo muito importante na indústria de alimentos, contribuindo para o desenvolvimento de novos produtos, controle de qualidade, reformulação e redução de custos de produtos, relações entre condições de processo, ingredientes, aspectos analíticos e sensoriais. Os testes sensoriais utilizam os órgãos dos sentidos humanos como "instrumentos" de medida e devem ser incluídos como garantia de qualidade de alimentos, por ser uma medida multidimensional integrada e poder determinar a aceitação de um produto por parte dos consumidores (CARDELLO e CARDELLO, 1998).

Diferentes testes sensoriais podem ser utilizados na avaliação dos produtos alimentícios, dentre eles, os testes de aceitação em que os consumidores classificam, através de uma escala, o seu gosto pelo produto, o quanto gostam ou desgostam do produto avaliado. Nos testes de aceitação, a comparação entre os diferentes produtos não é solicitada aos provadores. No entanto, ao se determinar a aceitação sensorial dos consumidores, utilizando a escala de notas, em um teste onde vários produtos são avaliados, a preferência do consumidor pode ser determinada indiretamente, através das notas

atribuídas aos diferentes produtos (LAWLESS e HEYMANN, 1999; STONE e SIDEL, 1993).

Os testes de aceitação devem ser realizados por uma equipe de, no mínimo, 25 provadores (testes de laboratório), que seja representativa do público-alvo. A escala hedônica de nove pontos é a mais utilizada nos testes de aceitação, devido à sua simplicidade, confiabilidade e validade de seus resultados. Os dados obtidos no teste de aceitação devem ser submetidos à análise de variância (ANOVA) e testes de Tukey, para a obtenção de informações sobre as diferenças entre os produtos analisados. As diferenças estatisticamente significativas entre as médias dos produtos são normalmente avaliadas a um nível de confiança de 95% (STONE e SIDEL, 1993).

2.3.3 Carotenóides

Os carotenóides são considerados os mais difundidos dos pigmentos naturais, encontrados nas plantas e microrganismos como algas e fungos. São essenciais para a vida e nenhum animal pode sintetizá-los, por isso devem ser ingeridos na dieta. Foram atribuídas funções diversas aos carotenóides e as principais são como corantes naturais de muitos alimentos e como precursores de vitamina A. Os carotenóides reagem com os radicais livres, notavelmente com os peróxidos e com o oxigênio molecular, sendo esta a base de sua ação antioxidante, diminuindo o risco de várias doenças degenerativas (STAHL e SIES, 1999).

Do ponto de vista de processamento, os carotenóides possuem um alto grau de insaturação, o que os torna altamente susceptíveis à degradação. No seu estado natural, a estrutura celular e a complexação com proteínas lhes conferem estabilidade.

A estabilidade dos carotenóides depende da disponibilidade de oxigênio, temperatura, exposição à luz, atividade de água, presença de metais, acidez e da sua própria estrutura (GODOY, 1985 e RODRIGUEZ-AMAYA, 1999). De acordo com Azevedo-Meleiro (2003), ainda existem algumas dúvidas na literatura quanto à composição de carotenóides em mangas. Os estudos iniciais apontavam o β -caroteno como principal

carotenóide da manga. Godoy (1985), utilizando cromatografia em coluna aberta, encontrou que o β -caroteno compreendia cerca de 70% do total dos carotenóides na manga Tommy Atkins. Contudo, Mercadante e Rodriguez-Amaya (1998) utilizando cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) identificaram a *trans*-violaxantina como o carotenóide majoritário, seguido por *cis*-violaxantina e β -caroteno, tanto para as mangas cultivar Keitt quanto para Tommy Atkins. Azevedo-Meleiro (2003) também identificou a violaxantina como carotenóide predominante, seguida por *cis*-violaxantina e β -caroteno em mangas cultivares Tommy Atkins, Haden e Palmer utilizando CLAE com detectores de arranjo de diodos e de massas e testes químicos. Como a violaxantina é altamente instável, perdas deste carotenóide podem ter ocorrido em alguma etapa da análise nos estudos mais antigos (AZEVEDO-MELEIRO, 2003).

Nos produtos processados de manga (polpa congelada, suco integral, suco pronto para beber e suco concentrado congelado açucarado), o α 11-*trans*- β -caroteno foi o carotenóide majoritário, perfazendo de 53 a 90% nos diferentes produtos estudados por Silva (2002). A violaxantina, o principal carotenóide da manga fresca, não foi detectada em três diferentes sucos de manga analisados por Mercadante e Rodriguez-Amaya (1998). A liberação de ácidos orgânicos durante a desintegração da manga pode ter criado as condições necessárias para a transformação da violaxantina em auroxantina, a qual não estava presente nas frutas frescas e foi detectada em quantidades apreciáveis nos sucos de manga.

Godoy (1985) relatou que o processamento da manga em pedaços não causou perdas significativas de β -caroteno. Entretanto no purê, a diminuição desse carotenóide ficou em torno de 13%. A quantidade de carotenóides na manga varia de acordo com a variedade da manga, região onde é cultivada, práticas culturais e do estágio de maturação no tempo de colheita.

2.3.4 Avaliação Estrutural: Microscopia

O estudo das alterações estruturais decorrentes do processamento das frutas e hortaliças através de ensaios de microscopia e textura instrumental tem se destacado nos últimos anos. As técnicas de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura ou transmissão têm se mostrado eficientes no conhecimento da microestrutura desses alimentos e suas alterações, apresentando uma boa correlação com as características de textura dos tecidos vegetais (PEREIRA, 2006).

De acordo com Wilkinson, Dijksterhuis e Minekus (2000), o estudo da microestrutura pode ser usado para ampliar o conhecimento das mudanças estruturais que ocorrem durante o processamento dos alimentos e a função dos diferentes ingredientes nessas alterações, permitindo um melhor controle da textura dos produtos. Com este propósito, a microscopia e outras técnicas de imagem estão sendo amplamente utilizadas, permitindo que a estrutura do alimento seja visualizada, oferecendo informações valiosas para um melhor entendimento da textura.

Para Pereira (2006), a avaliação estrutural das goiabas, através das imagens de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, foi importante para o estudo dos danos causados pelo processo osmótico em metades de goiaba e para a verificação do efeito preservador do lactato de cálcio na estrutura celular das frutas. Sormani *et al.* (1999) utilizaram ensaios de microscopia ótica e textura instrumental para verificar as alterações estruturais provenientes de diferentes pré-tratamentos (desidratação osmótica, secagem convencional e combinação de desidratação osmótica e secagem) durante o processo de congelamento-descongelamento de morangos. Segundo os autores, uma boa correlação foi obtida entre as alterações estruturais observadas durante o processamento e as características de textura das frutas.

Gras *et al.* (2002) avaliaram as alterações microestruturais, através da análise de microscopia eletrônica de varredura de diferentes vegetais, associadas com o volume deformado e o nível de impregnação das amostras submetidas à impregnação a vácuo com solução isotônica de sacarose. A cenoura, que possui baixa porosidade, não apresentou diferenças significativas na avaliação microscópica entre as amostras frescas e as

impregnadas. Para o cogumelo, devido às características da matriz sólida composta por um conjunto de hifas dispersas que causam uma alta porosidade efetiva, a impregnação da solução isotônica foi alta. A microscopia da amostra de cogumelo impregnada a vácuo mostrou os espaços do tecido preenchidos com a solução isotônica. Os autores encontraram que a infusão a vácuo com uma solução de interesse poderia ser usada para preencher os espaços intercelulares na matriz vegetal, sendo eficaz mesmo para amostras não-porosas, tais como cenouras.

Chafer *et al.* (2003) também usaram a técnica de microscopia eletrônica de varredura para analisar a microestrutura da casca de citrus antes e depois do processo de infusão a vácuo. Os resultados refletiram a alta capacidade de impregnação (45-70% do volume de amostra inicial) e inchamento (12-33% do volume de amostra inicial) do produto devido a alta porosidade da zona do albedo. Nesta zona, os grandes espaços intercelulares podem ser preenchidos por uma solução externa, assim, a casca de citrus é apropriada para a infusão a vácuo para a obtenção de novos produtos com melhores propriedades funcionais e sensoriais.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material

As mangas da variedade *Tommy Atkins* foram adquiridas no CEASA/Campinas, provenientes do vale do Rio São Francisco, em caixas contendo de 11 a 13 frutos, com aproximadamente 6 kg no total. As frutas foram selecionadas de acordo com o grau de maturação, entre 11 e 13°Brix.

As frutas foram sanitizadas através da lavagem em água corrente e depois foram mergulhadas por 10 minutos em uma solução contendo o Desinfetante Clorado para Verduras e Frutas Sumaveg (Diversey Lever, SP, Brasil) na concentração de 0,66% (p/v). Componente químico: Dicloro S. Triazinatriona Sódica Dihidratada com 3% de cloro ativo (PEREIRA, 2002).

A matéria-prima foi caracterizada quanto à composição química centesimal, sendo determinados os teores de umidade, cinzas, proteínas, lipídeos, açúcares redutores e totais e acidez segundo AOAC (1995). As características físicas foram avaliadas pelas medidas de peso, comprimento, diâmetro, sólidos solúveis, pH e ainda avaliou-se a atividade de água.

3.2 Equipamento

O processo de desidratação osmótica foi conduzido em um equipamento projetado para trabalhar à pressão atmosférica ou a vácuo. O equipamento, Figura 3.1, é composto por uma câmara encamisada, de aço inox (A-240-304), com acesso pela parte superior. O sistema de controle da temperatura de trabalho é constituído de um banho termostático (Tecnal, modelo TE-184, Piracicaba, Brasil) o qual faz a circulação do fluido térmico (glicol) dentro da camisa do equipamento. A faixa de trabalho vai de 5 a 70°C, sendo que de 5 a 25°C o banho termostático trabalha sob refrigeração.

Uma bomba centrífuga faz a recirculação da solução mantendo homogênea a temperatura e a suspensão de sólidos da solução desidratante. A vazão é monitorada por um medidor de vazão tipo turbina. Para a formação de vácuo, uma bomba de vácuo acoplada ao sistema opera em diferentes valores de pressão reduzida (até 250 mbar) e os valores de pressão são transmitidos através do sensor de pressão para o painel de controle. Esse painel controla o acionamento e o desligamento dos componentes do equipamento: bombas de recirculação e de vácuo e o banho termostático, além de programar o tempo em que o vácuo será aplicado. O equipamento faz a aquisição de dados de temperatura da solução osmótica, pressão de vácuo e vazão da solução e imprime esses dados ao longo do processo. Os detalhes da construção do equipamento de desidratação osmótica a vácuo foram apresentados por Vivanco (2006).

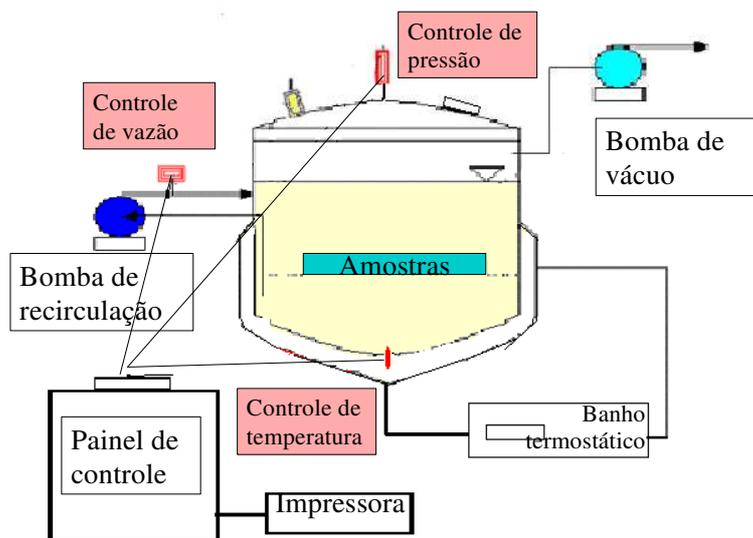


Figura 3.1: Esquema do equipamento de desidratação osmótica a pulso de vácuo

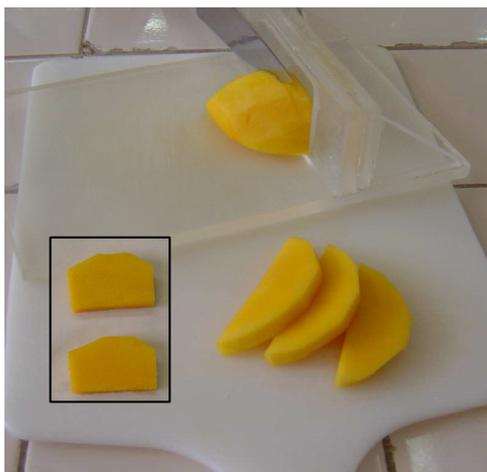
3.3 Métodos

3.3.1 Caracterização da matéria-prima

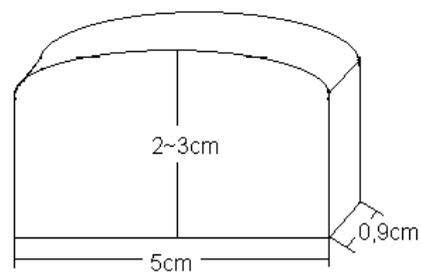
A matéria-prima foi caracterizada quanto à composição química centesimal, em relação aos teores de umidade, açúcares, fibras, proteínas, cinzas e lipídeos, de acordo com a metodologia da AOAC (1995). As características físicas foram avaliadas pelas medidas de peso, comprimento, diâmetro, sólidos solúveis e pH e, ainda, avaliou-se a atividade de água.

3.3.2 Preparo da matéria-prima

As frutas, previamente selecionadas, lavadas e sanitizadas, foram descascadas manualmente e as duas partes, paralelas ao caroço, foram cortadas. Estas partes foram fatiadas utilizando uma guia de acrílico de 0,9cm de profundidade, como mostra a Figura 3.2 (a). A largura das fatias foi padronizada em 5cm e a altura variou entre 2 e 3cm (Figura 3.2 (b)). Esta geometria foi escolhida devido à restrição de tamanho das bandejas utilizadas no equipamento, que possuem 6cm de largura e podem ser observadas na Figura 3.3.



(a)



(b)

Figura 3.2: (a) guia de acrílico e manga fatiada e (b) esquematização da fatia

3.3.3 Preparo da solução osmótica

As soluções desidratantes de sacarose utilizadas no processo osmótico foram preparadas com água destilada e sacarose comercial (Copersucar União, Piracicaba, SP, Brasil) variando-se as concentrações de acordo com as condições estabelecidas em cada ensaio realizado.

3.3.4 Desidratação osmótica

A solução osmótica foi previamente colocada no equipamento para a homogeneização da temperatura da solução determinada para o processo (cerca de uma ou duas horas antes do início do processo). Para a estabilização da temperatura, a bomba de recirculação e o banho termostático foram ligados sendo que o banho termostático foi regulado entre 5 e 10°C abaixo da temperatura de processo, compensando o aquecimento gerado, principalmente, pela bomba de recirculação da solução. Devido às características de projeto e escala do equipamento, a proporção mínima de fruta:solução foi de 1:35 (p/p) com um volume de solução de cerca de 22 litros.

De três a quatro fatias de manga foram pesadas e arrumadas em uma bandeja de metal perfurada, que foi fechada com uma tela metálica. As bandejas foram imersas na solução osmótica previamente estabilizada na temperatura de processo. A Figura 3.3 mostra o detalhe do interior do equipamento, com as mangas arrumadas nas bandejas. Antes das amostras serem colocadas na solução, desligou-se o banho termostático e a bomba de recirculação para que o equipamento fosse acionado no modo previamente programado.

Para a desidratação osmótica a pulso de vácuo (PVOD), assim que as bandejas foram arrumadas, o equipamento foi fechado e o sistema foi ligado (bomba de recirculação, banho termostático e bomba de vácuo). O vácuo foi aplicado pelo tempo e intensidade estabelecidos nos ensaios. Após a aplicação do vácuo, o equipamento foi aberto e o processo continuou à pressão atmosférica.

Para o processo de desidratação osmótica à pressão atmosférica, assim que a solução osmótica atingiu a temperatura de processo, as amostras arrumadas nas bandejas foram colocadas no equipamento até o tempo de processo desejado.

Em tempos pré-determinados (15, 30, 60, 120, 180 e 300 minutos), as amostras foram retiradas, drenadas, enxaguadas com água destilada e colocadas em papel absorvente, para remover o excesso de solução. As amostras foram pesadas e colocadas em potes herméticos mantidos sob refrigeração (5°C) para a realização das análises posteriores. As análises foram realizadas até 24h após o processo.

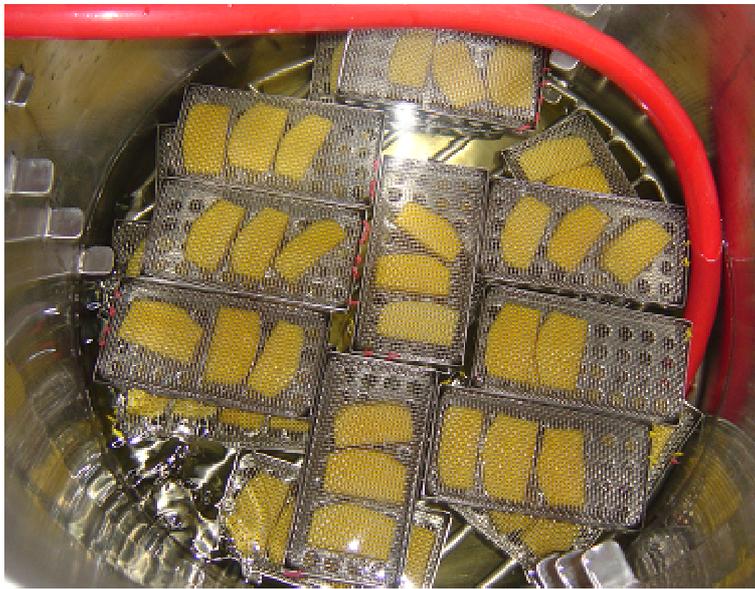


Figura 3.3: Interior do equipamento durante o processo

O acompanhamento da perda de peso (PP), perda de água (PA) e ganho de sólidos (GS) foi feito através das equações de (3.1) a (3.3). As variações de peso foram obtidas pela pesagem das amostras antes e depois do tratamento osmótico e o conteúdo de água foi obtido utilizando os teores de umidade, determinados segundo AOAC (1995).

$$PP(\%) = \frac{(M_0 - M_t)}{M_0} 100 \quad (3.1)$$

$$PA(\%) = \frac{(Ma_0 - Ma_t)}{M_0} 100 \quad (3.2)$$

$$GS(\%) = PA(\%) - PP(\%) \quad (3.3)$$

Sendo:

M_0 = massa inicial do produto (g);

M_t = massa do produto a um tempo t (g);

Ma_0 = conteúdo inicial de água no produto (g);

Ma_t = conteúdo de água no produto a um tempo t (g);

3.3.5 Planejamento experimental

3.3.5.1 Planejamento fatorial 2^{5-1}

Visando a otimização do processo de desidratação osmótica, foram utilizadas estratégias seqüenciais de planejamento experimental. Inicialmente foi feito um planejamento experimental fatorial 2^{5-1} , com 4 repetições no ponto central. Foram analisadas as variáveis independentes: temperatura de processo, concentração da solução osmótica, vazão de recirculação da solução, intensidade de pressão e tempo de aplicação do pulso de vácuo. Os níveis estudados para cada variável são mostrados na Tabela 3.1 e a Tabela 3.2 apresenta os ensaios realizados

Tabela 3.1: Níveis do planejamento experimental fracionário 2^{5-1}

Variável		Nível		
		-1	0	1
Tempo de vácuo (min)	Vt	5	10	15
Intensidade de vácuo (mbar)	Vp	50	125	200
Temperatura (°C)	T	20	30	40
Concentração (°Brix)	C	45	52,5	60
Recirculação (m ³ /h)	Re	2	2,5	3

O planejamento fatorial teve como objetivo avaliar os efeitos estatisticamente significativos das variáveis de processo estudadas em relação à perda de peso, perda de água, ganho de sólidos e atividade de água ao longo do processo e em relação à difusividade efetiva da água e de sólidos. A cinética de transferência de massa foi obtida para cada ensaio considerando-se os tempos de 15, 30, 60, 120, 180 e 300 minutos.

Tabela 3.2: Ensaio do planejamento experimental fracionário 2^{5-1}

Ensaio	Tempo de vácuo (min)	Intensidade de vácuo (mbar)	Temperatura (°C)	Concentração (°Brix)	Recirculação (m ³ /h)
1	5	50	20	45	3
2	15	50	20	45	2
3	5	200	20	45	2
4	15	200	20	45	3
5	5	50	40	45	2
6	15	50	40	45	3
7	5	200	40	45	3
8	15	200	40	45	2
9	5	50	20	60	2
10	15	50	20	60	3
11	5	200	20	60	3
12	15	200	20	60	2
13	5	50	40	60	3
14	15	50	40	60	2
15	5	200	40	60	2
16	15	200	40	60	3
17	10	125	30	52,5	2,5
18	10	125	30	52,5	2,5
19	10	125	30	52,5	2,5
20	10	125	30	52,5	2,5

Testes preliminares foram realizados para que se conhecesse o equipamento e se definisse a metodologia de trabalho. Para soluções osmóticas com concentração superior a 60°Brix, a vazão máxima da bomba de recirculação da solução foi de 3m³/h, restringindo o estudo da variação da vazão. O equipamento pode atingir temperaturas de até 70°C mas o recomendado para o trabalho com frutas é até 40°C (TORREGGIANI, 1993). A

estabilização da temperatura abaixo de 20°C foi demorada, principalmente em soluções mais viscosas, além de despende mais energia com a refrigeração da solução. Em relação à concentração, intensidade e tempo de vácuo, foram usados dados prévios da literatura (GIRALDO, *et al.*, 2003) para definir os seus valores, tanto mínimos quanto máximos.

3.3.5.2 Planejamento fatorial 2³

O planejamento fatorial completo 2³ com os pontos axiais e com 3 repetições no ponto central foi realizado considerando as variáveis independentes: temperatura de processo, concentração da solução osmótica e tempo de aplicação do pulso de vácuo. A vazão de recirculação foi fixada em 2,5m³/h e a intensidade de vácuo foi fixada em 100 mbar. Os níveis estudados são apresentados na Tabela 3.3:

Tabela 3.3: Níveis do planejamento experimental fatorial completo 2³

Variável	Nível				
	-1,68	-1	0	+1	+1,68
Concentração (°Brix)	45	49	55	61	65
Temperatura (°C)	20	24	30	36	40
Tempo de vácuo (min)	0	4	10	16	20

A Tabela 3.4 apresenta os ensaios realizados para o planejamento experimental. A cinética de transferência de massa foi obtida para cada ensaio, considerando-se os tempos de 15, 30, 60, 120, 180 e 300 minutos.

O planejamento fatorial teve como objetivo determinar as melhores condições de processo, visando a maior perda de água e de peso, menor ganho de sólidos e menor atividade de água e manutenção das propriedades reológicas de tensão e deformação na ruptura ao longo do processo.

O planejamento fatorial completo possibilita a obtenção de modelos estatísticos capazes de prever o comportamento das variáveis dependentes (respostas) em função das variáveis independentes, na faixa adotada. Os dados de cada resposta em função das variáveis independentes foram ajustados para a função matemática dada por (KHURI e

CORNELL, 1996):

$$\varphi = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_2 X_2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_3 X_3 + \beta_{33} X_3^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 \quad (3.4)$$

Sendo:

φ = resposta ou variável dependente (PP, PA, GS, aw, tensão e deformação na ruptura);

β_n = coeficientes de regressão;

X_i = variáveis independentes (temperatura de processo, concentração da solução osmótica e tempo de aplicação do pulso de vácuo).

Tabela 3.4: Ensaios do planejamento experimental 2^3

Ensaio	Concentração (°Brix)	Temperatura (°C)	Tempo de vácuo (min)
1	49	24	4
2	61	24	4
3	49	36	4
4	61	36	4
5	49	24	16
6	61	24	16
7	49	36	16
8	61	36	16
9	45	30	10
10	65	30	10
11	55	20	10
12	55	40	10
13	55	30	0
14	55	30	20
15	55	30	10
16	55	30	10
17	55	30	10

3.3.5.3 Validação dos modelos obtidos

A validação dos modelos obtidos no planejamento fatorial completo para a perda de água, perda de peso e ganho de sólidos foi feita através da comparação entre os valores

preditos pelos modelos e os obtidos experimentalmente na melhor condição do processo utilizando-se o desvio médio relativo. Para a comparação com o processo tradicional, fez-se também um ensaio nas mesmas condições sem aplicação do pulso de vácuo.

3.3.6 Caracterização do produto obtido na condição otimizada do processo

A caracterização das fatias de manga frescas e as processadas obtidas na condição otimizada do processo (com e sem aplicação de vácuo), foi feita através da atividade de água, umidade, teor de carotenóides, parâmetros de cor (L^* , a^* , b^* e C^*) e parâmetros reológicos de tensão e deformação na ruptura.

3.3.7 Cinética do processo da condição otimizada

As cinéticas de perda de água, perda de peso e ganho de sólidos da condição otimizada com e sem aplicação de vácuo foram feitas considerando 10h de processo. Com os dados da cinética, obtiveram-se os coeficientes de difusão através dos 3 métodos descritos no item 3.3.6.

A cinética da tensão e deformação na ruptura foi realizada para as mesmas condições da cinética de transferência de massa e considerando 5h de processo.

3.3.8 Modelagem matemática: coeficientes de difusão

Os dados experimentais de conteúdo de água e/ou de sólidos de fatias de manga submetidas ao processo de desidratação osmótica foram ajustados ao modelo difusional de Fick (Equação (2.8)) e ao modelo proposto por Fito e Chiralt (1996), que inclui no modelo de Fick um termo referente ao mecanismo hidrodinâmico (Equação (2.23)).

Os dados dos planejamentos fatoriais fracionário e completo foram ajustados ao modelo difusional de Fick pelo Método 2 e ao modelo proposto por Fito e Chiralt (1996) pelo Método 3. Os dados da condição otimizada obtida no planejamento fatorial completo foram ajustados ao modelo difusional de Fick pelos Métodos 1 e 2 e ao modelo proposto por Fito e Chiralt (1996) pelo Método 3.

Para a determinação da difusividade efetiva pelo modelo difusional de Fick, inicialmente estimaram-se a umidade e o ganho de sólidos no equilíbrio (MC_{eq}) através da equação de Peleg (Equação (2.10)), onde os parâmetros da equação (k_1 e k_2) foram obtidos através da estimativa não linear (quasi-Newton) do programa Statistica 5.0[®] (Statsoft, Tulsa, OK, EUA). Na equação 2.10, $MC(t)$ é dado pela umidade ou ganho de sólidos (kg) após o tempo t de processo e MC_0 (massa inicial de água (kg)) somente é considerado para a umidade, já que o ganho de sólidos inicial é zero. Para o ganho de sólidos, o sinal é negativo e para a umidade, o sinal é positivo.

Com o valor no equilíbrio, calculou-se o adimensional do conteúdo de água ou de sólidos através da Equação (2.9). Com os valores adimensionais, calculou-se a difusividade por três métodos:

Método 1

A difusividade efetiva foi calculada em todos os tempos da desidratação osmótica em que as amostras foram obtidas através da ferramenta “atingir meta” do programa Microsoft[®] Excel 2000 (Microsoft Corporation, EUA) (PARK *et al.*, 2005).

Método 2

Através da estimativa não-linear (quasi-Newton) do programa Statistica 5.0[®], obteve-se o valor da difusividade efetiva, considerando os cinco primeiros termos da série da Equação (2.8) dado por:

$$M_{A\text{ ou }S} = \frac{8}{\pi^2} \left\{ \left(\frac{1}{81 \exp(81K\pi^2 t)} \right) + \left(\frac{1}{49 \exp(49K\pi^2 t)} \right) + \left(\frac{1}{25 \exp(25K\pi^2 t)} \right) + \left(\frac{1}{9 \exp(9K\pi^2 t)} \right) + \left(\frac{1}{\exp(K\pi^2 t)} \right) \right\} \quad (3.5)$$

Sendo K dado por:

$$K = \frac{D_{ef,A\text{ ou }S}}{4L^2} \quad (3.6)$$

Método 3.

O Método 3 correspondente ao modelo proposto por Fito e Chiralt (1996) para a determinação da difusividade efetiva. Através da equação (2.23), obteve-se uma relação empírica para determinar as constantes cinéticas do processo.

$$1 - Y = K_1 + K_2 \sqrt{t} \quad (3.7)$$

Onde K_1 representa a contribuição do HDM na variação total da massa das amostras, enquanto que K_2 representa o efeito global do mecanismo pseudo-difusional na mudança de massa das amostras. Deste modo, graficou-se $(1 - Y) \times (\sqrt{t})$ e com o coeficiente angular da reta obtém-se o K_2 , dado por:

$$K_2 = 2 \sqrt{\left(\frac{D_e}{\pi L^2} \right)} \quad (3.8)$$

e Y é calculado pela Equação (2.20).

Para a comparação entre as difusividades encontradas pelos diferentes métodos, utilizou-se o desvio médio relativo calculado pela Equação (3.9):

$$P = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|(V_{pi} - V_{ei})|}{V_{ei}} \quad (3.9)$$

Sendo:

n = número de experimentos;

V_p = valor predito pelo modelo matemático;

V_e = valor experimental.

3.3.9 Fração volumétrica de líquido impregnada no interior dos poros

A fração volumétrica impregnada com solução isotônica pode ser utilizada como referência da quantidade de solução que se infiltra nos poros das amostras com a utilização do pulso de vácuo, sem a interferência da pressão osmótica exercida em soluções hipertônicas. Em vista disso, utilizou-se solução isotônica de sacarose no processo para a determinação da fração volumétrica impregnada. Assim, foi preparada soluções de sacarose com 18°Brix para o processo, com a mesma a_w da manga de 0,983. Após o preparo da solução, esta foi colocada no equipamento e seguiu-se o mesmo procedimento para os processos com soluções hipertônicas (item 3.3.2). As amostras foram cortadas em paralelepípedos de 0,9×2,0×5,0cm e pesadas antes e depois do processo. O volume foi determinado via divisão da massa inicial da amostra pela densidade aparente da manga.

Variou-se o tempo aplicado do pulso de vácuo de 5 a 20 minutos e de 10 minutos para uma pressão de 100 mbar e 250 mbar, respectivamente. Após o vácuo, as amostras foram deixadas na solução por mais 10 minutos e depois foram enxugadas e pesadas.

Os valores experimentais da fração volumétrica de líquido impregnada no interior dos poros (X_{exp}) da manga foram calculados através da Equação (3.10) (ANDRÉS, FITO e CHIRALT, 1995).

$$X_{exp} = \frac{M_f - M_0}{\rho_{sol} V_0} \quad (3.10)$$

Sendo:

M_0 = massa inicial da amostra (g)

M_f = massa final da amostra após a impregnação (g)

V_0 = volume inicial da amostra (cm³)

ρ_{sol} = massa específica da solução osmótica (g/cm^3)

O valor da fração volumétrica impregnada calculada pelo modelo hidrodinâmico é dada pela Equação (2.4) ($X = \varepsilon_e x_v$). A variável x_v é dada pela Equação (2.2) e, assumindo $r=R$, tem-se:

$$x_v = 1 - \frac{1}{\left(\frac{p_2}{p_1}\right)} = 1 - \frac{p_1}{p_2} \quad (3.11)$$

3.3.10 Perfil de concentração

Para determinar o perfil de concentração da solução osmótica na manga, utilizaram-se amostras de diferentes espessuras no processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo e em pressão atmosférica. As espessuras utilizadas foram de 1,0, 1,5, 2,0 e 2,5cm e faces de 2,0×2,0cm. As amostras foram pesadas e isoladas lateralmente com filme de PVC para que a transferência de massa fosse unidirecional nas faces de 2,0×2,0cm. Essas amostras foram colocadas na solução osmótica (60°Brix e 30°C) e retiradas aos 15 e 60 minutos de processo. As mangas foram deixadas em um banho de gelo para remover o excesso de solução e depois foram enxugadas e pesadas. Para desidratação osmótica a pulso de vácuo, o vácuo foi aplicado no início do processo por 10 minutos, utilizando 100 mbar de pressão de vácuo.

As amostras processadas foram cortadas de meio em meio centímetro, exceto a amostra de 1cm que foi cortada em três partes, e determinou-se a umidade de cada parte. Para a determinação da perda de água, considerou-se a massa total inicial e final da amostra.

3.3.11 Microscopia ótica

A avaliação estrutural através de microscopia ótica, foi feita para as amostras de manga fresca e desidratada osmoticamente. A desidratação osmótica foi realizada por 120

minutos com solução osmótica de 60°Brix a 30°C à pressão atmosférica e com a aplicação do pulso de vácuo por 10 e 20 minutos no início do processo.

Das mangas frescas e tratadas, foram retiradas amostras do meio da fatia, com aproximadamente 9×9×3mm, e foram fixadas em solução contendo 4% (v/v) de glutaraldeído, 0,2M de fosfato de potássio, 0,1M ácido cítrico monohidratado e 4% (p/v) de sacarose a pH 7,0 e, a seguir, foram submetidas à vácuo, para retirada do ar dos tecidos. Após esse procedimento, realizou-se a desidratação em série alcoólico-etílica até álcool 100%, utilizando soluções alcoólicas a 10, 30 e 50% com adição de 4% de sacarose e soluções alcoólicas a 70 e 100% sem adição do açúcar (PEREIRA, 2006).

As amostras desidratadas (série alcoólica-etílica) foram infiltradas em resina hidroxítol metacrilato (HistoResin, Leica Microsystems-Jung, Heidelberg, Alemanha), seccionadas a 8µm de espessura, utilizando micrótomo rotativo (820 Spencer Microtome, American Optical Corporation, New York, USA), montadas em lâminas e coradas com azul de toluidina a 0,05% em tampão acetato (pH 4,7) (O'BRIEN, FEDER e McCULLY, 1964). As amostras foram observadas em microscópio ótico Olympus, modelo BX 51 (Olympus Optical CO., Tokyo, Japão) (BRON, 2001).

3.3.12 Análise sensorial

Os produtos obtidos na melhor condição de processo, com e sem aplicação de vácuo, e as amostras sem tratamento osmótico foram submetidos a uma análise sensorial de aceitação, utilizando-se uma escala hedônica estruturada de nove opções, ancorada nos extremos pelos termos “9-Gostei muitíssimo” e “1-Desgostei muitíssimo”, sendo avaliado em relação à cor, aroma, sabor, textura e impressão global por 30 provadores não treinados, consumidores de manga (Figura (3.4)). A intenção de compra do consumidor também foi avaliada. A análise foi realizada em cabines individuais, sendo as amostras fornecidas aos provadores de forma monádica, em pires brancos codificados com 3 dígitos aleatórios (MEILGAARD, CIVILLE e CARR, 1999; STONE e SIDEL, 1993).

Nome: _____		Data: _____	
Amostra nº: _____			
Por favor, prove a amostra de manga e use a escala abaixo para indicar o quanto você gostou ou desgostou de cada amostra:			
9 – Gostei muitíssimo			
8 – Gostei muito			
7 – Gostei moderadamente			
6 – Gostei ligeiramente			
5 – Nem gostei / nem desgostei			
4 – Desgostei ligeiramente			
3 – Desgostei moderadamente			
2 – Desgostei muito			
1 – Desgostei muitíssimo			
Atributo:		Valor	
Cor		_____	
Aroma:		_____	
Sabor:		_____	
Textura:		_____	
Impressão global:		_____	
Comentários:	_____		
Assinale para esta amostra, qual seria sua atitude quanto à compra do produto. Justifique.			
<input type="checkbox"/> eu certamente compraria este produto.			
<input type="checkbox"/> eu provavelmente compraria este produto.			
<input type="checkbox"/> tenho dúvidas se compraria ou não esse produto.			
<input type="checkbox"/> eu provavelmente não compraria este produto.			
<input type="checkbox"/> eu certamente não compraria este produto.			
Justificativa:	_____		

Figura 3.4: Ficha da análise sensorial de fatias de manga

3.3.13 Determinações analíticas

3.3.13.1 Conteúdo de umidade

O conteúdo de umidade foi determinado utilizando estufa de circulação forçada a 70°C por 24 horas seguida por estufa a vácuo 84,6 kPa (25inHg) a 70°C por 24 horas (método 925.45, AOAC, 1995, adaptado). As análises foram feitas em triplicatas.

3.3.13.2 Atividade de água

A determinação da atividade de água, feita em triplicata, ao longo do processo foi realizada à temperatura de 25°C, utilizando-se o equipamento Aqualab, modelo CX-2T (Decagon Devices Inc., Pullman, WA, EUA).

3.3.13.3 Sólidos solúveis

A determinação de sólidos solúveis totais foi realizada em triplicata por leitura direta em refratômetro de bancada Zeiss West à temperatura ambiente (cerca de 25°C) (Zeiss West, Berlim, Alemanha).

3.3.13.4 Açúcares redutores

A determinação de açúcares redutores totais foi feita em triplicata segundo a metodologia de Munson-Walker General Method (AOAC, 1995).

3.3.13.5 Carotenóides

O conteúdo de carotenóides foi determinado utilizando-se a metodologia desenvolvida por Rodriguez-Amaya (1999). A determinação baseia-se na extração do mesmo em acetona seguida por separação do extrato em éter de petróleo, que é um bom e estável solvente para os carotenóides, formando-se assim duas fases, uma aquosa e uma etérea rica em carotenóides. O extrato foi diluído em balão volumétrico e foi feita a leitura da absorbância máxima em espectrofotômetro. As análises foram feitas em triplicatas. O conteúdo de carotenóides foi calculado de acordo com a Equação (3.12).

$$Ct = \frac{Abs V 10^6}{A_{1cm}^{1\%} M 100} \quad (3.12)$$

Sendo:

Ct = Conteúdo de carotenóides ($\mu\text{g/g}$);

V = volume do extrato obtido após separação na coluna cromatográfica (ml);

Abs = máxima absorvância medida;

$A_{1cm}^{1\%}$ = absorvância para o β -caroteno em éter de petróleo: 2592;

M = massa de amostra (g).

3.3.13.6 Massa específica aparente

A determinação da massa específica aparente foi feita em triplicata pelo método de picnometria líquida com tolueno como líquido de deslocamento. As medições foram feitas a 25°C, e o valor da massa específica aparente foi encontrado através da Equação (3.13):

$$\rho_{ap} = \frac{(m_1 - m_0)\rho_L}{m_3 - m_0 + m_1 - m_2} \quad (3.13)$$

Sendo:

ρ_{ap} = massa específica aparente (1000 kg/m³);

ρ_L = massa específica do líquido de deslocamento (Tolueno) (1000 kg/m³);

m_0 = massa do picnômetro vazio (kg);

m_1 = m_0 + massa da amostra (kg);

m_2 = m_1 + massa do líquido (kg);

m_3 = m_0 + massa do líquido (kg).

3.3.13.7 Porosidade efetiva

A determinação da porosidade efetiva (ϵ_e) foi feita em triplicata e calculada pela equação (3.14):

$$\epsilon_e = 1 - \frac{\rho_s}{\rho_{ap}} \quad (3.14)$$

Sendo:

ρ_s = massa específica da matriz sólida (1000 kg/m³);

ρ_{ap} = massa específica aparente determinada experimentalmente (1000 kg/m³).

Considerou-se a ρ_s com o valor de 1130 kg/m³ da literatura (BOUKOUVALAS *et al.*, 2006), pois há uma grande dificuldade em eliminar todos os poros do produto para que a massa específica da matriz sólida seja determinada corretamente.

3.3.14 Propriedades reológicas: tensão e deformação na ruptura

As propriedades reológicas estudadas foram a tensão e deformação na ruptura, determinadas através de ensaio de compressão uniaxial a altas deformações da amostra, com auxílio do texturômetro Universal Testing Machine modelo TAXT2i (Texture Analyser, Stable Micro Systems, Surrey, Inglaterra). A compressão da amostra foi realizada utilizando uma placa cilíndrica de acrílico lubrificada de 60 mm de diâmetro, a uma velocidade de compressão de 1 mm/s e 80% de deformação da amostra (RODRIGUES, CUNHA e HUBINGER, 2003). Os dados de força e altura fornecidos pelo equipamento foram convertidos à tensão (σ_H) e deformação (ε_H) de Hencky, de acordo com as Equações (3.15), (3.16) e (3.17). A tensão e deformação na ruptura foram calculadas pelo valor do pico da curva tensão-deformação (COSTELL *et al.*, 1997).

$$\sigma_H = \frac{F(t)}{A(t)} \quad (3.15)$$

$$\varepsilon_H = -\ln\left(\frac{H(t)}{H_0}\right) \quad (3.16)$$

Sendo:

σ_H = tensão de Hencky (Pa);

ε_H = deformação;

F(t) = força (N) em função do tempo t (s).

$$A(t) = \frac{A_0 H_0}{H(t)} \quad (3.17)$$

Sendo:

$A(t)$ = área (m^2) em função do tempo (s);

A_0 = área inicial da amostra (m^2);

H_0 = altura inicial da amostra (m);

$H(t)$ = altura da amostra (m) em função do tempo (s).

A tensão e a deformação na ruptura foram determinadas em quintuplicata para as amostras *in natura* e ao longo do processo e. Para se desconsiderar a influência do grau de maturação da fruta nos parâmetros reológicos, os resultados obtidos foram normalizados, ou seja, relacionados com os respectivos valores de tensão na ruptura para a fruta fresca utilizada em cada ensaio, por meio da razão entre eles.

3.3.15 Avaliação de cor instrumental

A cor foi avaliada através do sistema de leitura de três parâmetros, o CIELAB, proposto pela Commission Internationale de l'Eclairage (CIE) em 1971. Os parâmetros L^* , a^* e b^* foram fornecidos pelo espectrofotômetro de bancada Color Quest II, marca Hunter Lab (Hunter Lab, Reston, USA), onde L^* define a luminosidade ($L^*=0$ preto e $L^*=1$ branco) e a^* e b^* são responsáveis pela cromaticidade ($+a^*$ vermelho e $-a^*$ verde), b^* ($+b^*$ amarelo e $-b^*$ azul). Foi utilizado módulo de calibração de Reflectância Especular Incluída (RSIN) com o iluminante D65 e um ângulo de observação de 10° (CALVO, DURÁN, 1997). As análises foram realizadas em triplicata. Os parâmetros avaliados foram a luminosidade L^* , que indica o grau de claro e escuro, o croma (C^*), que indica a saturação ou a intensidade da cor e o tom (H^*), que diz respeito à classificação das cores (vermelho, verde, etc.). O croma e o tom foram calculados a partir das relações:

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (3.18)$$

$$H^* = \arctan\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad (3.19)$$

3.4 Análise Estatística

Os resultados obtidos durante os experimentos foram avaliados estatisticamente através da Análise da Variância, aplicando o teste de Tukey ao nível de 5% de significância, com o auxílio do programa STATISTICA 5.0.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização da matéria-prima

Os dados da composição química centesimal, pH e a_w da manga Tommy Atkins utilizada nos ensaios foram obtidos em triplicata e a massa, comprimento e diâmetro foram medidos em 12 amostras. A média \pm desvio padrão dos dados obtidos para a composição química, caracterização física e a_w são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1. Composição química, caracterização física e a_w da manga (Tommy Atkins var.)

Análise	Valor médio \pm desvio padrão
Umidade em base úmida (%)	85,98 \pm 1,73
Açúcares totais (%)	11,42 \pm 1,63
Açúcares redutores (%)	3,86 \pm 0,12
Sólidos solúveis totais (°Brix)	12,18 \pm 1,07
Fibras (%)	1,19 \pm 0,17
Proteína (Nx6,25) (%)	0,68 \pm 0,09
Cinzas (%)	0,29 \pm 0,03
Lipídios (%)	0,45 \pm 0,07
pH	3,20 \pm 0,53
a_w	0,983 \pm 0,002
Massa (g)	552,4 \pm 54,1
Comprimento (cm)	11,9 \pm 0,5
Diâmetro (cm)	10,0 \pm 0,4

Os resultados foram semelhantes aos publicados na Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO, 2006) já apresentados na Tabela 2.1, cujos resultados mostram que a manga Tommy Atkins é uma fruta composta basicamente de água e carboidratos e com um bom teor de fibras. A composição química publicada por Morton (1987) (Tabela 2.1) apresenta teor de umidade menor e teor de açúcares maior indicando que as mangas analisadas seriam mais maduras do que as utilizadas neste trabalho, além de

serem de outras variedades e locais de cultivo. Rodrigues (2005) também trabalhou com mangas Tommy Atkins e obteve $13,17 \pm 1,22\%$ de teor de açúcares e $4,04 \pm 0,08$ de pH e estes valores mostram que as mangas eram mais maduras do que neste trabalho onde o teor de açúcares e o pH obtidos para as mangas foram de $11,42 \pm 1,63\%$ e $3,20 \pm 0,53$.

4.2 Planejamento experimental fracionário 2⁵⁻¹

Os resultados para perda de peso, perda de água, ganho de sólidos e a_w , considerando três tempos representativos do processo (60, 120 e 300 minutos) no ensaio do planejamento fracionário são apresentados na Tabela 4.2. Os demais tempos de processo estudados (15, 30 e 180 minutos) apresentaram tendências semelhantes aos tempos analisados e as análises estatísticas referentes a esses tempos são apresentadas no Apêndice A.

Tabela 4.2: Perda de peso (PP), perda de água (PA), ganho de sólidos (GS) e a_w para os tempos 60, 120 e 300 minutos

Teste	PP (g/100g)			PA (g/100g)			GS (g/100g)			a_w		
	60	120	300	60	120	300	60	120	300	60	120	300
1	6,61	12,68	22,26	7,98	15,38	26,02	1,37	2,70	3,76	0,980	0,980	0,976
2	7,37	12,04	16,47	10,39	16,27	23,17	3,02	4,24	6,70	0,983	0,979	0,976
3	8,72	15,92	24,51	10,14	18,37	28,01	1,42	2,45	3,50	0,980	0,977	0,973
4	6,48	13,19	20,18	8,67	16,16	25,14	2,19	2,97	4,96	0,980	0,979	0,974
5	12,67	20,59	28,68	14,73	23,00	32,70	2,05	2,40	4,02	0,980	0,976	0,964
6	11,18	17,29	28,06	13,87	21,57	34,85	2,69	4,28	6,78	0,976	0,972	0,962
7	13,74	20,62	30,38	17,63	25,74	36,85	3,89	5,12	6,47	0,977	0,974	0,967
8	13,54	20,27	31,47	15,49	24,08	38,12	1,95	3,81	6,65	0,969	0,968	0,961
9	13,30	22,22	33,03	15,19	24,25	34,80	1,89	2,04	1,77	0,981	0,978	0,973
10	12,67	19,49	34,11	14,48	22,20	36,96	1,81	2,71	2,84	0,979	0,975	0,971
11	9,00	19,87	31,98	10,15	21,23	35,26	1,15	1,35	3,27	0,977	0,975	0,969
12	10,69	19,79	30,13	11,84	20,57	32,53	1,15	0,78	2,40	0,981	0,976	0,970
13	22,37	36,58	49,83	24,75	39,59	53,28	2,39	3,01	3,45	0,978	0,969	0,956
14	20,89	30,46	45,48	23,53	35,94	51,65	2,65	5,48	6,17	0,979	0,974	0,965
15	23,90	36,79	50,68	25,48	39,50	54,63	1,57	2,70	3,95	0,977	0,970	0,956
16	17,34	32,97	47,88	19,23	36,90	52,92	1,89	3,93	5,04	0,976	0,970	0,958
17	13,21	22,19	37,10	15,56	26,03	41,84	2,36	3,84	4,74	0,979	0,976	0,968
18	14,48	26,04	39,63	16,59	28,98	43,61	2,11	2,94	3,97	0,976	0,974	0,970
19	13,87	15,44	26,65	16,84	18,83	31,48	2,97	3,38	4,83	0,978	0,977	0,970
20	13,21	19,27	33,46	17,09	24,18	39,24	3,88	4,91	5,78	0,975	0,970	0,963

Para a análise estatística, foram calculados a estimativa dos efeitos sobre as respostas estudadas, o erro padrão e a significância estatística (p-valor). Os valores dos efeitos estimados indicam quanto cada fator influencia na resposta estudada. Quanto maior é o seu valor, maior é a sua influência, e um efeito positivo indica que ao passar de um valor mínimo a um valor máximo da variável, a resposta aumenta. Já um efeito negativo indica o contrário, ou seja, ao passar de um valor mínimo para o valor máximo, a resposta diminui. O valor do coeficiente p está relacionado ao nível de significância da variável independente sobre a resposta em estudo. Foi escolhido como intervalo de confiança o valor de 90%, ou seja, para valores de p inferiores a 0,10, a variável foi considerada estatisticamente significativa. Caso contrário foi considerada não significativa.

4.2.1 Perda de peso e perda de água

A Tabela 4.3 apresenta os valores da estimativa dos efeitos, erro padrão e o p-valor das variáveis de processo na perda de peso e perda de água. A análise estatística a 90% de confiança mostrou que a perda de peso e a perda de água foram afetadas positivamente pela concentração da solução osmótica e pela temperatura. As perdas de água e de peso são favorecidas por soluções mais concentradas, devido ao aumento do gradiente osmótico entre a fruta e a solução osmótica.

A temperatura mostrou uma grande influência na transferência de massa (Figuras 4.1 e 4.2). Isto pode ser relacionado ao aumento da permeabilidade da membrana celular, causada pelas temperaturas mais elevadas (LAZARIDES, KATSANIDIS e NICKOLAIDIS, 1995 e UDDIN *et al.*, 2004), e à redução da viscosidade da solução osmótica, que faz com que a resistência externa à transferência de massa seja menor.

A pressão de vácuo (50 a 200 mbar), o tempo de aplicação do pulso de vácuo (5 a 15 minutos) e a vazão de recirculação da solução (2 a 3 m³/h) não apresentaram influência significativa sobre a perda de peso e de água, para um nível de 90% de confiança. O intervalo estudado desses parâmetros pode não ter sido suficiente para provocar alterações nas respostas (MAVROUDIS *et al.*, 1998; MÚJICA-PAZ *et al.*, 2003). Devido a limitações

na bomba responsável pela recirculação da solução (não bombeia mais do que 3m³/h para soluções acima de 60°Brix) o nível estudado não pôde ser mais elevado.

Tabela 4.3: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a perda de peso e perda de água

	60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Estimativa efeito	Erro padrão	P- valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P- valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P- valor
Perda de Peso									
Média	13,262	0,407	<0,01	21,686	0,711	<0,01	33,100	0,839	<0,01
Vt (min)	-1,269	0,911	0,19	-2,471	1,591	0,14	-2,196	1,876	0,26
Vp (mbar)	-0,453	0,911	0,63	1,010	1,591	0,54	1,162	1,876	0,55
T (°C)	7,596	0,911	<0,01	10,048	1,591	<0,01	12,473	1,876	<0,01
C (°Brix)	6,230	0,911	<0,01	10,697	1,591	<0,01	15,141	1,876	<0,01
Re (m ³ /h)	-1,462	0,911	0,13	-0,673	1,591	0,68	0,529	1,876	0,78
Perda de Água									
Média	15,482	0,474	<0,01	24,937	0,740	<0,01	37,653	0,835	<0,01
Vt (min)	-1,069	1,059	0,33	-1,670	1,655	0,33	-0,776	1,868	0,68
Vp (mbar)	-0,783	1,059	0,47	0,543	1,655	0,75	1,254	1,868	0,51
T (°C)	8,234	1,059	<0,01	11,485	1,655	<0,01	14,141	1,868	<0,01
C (°Brix)	5,719	1,059	<0,01	9,951	1,655	<0,01	13,395	1,868	<0,01
Re (m ³ /h)	-1,253	1,059	0,26	-0,403	1,655	0,81	0,706	1,868	0,71

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 90% de confiança

De acordo com Fito *et al.* (1996) e Mújica-Paz *et al.* (2003), não é recomendável aplicar níveis elevados de pressão de vácuo, assim como longos tempos, pois isso causaria uma deformação irreversível no tecido da fruta, levando a uma redução da porosidade e diminuindo o volume livre disponível para a impregnação, além das conseqüências à microestrutura e qualidade do produto final.

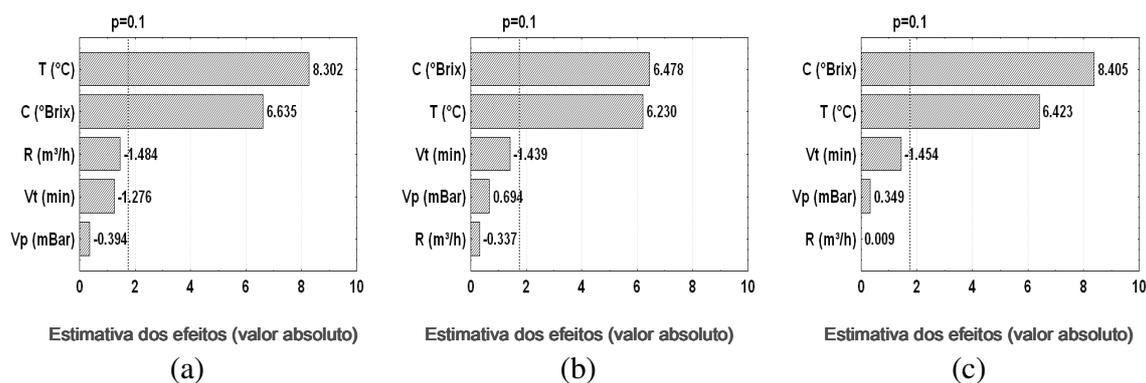


Figura 4.1: Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para perda de peso a (a) 60 minutos (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo

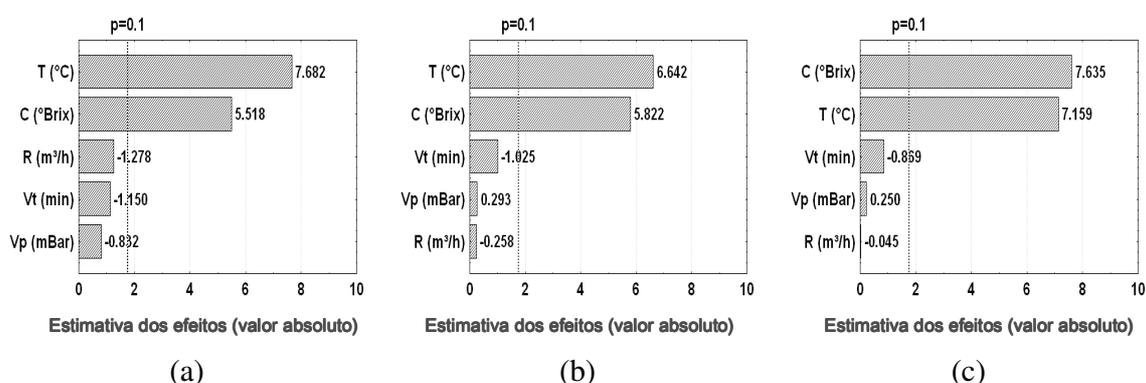


Figura 4.2: Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para perda de água a (a) 60 minutos, (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo

4.2.2 Ganho de sólidos

A Tabela 4.4 apresenta os valores da estimativa dos efeitos, erro padrão e o p-valor das variáveis de processo no ganho de sólidos. A análise estatística a 90% de confiança mostrou que nenhuma variável afetou significativamente o ganho de sólidos aos 60 minutos de processo. O pulso de vácuo aplicado no início do processo provoca a remoção do ar de dentro dos poros da fruta e, quando o vácuo é quebrado, a solução osmótica penetra nos poros independentemente da variação dos fatores estudados (FITO, 1994). Desta forma, a influência dos fatores estudados no ganho de sólidos pode ter sido suavizada pela aplicação do vácuo no início do processo e esses fatores não mostraram significância estatística.

Após 120 minutos de processo, a temperatura, que é uma variável que caracteristicamente afeta o processo de desidratação osmótica, começou a alterar significativamente o ganho de sólidos (Figura 4.3). A concentração osmótica e o tempo de aplicação do vácuo começaram a afetar significativamente o ganho de sólidos após 180 minutos de processo. A temperatura e o tempo de vácuo afetaram positivamente a incorporação de solutos, ou seja, temperaturas mais altas e tempos mais longos de vácuo levaram ao aumento do ganho de sólidos. O aumento da concentração apresentou influência negativa sobre essa resposta, explicada pela alta viscosidade das soluções mais concentradas que dificulta a entrada dos solutos no produto como já comentado por Torreggiani (1993) e Barat, Chiralt e Fito (2001).

Mújica-Paz *et al.* (2003) relataram que o tempo de impregnação de vácuo (entre 3 e 45 minutos de vácuo seguido de 25 minutos à pressão atmosférica) apresentou um efeito linear no volume impregnado pela manga com solução osmótica, porém a intensidade do vácuo não foi significativa. Escriche *et al.* (2000) não observaram diferença entre os tratamentos quando aplicaram 5, 10 ou 15 minutos de vácuo na desidratação osmótica de kiwi, usando soluções de sacarose e suco de uva como agentes desidratantes.

Tabela 4.4: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para ganho de sólidos

	60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor
Média	2,220	0,173	<0,01	3,251	0,222	<0,01	4,553	0,204	<0,01
Vt (min)	0,200	0,386	0,61	0,801	0,496	0,13	1,419	0,457	<0,01
Vp (mbar)	-0,330	0,386	0,41	-0,468	0,496	0,36	0,092	0,457	0,84
T (°C)	0,637	0,386	0,12	1,437	0,496	0,01	1,668	0,457	<0,01
C (°Brix)	-0,511	0,386	0,21	-0,746	0,496	0,16	-1,745	0,457	<0,01
R (m ³ /h)	0,209	0,386	0,60	0,269	0,496	0,60	0,177	0,457	0,70

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 90% de confiança

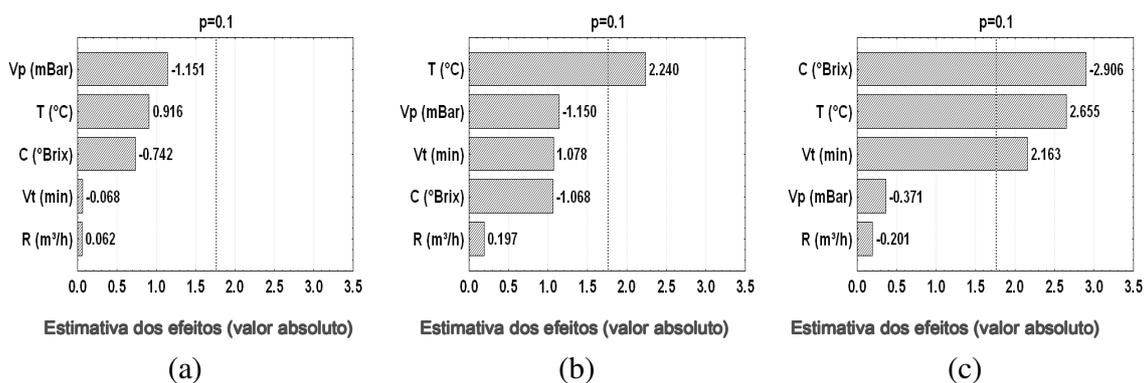


Figura 4.3: Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para o ganho de sólidos a: (a) 60 minutos, (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo

4.2.3 Atividade de água

A análise estatística a 90% de confiança mostrou que a atividade de água foi afetada negativamente pela temperatura em todos os tempos de processo analisados, ou seja, o aumento da temperatura provocou a redução da atividade de água das amostras para um mesmo tempo de processo. A concentração osmótica começou a afetar negativamente a a_w a partir dos 120 minutos. A Tabela 4.5 apresenta os valores dos efeitos das variáveis de processo para a atividade de água. A depressão da a_w pode ser associada principalmente à perda de água e à incorporação de sólidos durante a desidratação osmótica. A temperatura foi a variável mais importante na transferência de massa da água e dos solutos e, como consequência, a a_w foi afetada principalmente por este fator. Embora altas concentrações osmóticas favoreçam a perda de água, não favorecem o ganho de sólidos e, portanto, a concentração teve uma menor significância na depressão da a_w em comparação com o efeito da temperatura, como pode ser visualizado na Figura 4.4.

As variáveis recirculação da solução, tempo e intensidade da aplicação do vácuo não apresentaram efeito significativo sobre a atividade de água.

Tabela 4.5: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a_w

	60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor
Média	0,979	0,000	<0,01	0,975	0,000	<0,01	0,967	0,001	<0,01
Vt (min)	0,000	0,001	0,91	0,000	0,001	0,92	0,001	0,001	0,47
Vp (mbar)	-0,001	0,001	0,18	-0,001	0,001	0,28	-0,001	0,001	0,36
T (°C)	-0,002	0,001	0,01	-0,005	0,001	<0,01	-0,011	0,001	<0,01
C (°Brix)	0,000	0,001	0,56	-0,003	0,001	0,01	-0,005	0,001	<0,01
R (m ³ /h)	-0,001	0,001	0,13	-0,001	0,001	0,17	-0,001	0,001	0,35

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 90% de confiança

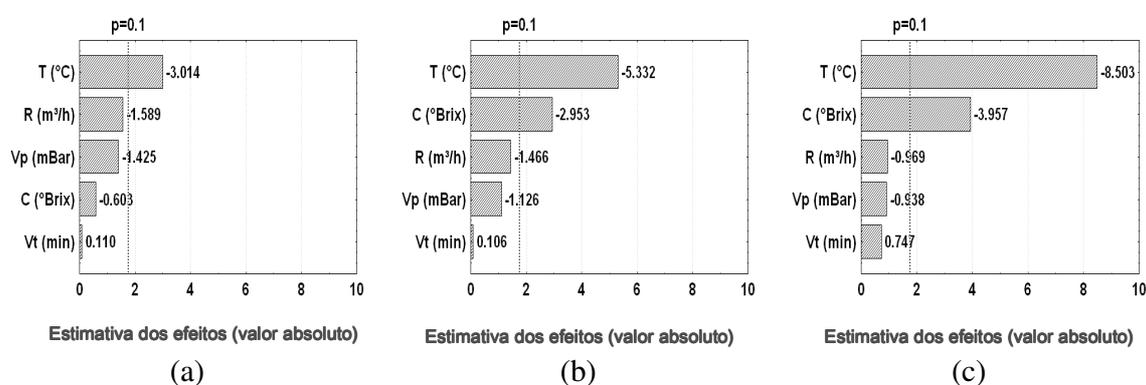


Figura 4.4. Estimativa dos efeitos (valores absolutos) para a_w : (a) 60 minutos, (b) 120 minutos e (c) 300 minutos de processo

4.2.4 Coeficientes de difusividade efetiva

Determinou-se a difusividade efetiva através do modelo difusional de Fick (Método 2), que possibilita o cálculo da difusividade da água (D_{efA}) e de solutos (D_{efS}) individualmente, e através do modelo pseudo-difusional que inclui o termo da contribuição do mecanismo hidrodinâmico no processo (Método 3), o qual considera que a difusividade da água e dos solutos é a mesma no equilíbrio (FITO e CHIRALT, 1996).

Os valores da D_{efA} apresentados na Tabela 4.6, variaram entre $5,39$ e $9,75 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e os valores da D_{efS} variaram entre $2,74$ e $13,96 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$. Os dados experimentais se ajustaram bem ao modelo difusional de Fick, apresentando valores de coeficiente de determinação (R^2) superiores a $0,974$ para a água e $0,927$ para os solutos e os desvios

relativos médios (P (%)) entre os valores experimentais e os calculados foram menores que 15%.

A comparação com os dados de difusividades relatados na literatura não é fácil, devido às diferentes condições operacionais e aos diferentes métodos usados por cada autor, em adição a variabilidade na composição e na estrutura de cada material (SARAVACOS e MAROULIS, 2001). A magnitude encontrada para a maioria dos valores de difusividade efetiva de água em alimentos, compilados por Saravacos e Maroulis (2001), está entre 10^{-10} e 10^{-9} m²/s, que foi o intervalo observado neste trabalho. Park *et al.* (2002) encontraram valores de difusividade de pêras em cubos entre $0,35 \times 10^{-9}$ e $1,92 \times 10^{-9}$ m²/s para a água e entre $0,20 \times 10^{-9}$ a $3,60 \times 10^{-9}$ m²/s para os sólidos a diferentes temperaturas. Khoiyi e Hesari (2007) e Emam-Djomeh *et al.* (2006) encontraram magnitudes similares para a difusividade efetiva de água e solutos em damasco e fatias de maçã, respectivamente, submetidos ao processo de desidratação osmótica em soluções de sacarose.

Tabela 4.6: Difusividade efetiva de água e de solutos calculada pelo Modelo de Fick

Testes	Água			Solutos		
	$D_{efA} \times 10^{10}$ (m ² /s)	R ²	P (%)	$D_{efS} \times 10^{10}$ (m ² /s)	R ²	P (%)
1	5,386	0,976	4,17	6,638	0,949	11,27
2	7,642	0,988	6,54	4,836	0,982	4,77
3	5,683	0,984	4,86	6,354	0,969	6,35
4	6,012	0,991	2,48	3,980	0,983	3,22
5	6,103	0,974	8,48	5,256	0,942	10,50
6	6,840	0,991	4,52	4,670	0,980	4,39
7	8,305	0,976	9,49	7,828	0,960	8,47
8	7,111	0,994	3,47	2,743	0,943	8,15
9	7,044	0,980	7,49	12,26	0,927	14,64
10	7,837	0,992	5,00	13,96	0,969	12,52
11	5,643	0,986	5,17	9,128	0,959	10,93
12	6,262	0,995	2,43	6,202	0,962	6,86
13	7,496	0,976	8,85	6,082	0,937	9,46
14	8,569	0,985	8,37	4,982	0,945	9,73
15	7,137	0,983	7,66	5,370	0,943	7,30
16	9,752	0,982	9,01	8,459	0,983	5,20
17	7,038	0,979	6,01	9,263	0,978	7,16
18	8,142	0,993	5,01	10,05	0,988	3,34
19	8,534	0,988	5,48	7,562	0,990	3,52
20	8,616	0,991	4,49	8,327	0,994	2,39

Os resultados das análises estatísticas, aplicadas à difusividade efetiva são apresentados na Tabela 4.7 e na Figura 4.5. A análise estatística a 90% de confiança mostrou que a difusividade efetiva de água (D_{efA}) foi afetada positivamente pela temperatura, tempo de vácuo e concentração osmótica. O p-valor obtido para a concentração ($p=0,122$) indica um intervalo de confiança de 87,8%, muito próximo ao intervalo considerado. Assim, esta variável também foi considerada como estatisticamente significativa. Da mesma forma que para a perda de água, a temperatura e concentração foram estatisticamente significativas para a resposta D_{efA} indicando uma relação direta entre a perda de água e a difusividade de água.

Tabela 4.7: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a difusividade efetiva de água e de sólidos calculada pelo Método 2

	D_{efA}			D_{efs}		
	Estimativa Efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor
Média	$7,258 \times 10^{-10}$	$2,261 \times 10^{-11}$	<0,01	$7,198 \times 10^{-10}$	$5,063 \times 10^{-11}$	<0,01
Vt (min)	$9,037 \times 10^{-11}$	$5,055 \times 10^{-11}$	0,10	$-1,135 \times 10^{-10}$	$1,132 \times 10^{-10}$	0,33
Vp (mbar)	$-1,265 \times 10^{-11}$	$5,055 \times 10^{-11}$	0,81	$-1,078 \times 10^{-10}$	$1,132 \times 10^{-10}$	0,36
T (°C)	$1,225 \times 10^{-10}$	$5,055 \times 10^{-11}$	0,03	$-2,247 \times 10^{-10}$	$1,132 \times 10^{-10}$	0,07
C (°Brix)	$8,323 \times 10^{-11}$	$5,055 \times 10^{-11}$	0,12	$3,018 \times 10^{-10}$	$1,132 \times 10^{-10}$	0,02
R (m ³ /h)	$2,149 \times 10^{-11}$	$5,055 \times 10^{-11}$	0,68	$1,593 \times 10^{-10}$	$1,132 \times 10^{-10}$	0,18

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 90% de confiança

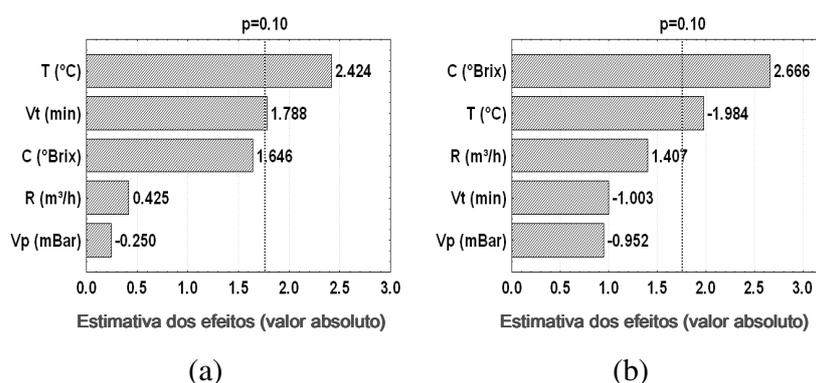


Figura 4.5. Estimativa dos efeitos (valores absolutos) da difusividade efetiva de (a) água e de (b) sólidos calculada pelo Método 2

A análise estatística a 90% de confiança mostrou que a difusividade efetiva de solutos (D_{efs}) foi afetada positivamente pela concentração osmótica e negativamente pela temperatura. Em soluções mais concentradas, a estabilidade no ganho de sólidos foi alcançada mais rapidamente e, assim, os valores de difusividade que medem a taxa de transferência foram superiores. Do mesmo modo, altas temperaturas, que favorecem a transferência de massa, causaram uma redução no valor da difusividade efetiva, uma vez que a difusividade é calculada levando-se em consideração o equilíbrio dinâmico, que é atingido mais rapidamente em temperaturas mais baixas, como pode ser observado na Figura 4.7. As Figuras 4.6 e 4.7 apresentam a perda de água (g/g) e o ganho de solutos (g/g) a duas diferentes temperaturas e concentrações para os dados experimentais e para os calculados, obtidos através do modelo de Fick.

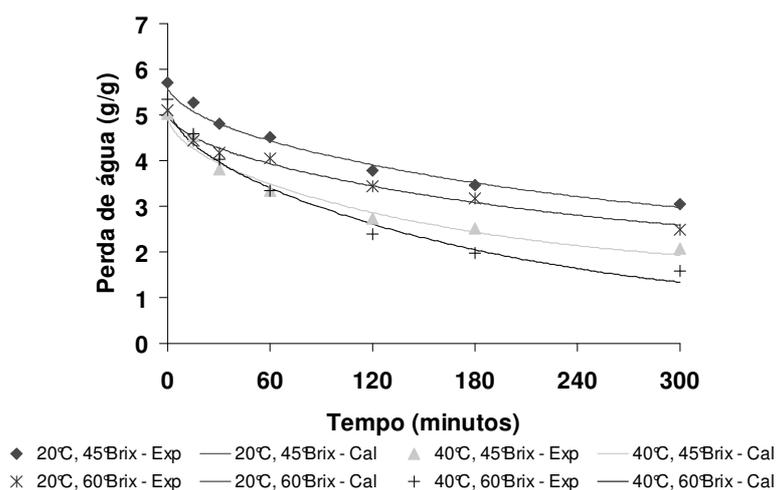


Figura 4.6. Perda de água (g de água/g de sólidos versus tempo) a diferentes temperaturas e concentrações (5 minutos e 200 mbar de aplicação de vácuo)

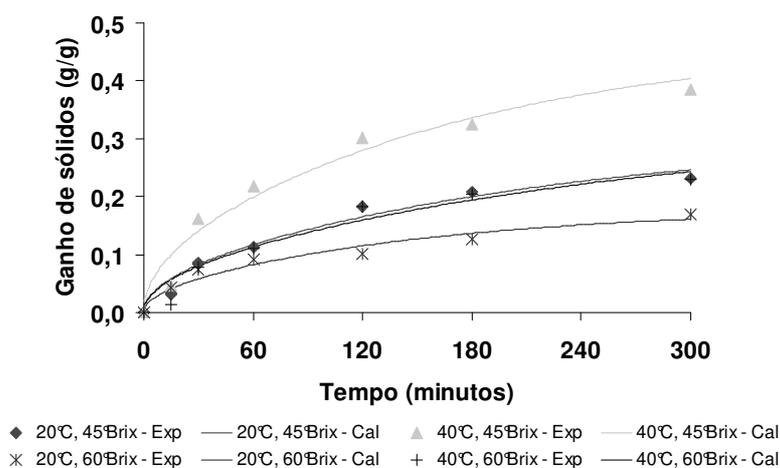


Figura 4.7. Ganho de sólidos (g de sólidos ganhos/g de sólidos da fruta versus tempo) a diferentes temperaturas e concentrações (5 minutos e 200 mbar de aplicação de vácuo)

Os valores da difusividade efetiva calculada através do Método 3 e os parâmetros K_1 (contribuição do HDM na variação total da massa) e K_2 (efeito global do mecanismo pseudo-difusional na mudança de peso) são apresentados na Tabela 4.8. Os valores da difusividade variaram entre 0,498 e $4,826 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e de maneira geral foram mais baixos que os valores obtidos pelo Método 2. O modelo proposto por Fito e Chiralt (1996) ajustou-se bem aos dados experimentais apresentando desvios relativos médios (P (%)) entre os valores experimentais e os calculados menores que 10% e R^2 superiores a 0,950.

O parâmetro K_1 , que representa os valores da ordenada na origem, foi negativo para todos os testes realizados como pode ser observado na Figura 4.8. Matematicamente isso indica que há perda de solutos ou ganho de água no produto no início do processo. Fisicamente esse fato seria difícil de acontecer já que vai contra os gradientes de concentração do sistema produto-solução. A atuação do mecanismo hidrodinâmico e da capilaridade na transferência de massa entre o produto e solução, evidenciada durante o período de trabalho em pressões sub-atmosféricas, não é observado no período em pressão atmosférica. Assim, os valores negativos de K_1 mostram que não houve a contribuição do HDM nas condições estudadas. Entretanto, os demais mecanismos que atuam na transferência de massa, tais como a difusão, podem ser beneficiados pela aplicação do vácuo.

Tabela 4.8: Parâmetros K_1 , K_2 e difusividade efetiva pelo Método 3 considerando HDM

Testes	K_1	$K_2 (s^{0,5})$	$D_{ef} \times 10^{10} (m^2/s)$	P (%)	R^2
1	-0,034	0,002	0,978	3,242	0,989
2	-0,022	0,003	1,346	3,483	0,990
3	-0,048	0,003	1,273	3,212	0,997
4	-0,027	0,003	1,018	3,426	0,985
5	-0,121	0,006	4,826	9,856	0,982
6	-0,089	0,005	3,927	4,415	0,999
7	-0,055	0,005	3,482	5,332	0,992
8	-0,102	0,005	3,708	6,299	0,991
9	-0,014	0,002	0,841	4,708	0,982
10	-0,019	0,002	0,688	2,960	0,991
11	-0,047	0,002	0,826	7,070	0,960
12	-0,027	0,002	0,498	1,956	0,996
13	-0,094	0,004	3,008	9,115	0,989
14	-0,085	0,004	2,871	10,509	0,987
15	-0,112	0,005	3,770	9,918	0,994
16	-0,071	0,004	2,685	8,545	0,980
17	-0,064	0,003	1,577	7,208	0,952
18	-0,052	0,004	1,947	4,519	0,995
19	-0,009	0,003	1,100	3,088	0,992
20	-0,022	0,003	1,838	6,867	0,985

A Figura 4.8 apresenta a relação entre a força direcional (1-Y) e a raiz quadrada do tempo do processo com os ajustes para a equação simplificada de Fick (Equação 2.23). Observa-se que os dados se ajustaram bem à relação linear obtida. Assim como os valores apresentados na Tabela 4.8, a Figura 4.8 mostra que o parâmetro K_2 (coeficiente angular da reta) foi superior nos processos a 40°C, o que resultou em valores mais elevados de difusividade efetiva. A variação da concentração de 45°Brix para 60°Brix resultou em valores mais baixos de (1-Y) e também em difusividades efetivas menores.

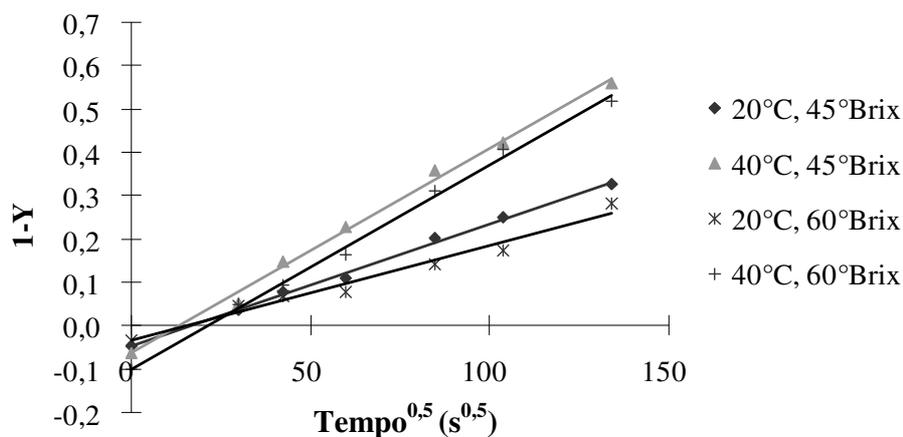


Figura 4.8. Cinética da força direcional em função da raiz quadrada do tempo (Método 3) para diferentes temperaturas e concentrações (com 5 minutos e 200 mbar de vácuo)

Os resultados da análise estatística, aplicados à difusividade efetiva são apresentados na Tabela 4.9 e na Figura 4.9. A análise estatística a 90% de confiança mostrou que a difusividade efetiva foi afetada positivamente pela temperatura e negativamente pelo aumento da concentração da solução. O tempo e a intensidade da aplicação do vácuo no sistema não influenciaram a difusividade assim como a recirculação da solução osmótica. Os resultados para a estimativa dos efeitos calculados através do Método 2 e do Método 3 são distintos pois os modelos matemáticos empregados são diferentes.

Barat, Chiralt e Fito (2001) utilizando a mesma metodologia do Método 3 para PVOD de fatias de maçã, também verificaram uma forte correlação positiva da difusividade efetiva com a temperatura. Entretanto, não observaram a influência da concentração osmótica. A difusividade média encontrada pelos autores foi de cerca de $1,5 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ (para 30°C) a $4,6 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ (para 50°C) que são valores próximos aos encontrados neste trabalho. Giraldo *et al.* (2003) observaram que a difusividade efetiva diminuiu com o aumento da concentração na desidratação osmótica a pulso de vácuo de fatias de manga, assim como foram os resultados obtidos neste planejamento fatorial.

Tabela 4.9: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para a difusividade efetiva calculada pelo Método 3

	D_{ef}		
	Estimativa Efeito	Erro padrão	P-valor
Média	$21,10 \times 10^{-11}$	$1,027 \times 10^{-11}$	<0,00
Vt (min)	$-2,829 \times 10^{-11}$	$2,296 \times 10^{-11}$	0,24
Vp (mbar)	$-1,530 \times 10^{-11}$	$2,296 \times 10^{-11}$	0,52
T (°C)	$26,01 \times 10^{-11}$	$2,296 \times 10^{-11}$	<0,00
C (°Brix)	$-6,712 \times 10^{-11}$	$2,296 \times 10^{-11}$	0,01
R (m ³ /h)	$-3,154 \times 10^{-11}$	$2,296 \times 10^{-11}$	0,19

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 90% de confiança

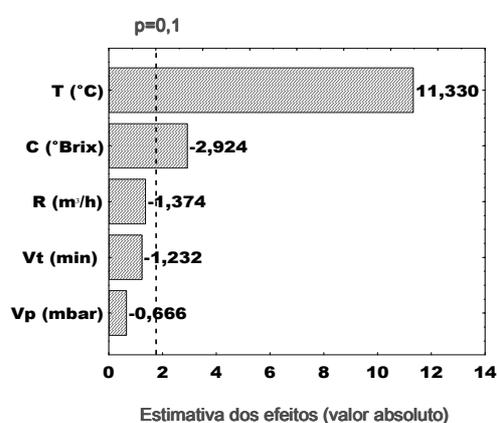


Figura 4.9. Estimativa dos efeitos (valores absolutos) da difusividade efetiva calculada pelo Método 3

4.2.5 Considerações finais sobre o planejamento fatorial fracionário

O planejamento experimental fatorial fracionário 2^{5-1} foi eficiente para avaliar os efeitos principais das variáveis estudadas na transferência de massa. A vazão de recirculação da solução osmótica e a intensidade do pulso de vácuo não influenciaram nas respostas. Conseqüentemente o planejamento fatorial fracionário pôde ser reduzido a um planejamento experimental completo, para os três fatores que afetaram a transferência de massa no processo de desidratação osmótica a pulso de vácuo. A concentração da solução osmótica, temperatura de processo e tempo de pulso de vácuo foram as variáveis

estatisticamente significativas para as respostas analisadas e foram estudadas na etapa seguinte do trabalho.

A vazão, que foi a variável estatisticamente menos significativa para todas as respostas estudadas, foi fixada em $2,5\text{m}^3/\text{h}$ para os próximos ensaios, já que essa vazão gerou uma boa circulação da solução entre as amostras. O nível da pressão aplicada foi fixado em 100 mbar. O nível mínimo de vácuo do equipamento é cerca de 50 mbar e por ser pouco estável, o valor de 100 mbar foi escolhido como a pressão de vácuo para os ensaios subseqüentes.

O planejamento experimental fracionário é considerado uma análise exploratória dos efeitos causados pelas variáveis no processo analisado. O tempo de aplicação do vácuo apresentou indicativos, no ganho de sólidos e na difusividade efetiva de água, de sua influência no processo de desidratação osmótica de fatias de manga. Assim, optou-se por não desconsiderar essa variável nas próximas etapas do trabalho, possibilitando o estudo mais aprofundado da sua influência no processo de desidratação osmótica.

4.3 Planejamento experimental fatorial 2³ completo

Os ensaios de desidratação osmótica foram realizados seguindo um planejamento fatorial 2³ completo, com 8 pontos fatoriais (níveis ± 1), 3 pontos centrais (nível 0) e 6 pontos axiais (níveis $\pm \alpha$), totalizando 17 ensaios. As variáveis analisadas foram tempo de aplicação do vácuo (0 a 20 minutos), temperatura de processo (20 a 40°C) e concentração da solução osmótica (45 a 65°Brix). Os níveis estão apresentados na Tabela 3.3 e os ensaios, na Tabela 3.4.

A cinética de transferência de massa foi obtida para cada ensaio, considerando-se os tempos de 15, 30, 60, 120, 180 e 300 minutos. As respostas obtidas para o planejamento experimental foram: perda de peso, perda de água, ganho de sólidos, a_w , difusividade efetiva para água e para sólidos, tensão e deformação na ruptura normalizada. Este planejamento teve como objetivo obter as melhores condições para a desidratação osmótica de manga, que seriam: maior perda de água e menores valores para atividade de água e incorporação de sólidos, menor tempo de processo e manutenção das propriedades reológicas de tensão e deformação na ruptura.

Para a análise estatística, foram calculados os coeficientes de regressão dos fatores lineares, quadráticos e das interações sobre as respostas estudadas, assim como o erro padrão e a significância estatística (p-valor). Estes fatores foram calculados pelo SS Residual, que gera um modelo a partir dos dados experimentais e calcula o desvio padrão a partir deste modelo. Os coeficientes de regressão indicam o quanto cada fator influencia na resposta estudada, ou seja, quanto maior é o seu valor, maior é a sua influência positiva ou negativa.

O processo estudado não é totalmente conhecido devido ao uso de um equipamento novo, utilizado somente para DO de peixe (VIVANCO, 2006), e à aplicação vácuo no processo. Desta forma, optou-se por utilizar um intervalo de confiança de 80%. Intervalos de confiança maiores poderiam acarretar na desconsideração de fatores significativos no processo, tal como os fatores relacionados ao tempo de aplicação de vácuo. Esses fatores influenciavam as respostas analisadas, entretanto, somente eram significativos a 80% de confiança. Assim, optou-se por utilizar esse intervalo de confiança. Sendo assim, fatores

com valores de p inferiores a 0,20 foram considerados estatisticamente significativos. Caso contrário foram considerados não significativos. Após a eliminação dos fatores não significativos, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 95% de confiança ($p \leq 0,05$), através do teste F , na análise de variância (ANOVA). Se F calculado for superior a F tabelado, a regressão pode ser considerada significativa. De acordo com Box e Wetz (1973) um modelo pode ser considerado preditivo quando apresenta um valor de F calculado superior a 3 vezes o valor de F tabelado.

4.3.1 Perda de peso, perda de água e ganho de sólidos

Os resultados para perda de peso (PP (g/100g)), perda de água (PA (g/100g)) e ganho de sólidos (GS (g/100g)), considerando quatro tempos representativos do processo (30, 60, 120 e 300 minutos), são apresentados na Tabela 4.10. Os demais tempos de processo estudados (15, 30 e 180 minutos) apresentaram tendências semelhantes aos tempos analisados e as análises estatísticas referentes a esses tempos são apresentadas no Apêndice B. Observa-se que com apenas 30 minutos de processo a perda de água mínima foi de 8,4% e alguns testes já apresentaram ganho de sólidos superior a 3%. Aos 300 minutos de processo, a maioria dos testes estudados apresentaram uma grande perda de peso, acima de 35%. O erro da triplicata de cada análise não foi superior a 10%.

Os resultados da análise estatística, aplicados aos dados experimentais de perda de água e perda de peso são apresentados nas Tabelas 4.11 a 4.14. Os efeitos considerados significativos dos fatores lineares, quadráticos e da interação são apresentados em negrito.

Tabela 4.10: Resultados obtidos de perda de peso (PP), perda de água (PA) e ganho de sólidos (GS) para os tempos 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

Teste	PP (g/100g)				PA (g/100g)				GS (g/100g)			
	30	60	120	300	30	60	120	300	30	60	120	300
1	6,75	9,52	17,96	29,62	8,41	11,81	21,34	34,40	1,66	2,28	3,38	4,78
2	7,38	11,69	19,28	33,67	8,84	13,56	21,37	36,63	1,46	1,88	2,10	2,95
3	8,97	14,42	23,95	38,46	11,67	17,77	28,56	44,03	2,70	3,35	4,61	5,56
4	12,06	18,76	30,03	44,96	13,81	21,40	33,30	49,21	1,75	2,65	3,27	4,25
5	5,77	9,72	14,23	27,72	8,50	12,33	17,85	32,93	2,73	2,61	3,62	5,21
6	10,08	14,65	23,23	38,53	11,75	17,35	26,35	41,70	1,68	2,71	3,12	3,17
7	10,77	19,67	27,32	44,38	14,61	23,91	32,20	50,00	3,84	4,24	4,87	5,62
8	13,13	19,90	28,41	44,96	14,60	22,95	32,20	48,82	1,88	3,05	3,78	4,09
9	8,91	14,28	21,44	33,62	11,97	18,09	25,80	39,85	3,06	3,81	5,16	6,22
10	14,22	22,53	32,12	48,05	15,57	24,89	34,88	51,19	1,36	2,36	2,76	3,14
11	7,75	12,51	19,88	33,98	10,33	15,28	23,14	38,00	2,58	2,77	3,26	4,02
12	14,15	21,05	30,45	47,28	17,72	25,18	36,09	52,73	3,57	4,13	5,65	5,46
13	8,88	14,16	21,19	36,52	11,53	17,18	25,17	42,39	2,65	3,02	3,97	5,87
14	10,06	14,34	22,25	36,98	13,21	17,82	26,47	43,50	3,15	3,49	4,21	6,52
15	7,80	14,39	22,52	36,88	10,97	17,81	25,89	41,74	3,17	3,42	3,37	4,86
16	10,87	16,92	26,03	40,14	13,62	20,22	29,52	44,76	2,75	3,30	3,49	4,62
17	8,09	15,12	21,42	38,02	11,05	18,49	25,65	43,23	2,96	3,37	3,29	5,21

Tabela 4.11: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de peso considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

	30 minutos			60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	9,015	0,841	<0,01	15,594	1,174	<0,01	23,424	1,515	<0,01	38,460	1,578	<0,01
(1)C(L)	1,414	0,395	<0,01	1,870	0,552	0,01	2,518	0,712	0,01	3,384	0,742	<0,01
C(Q)	0,622	0,435	0,20	0,647	0,608	0,32	0,888	0,784	0,30	0,506	0,817	0,56
(2)T(L)	1,884	0,395	<0,01	3,043	0,552	<0,01	3,872	0,712	<0,01	4,804	0,742	<0,01
T(Q)	0,404	0,435	0,38	0,071	0,608	0,91	0,317	0,784	0,70	0,432	0,817	0,61
(3)t(L)	0,480	0,395	0,26	0,722	0,552	0,23	0,403	0,712	0,59	0,707	0,742	0,37
t(Q)	-0,120	0,435	0,79	-0,827	0,608	0,22	-0,973	0,784	0,26	-0,941	0,817	0,29
1L e 2L	0,065	0,516	0,90	-0,315	0,721	0,68	-0,528	0,930	0,59	-0,973	0,969	0,35
1L e 3L	0,370	0,516	0,50	-0,168	0,721	0,82	0,328	0,930	0,73	0,105	0,969	0,92
2L e 3L	0,143	0,516	0,79	0,406	0,721	0,59	0,328	0,930	0,73	0,370	0,969	0,71

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

A Figura 4.10 apresenta as superfícies de resposta para perda de água nos tempo de processo de 60 e 120 minutos. As superfícies de resposta para perda de peso são semelhantes às superfícies da perda de água e encontram-se no Apêndice C.

Através da ANOVA (Tabela 4.12 e 4.14), verificou-se que todos os modelos para a perda de água e perda de peso ao longo do tempo, apresentaram regressão significativa (F calculado superior a F tabelado) e os coeficientes de determinação (R^2) foram superiores a 0,78. Os modelos propostos apresentaram F calculado pelo menos 4 vezes superior ao F tabelado, indicando que podem ser considerados preditivos dentro da faixa estudada

Tabela 4.12: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R^2) e apresentação do modelo proposto para perda de peso ao longo do processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	$F_{\text{calculado}}$	F_{tabelado}
30 minutos					
Regressão	79,79	3	26,59	15,79	3,41
Resíduo	21,90	13	1,68		
Total	101,69			$R^2 = 0,78$	
Modelo	$PP_{30} = 9,296 + 1,415C + 0,558C^2 + 1,884T$				
60 minutos					
Regressão	193,91	4	48,48	16,03	3,26
Resíduo	36,29	12	3,02		
Total	230,25			$R^2 = 0,84$	
Modelo	$PP_{60} = 16,302 + 1,870C + 3,043T + 0,722t - 0,990t^2$				
120 minutos					
Regressão	296,07	2	148,04	26,49	3,74
Resíduo	78,23	14	5,59		
Total	374,30			$R^2 = 0,80$	
Modelo	$PP_{120} = 23,630 + 2,597C + 3,867T$				
300 minutos					
Regressão	471,14	2	235,57	36,93	3,74
Resíduo	89,29	14	6,38		
Total	560,44			$R^2 = 0,84$	
Modelo	$PP_{300} = 38,457 + 3,384C + 4,804T$				

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática
 Valores tabelados de F a 5% de significância

Tabela 4.13: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de água considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

	30 minutos			60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor									
Média global	12,011	0,989	<0,01	18,985	1,316	<0,01	27,160	1,568	<0,01	43,409	1,705	<0,01
(1)C(L)	0,869	0,465	0,10	1,530	0,619	0,04	2,090	0,737	0,03	2,495	0,801	0,02
C(Q)	0,233	0,512	0,66	0,457	0,681	0,52	0,718	0,812	0,41	0,253	0,882	0,78
(2)T(L)	2,171	0,465	<0,01	3,488	0,619	0,00	4,478	0,737	<0,01	5,214	0,801	<0,01
T(Q)	0,322	0,512	0,55	0,010	0,681	0,99	0,463	0,812	0,59	0,198	0,882	0,83
(3)t(L)	0,700	0,465	0,18	0,958	0,619	0,17	0,454	0,737	0,56	0,810	0,801	0,35
t(Q)	-0,265	0,512	0,62	-0,957	0,681	0,20	-0,884	0,812	0,31	-0,660	0,882	0,48
1L e 2L	-0,195	0,607	0,76	-0,513	0,808	0,55	-0,475	0,962	0,64	-0,875	1,046	0,43
1L e 3L	0,085	0,607	0,89	-0,166	0,808	0,84	0,466	0,962	0,64	0,023	1,046	0,98
2L e 3L	0,090	0,607	0,89	0,422	0,808	0,62	0,131	0,962	0,90	0,250	1,046	0,82

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

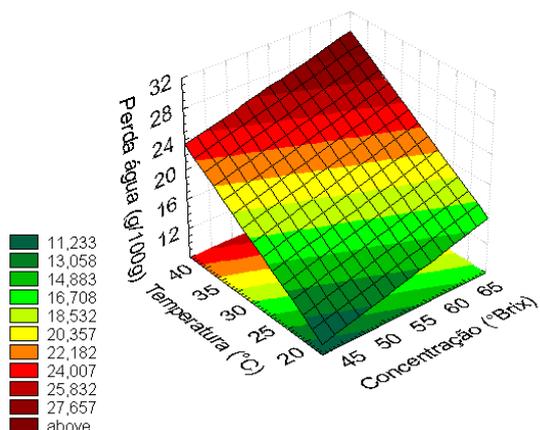
Os fatores lineares da concentração da solução osmótica e da temperatura de processo foram significativos para a perda de peso e de água, em todos os tempos de processo analisados. Estes fatores apresentaram um efeito positivo nas respostas analisadas, ou seja, os aumentos da concentração e da temperatura favoreceram a perda de peso e de água das amostras (Figura 4.10 (a) e (b)).

O fator tempo de aplicação de vácuo linear apresentou um efeito positivo e estatisticamente significativo na perda de peso e de água somente no início do processo (até 60 minutos) e o fator tempo quadrático apresentou um efeito negativo no tempo de 60 minutos de processo. O efeito negativo deste fator quadrático indica a existência de um ponto de máximo no qual tempos intermediários de pulso de vácuo contribuíram para a perda de água e perda de peso no início do experimento, como pode ser observado na Figura 4.10 (c) e (e). Essa influência pode ter sido superada pela grande contribuição da temperatura e da concentração na perda de água em tempos de processos superiores a 60 minutos e assim, a partir dos 120 minutos de processo, o tempo de aplicação de vácuo não apresenta mais efeito estatisticamente significativo (Figura 4.10 (d) e (f)).

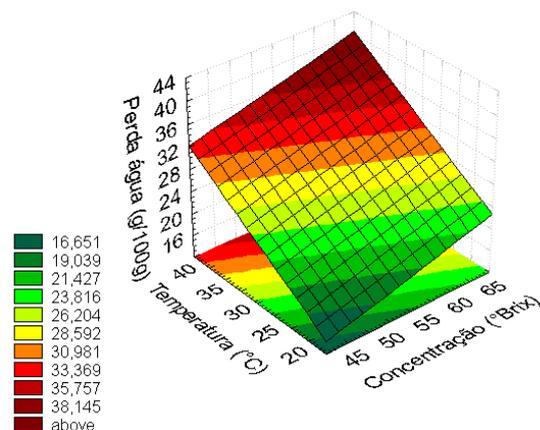
Tabela 4.14: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para perda de água ao longo do processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
30 minutos					
Regressão	81,27	3	27,09	14,40	3,41
Resíduo	24,46	13	1,88		
Total	105,74			$R^2 = 0,77$	
Modelo	$PA_{30} = 12,244 + 0,869C + 2,171T + 0,700t$				
60 minutos					
Regressão	193,91	4	48,48	16,03	3,26
Resíduo	36,29	12	3,02		
Total	268,00			$R^2 = 0,84$	
Modelo	$PA_{60} = 19,445 + 1,53C + 3,488T + 0,958t - 1,063t^2$				
120 minutos					
Regressão	333,17	2	166,59	28,38	3,74
Resíduo	82,17	14	5,87		
Total	415,34			$R^2 = 0,80$	
Modelo	$PA_{120} = 27,398 + 2,09C + 4,478T$				
300 minutos					
Regressão	455,97	2	227,98	37,41	3,74
Resíduo	85,31	14	6,09		
Total	541,28			$R^2 = 0,84$	
Modelo	$PA_{300} = 43,241 + 2,495C + 5,214T$				

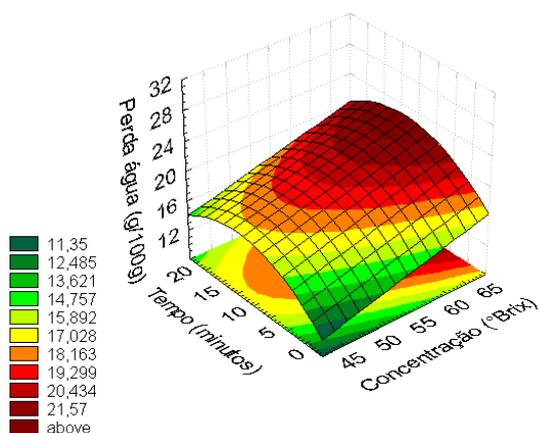
SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática
Valores tabelados de F a 5% de significância



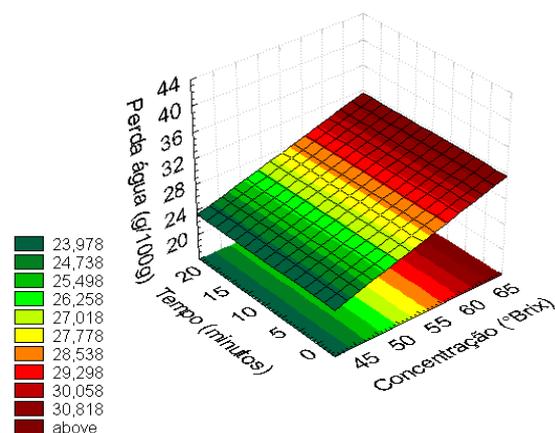
(a) 60 min. de processo e 10 min. de vácuo



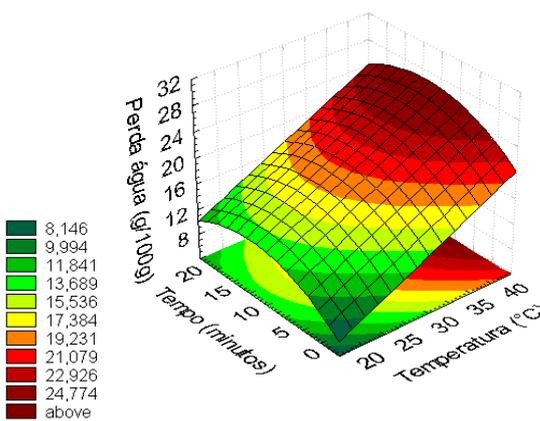
(b) 120 min. de processo e 10 min. de vácuo



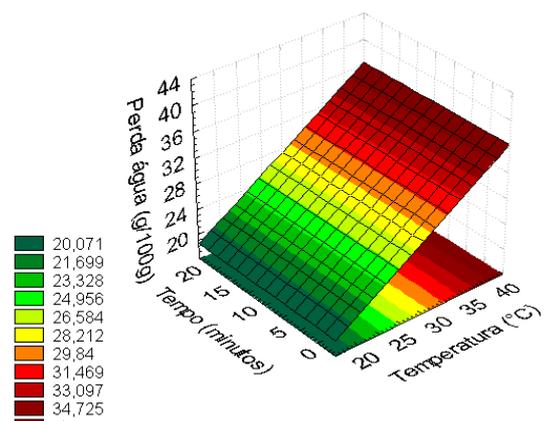
(c) 60 min. de processo e 30°C



(d) 120 min. de processo e 30°C



(e) 60 min. de processo e 55°Brix



(f) 120 min. de processo e 55°Brix

Figura 4.10: Superfícies de resposta para perda de água ao longo do tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (c) 30°C e (e) 55°Brix e 120 minutos: (b) 10 minutos de pulso de vácuo, (d) 30°C e (f) 55°Brix

A Figura 4.12 mostra que a perda de água ao longo do tempo não foi significativamente influenciada pela variação do tempo de aplicação do pulso de vácuo. O aumento da concentração eleva o gradiente de pressão osmótica na interface produto/solução, favorecendo a perda de água e, em consequência, a perda de peso. O aumento da temperatura também favoreceu a perda de água, como pode ser observado na Figura 4.11, uma vez que reduz a viscosidade da solução osmótica, enfraquecendo a resistência externa à transferência de massa. Além disso, temperaturas mais altas podem alterar a permeabilidade da membrana celular facilitando a transferência de massa (LAZARIDES, KATSANIDIS, NICKOLAIDIS, 1995). Estes resultados confirmam o planejamento fatorial fracionário 2^{5-1} realizado anteriormente.

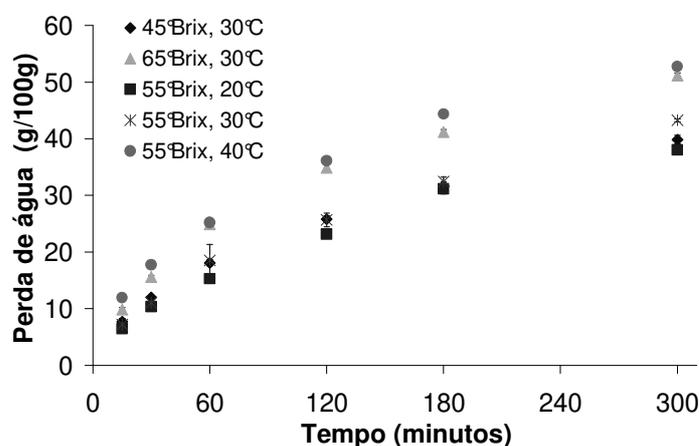


Figura 4.11: Perda de água (g/100g) variando a concentração da solução (45, 55 e 65°Brix) e a temperatura (20, 30 e 40°C), em processos com 10 minutos de aplicação de vácuo

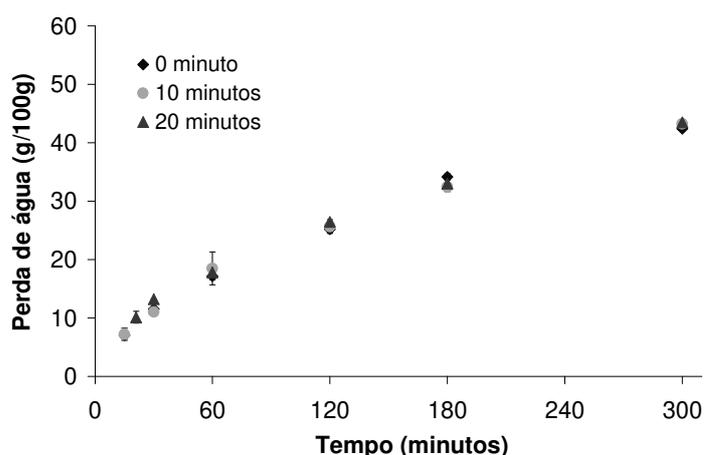


Figura 4.12: (a) Perda de água (g/100g) variando o tempo do pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos) a 30°C e 55°Brix

4.3.2 Ganho de sólidos

O resultado da análise estatística, aplicada aos dados experimentais de ganho de sólidos está apresentado nas Tabelas 4.15 e 4.16. Os efeitos considerados significativos dos fatores lineares, quadráticos e da interação são apresentados em negrito.

Tabela 4.15: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para ganho de sólidos considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

	30 minutos			60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor									
Média global	2,992	0,217	<0,01	3,391	0,201	<0,01	3,428	0,277	<0,01	4,947	0,318	<0,01
(1)C(L)	-0,515	0,102	<0,01	-0,340	0,095	<0,01	-0,605	0,130	<0,01	-0,871	0,150	<0,01
C(Q)	-0,377	0,112	0,01	-0,191	0,104	0,11	0,064	0,143	0,67	-0,247	0,165	0,18
(2)T(L)	0,317	0,102	0,02	0,445	0,095	0,00	0,611	0,130	<0,01	0,427	0,150	0,02
T(Q)	-0,071	0,112	0,55	-0,061	0,104	0,58	0,239	0,143	0,14	-0,228	0,165	0,21
(3)t(L)	0,250	0,102	0,04	0,236	0,095	0,04	0,179	0,130	0,21	0,121	0,150	0,45
t(Q)	-0,133	0,112	0,27	-0,130	0,104	0,25	0,111	0,143	0,46	0,288	0,165	0,13
1L e 2L	-0,209	0,133	0,16	-0,198	0,124	0,15	-0,082	0,170	0,64	0,127	0,195	0,54
1L e 3L	-0,233	0,133	0,12	0,002	0,124	0,99	0,128	0,170	0,47	-0,053	0,195	0,79
2L e 3L	-0,002	0,133	0,99	0,017	0,124	0,90	-0,061	0,170	0,73	-0,091	0,195	0,65

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Verificou-se pela ANOVA (Tabela 4.16) que todos os modelos para o ganho de sólidos ao longo do tempo apresentaram regressão significativa (F calculado superior a F tabelado) e os coeficientes de determinação (R^2) foram superiores a 0,83, indicando um bom ajuste do modelo proposto aos dados experimentais. Os modelos propostos apresentaram F calculado pelo menos 3,4 vezes superior ao F tabelado.

Os fatores lineares da concentração e da temperatura foram significativos em todos os tempos de processo analisados. A temperatura apresentou um efeito positivo e a concentração apresentou um efeito negativo, ou seja, enquanto o ganho de sólidos foi favorecido pelo aumento da temperatura, o aumento da concentração diminuiu esse ganho (Figura 4.13 (a) e (b)).

Tabela 4.16: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para ganho de sólidos ao longo do processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
30 minutos					
Regressão	8,01	6	1,34	11,10	3,22
Resíduo	1,20	10	0,12		
Total	9,22			R ² = 0,87	
Modelo	GS ₃₀ (%) = 2,792 - 0,514C - 0,331C ² + 0,315T + 0,249t - 0,208C×T - 0,233C×t				
60 minutos					
Regressão	5,66	5	1,13	11,79	3,20
Resíduo	1,06	11	0,10		
Total	6,71			R ² = 0,87	
Modelo	GS ₆₀ (%) = 3,203 - 0,339C - 0,147C ² + 0,447T + 0,237t - 0,199C×T				
120 minutos					
Regressão	11,04	4	2,76	16,71	3,26
Resíduo	1,98	12	0,17		
Total	13,02			R ² = 0,85	
Modelo	GS ₁₂₀ (%) = 3,601 - 0,605C + 0,611T + 0,199T ² + 0,179t				
300 minutos					
Regressão	15,29	4	3,82	14,60	3,41
Resíduo	3,14	12	0,26		
Total	18,43			R ² = 0,83	
Modelo	GS ₃₀₀ (%) = 4,66 - 0,871C - 0,182C ² + 0,427T + 0,355t ²				

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática
Valores tabelados de F a 5% de significância

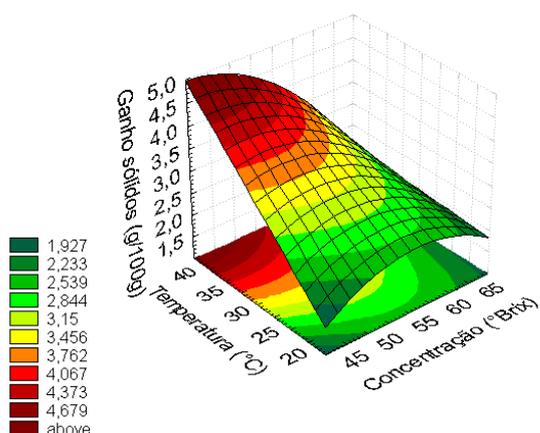
O aumento da concentração implica no aumento da viscosidade da solução osmótica, o que representa uma barreira para a transferência de massa da solução para a fruta. Talens *et al.* (2002) observaram esse fato em fatias de kiwi submetidas à desidratação osmótica com sacarose (35 a 65°Brix) a 30°C, como etapa preliminar ao congelamento. Os autores observaram que as soluções com maior viscosidade causaram uma menor incorporação de sólidos no tecido da fruta. Além disso, a saída de água da fruta pode dificultar a impregnação de sólidos por ser um fluxo intenso e contrário à entrada de solutos no produto. Sanjinez-Argandoña (1999), Talens *et al.* (2002) e Ferrari (2005) em seus trabalhos com goiaba, kiwi e melão, respectivamente, atribuíram o efeito negativo do

aumento da concentração no ganho de sólidos à formação de uma densa camada de soluto na superfície do material, que atua como uma barreira à entrada de solutos.

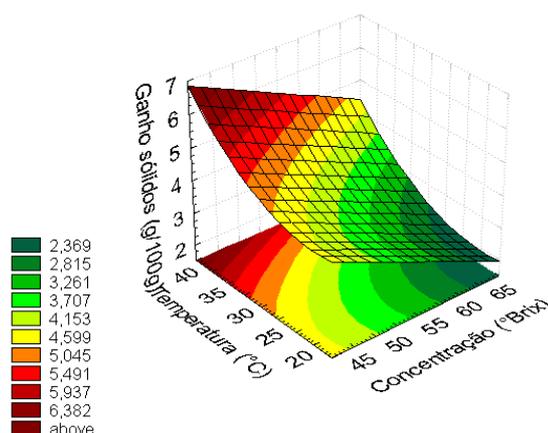
O aumento da temperatura, além de causar a redução da viscosidade da solução, e assim facilitar a transferência de solutos, pode alterar a permeabilidade da membrana celular durante a desidratação osmótica, devido ao inchaço e plasticização que a membrana sofreria em temperaturas mais elevadas, permitindo um maior ingresso de sacarose para a fruta (LAZARIDES, KATSANIDIS, NICKOLAIDIS, 1995 e RASTOGI e RAGHAVARAO, 2004). A Figura 4.14 mostra que o ganho de sólidos ao longo do processo foi superior para temperaturas mais altas e concentrações mais baixas.

O fator concentração quadrático foi estatisticamente significativo no início do processo osmótico (30 e 60 minutos- Figura 4.13 (a) e (c)), mas essa influência quadrática não foi mantida ao longo do processo (Figura 4.13 (b) e (d)). Pelo fato do vácuo promover uma saída dos gases ocluídos na matriz sólida da fruta e a entrada da solução osmótica, o ganho de sólidos acaba sendo um pouco menor em concentrações baixas do que em concentrações intermediárias. Em altas concentrações, o efeito desta impregnação foi minimizado pela elevada viscosidade da solução, acarretando um menor ganho de sólidos e gerando um fator quadrático estatisticamente significativo.

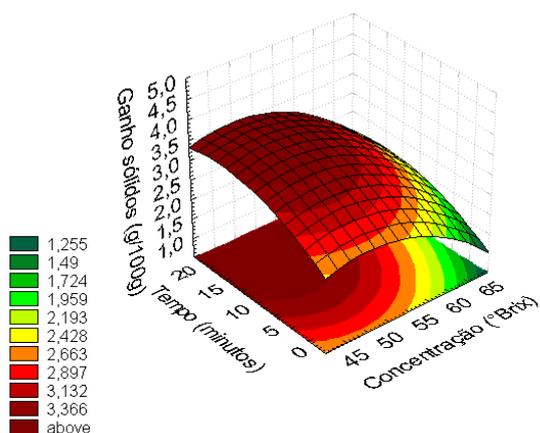
Para Giraldo *et al.* (2003), as soluções de 45 e 65°Brix promoveram um maior ganho de sólidos nas mangas (var. Kent) submetidas à desidratação osmótica com aplicação de pulso de vácuo (50 mbar e 10 minutos) do que a solução a 55°Brix. As diferentes características entre as variedades de manga utilizada: Tommy Atkins (neste trabalho) e Kent (GIRALDO *et al.*, 2003) pode ser uma das razões para os resultados distintos obtidos entre os trabalhos, além das diferentes características entre os processos. Lazarides (2001) observou que o efeito provocado pelo tipo e pela concentração da solução no ganho de sólidos durante o processo osmótico também é dependente das características do produto, como variedade, densidade do tecido, maturidade, etc.



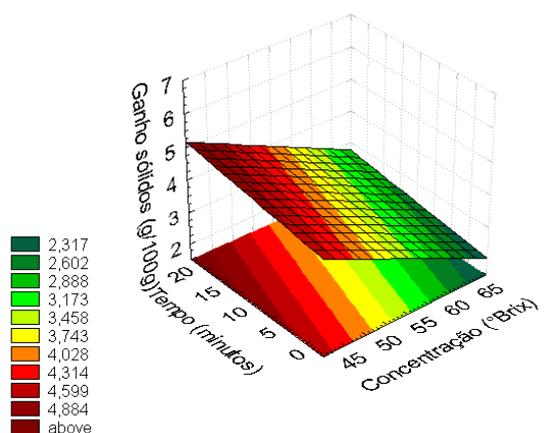
(a) 60 min. de processo e 10 min. de vácuo



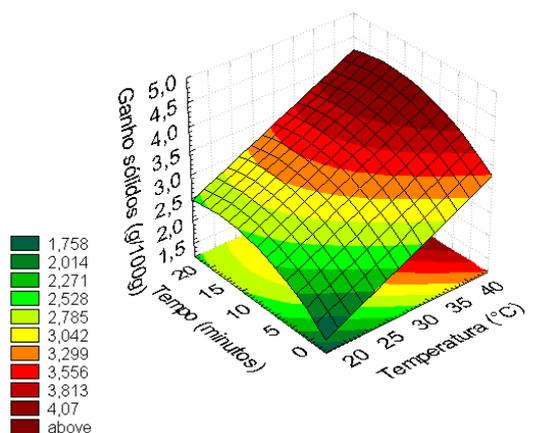
(b) 120 min. de processo e 10 min. de vácuo



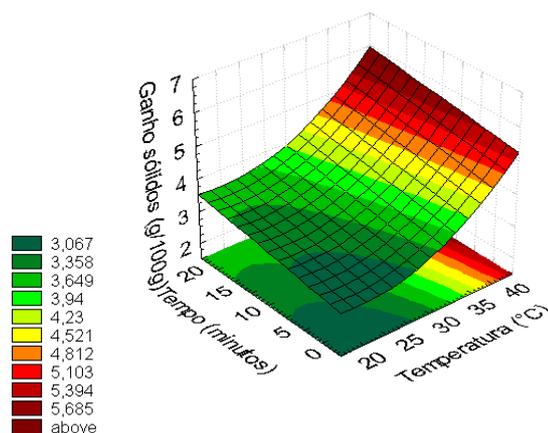
(c) 60 min. de processo e 30°C



(d) 120 min. de processo e 30°C



(e) 60 min. de processo e 55°Brix



(f) 120 min. de processo e 55°Brix

Figura 4.13: Superfícies de resposta para ganho de sólidos ao longo do tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (c) 30°C e (e) 55°Brix e 120 minutos: (b) 10 minutos de pulso de vácuo, (d) 30°C e (f) 55°Brix

O fator tempo de aplicação de vácuo linear apresentou um efeito positivo estatisticamente significativo no ganho de sólidos, como pode ser visto na Figura 4.13 (c a f). Mújica-Paz *et al.* (2003) também observaram que o volume impregnado de solução isotônica de sacarose em manga é linearmente dependente do tempo de aplicação do vácuo. Porém, a influência do tempo ou da intensidade do pulso de vácuo na impregnação da solução depende principalmente da estrutura do material e de suas propriedades mecânicas. No mesmo trabalho, o tempo de aplicação do vácuo também foi uma variável significativa na impregnação de solução para o pêssego, mamey e mamão.

Outros autores relataram que o ganho de sólidos é maior quando se aplica um pulso de vácuo em comparação com o processo à pressão atmosférica na desidratação osmótica em frutas, tais como a goiaba (PANADÉS *et al.*, 2006), maçã (BARAT, CHIRALT e FITO, 2001), kiwi (ESCRICHE *et al.*, 2000), manga (GIRALDO *et al.*, 2001) entre outros. Desta forma, a aplicação de vácuo auxilia os processos onde a impregnação de solutos é essencial, tais como salga de queijos (HOFMEISTER, SOUZA e LAURINDO, 2005), introdução de ingredientes funcionais (TORRES, *et al.*, 2006) e cristalização de frutas (BARAT, *et al.*, 2002).

Até os 60 minutos de processo, o fator quadrático do tempo de aplicação de vácuo apresentou um efeito negativo não significativo e aos 120 e 300 minutos, apresentou um efeito positivo (Tabela 4.15). Verifica-se pela Figura 4.15 que os processos à pressão atmosférica e com 20 minutos de pulso de vácuo apresentaram inicialmente um menor ganho de sólidos quando comparado com os testes com aplicação de tempos intermediários de pulso de vácuo e, ao longo do processo, essa situação se inverte. A aplicação de 20 minutos de vácuo pode ter causado, além da saída dos gases ocluídos, a perda de componentes da fruta devido ao tempo excessivo ao qual o produto foi submetido ao vácuo. Esse fato explicaria o menor ganho de sólidos ocorrido no início do processo nesta condição em comparação com as outras condições. Chiralt *et al.*, (2001) relatou que, quando o tempo de vácuo é mais longo (mais que 15 minutos), possíveis danos mecânicos na estrutura celular, como a separação das células, podem ocorrer o que facilitaria a entrada dos solutos causando o maior ganho de sólidos ocorrido na condição de aplicação de 20 minutos de vácuo no decorrer do processo.

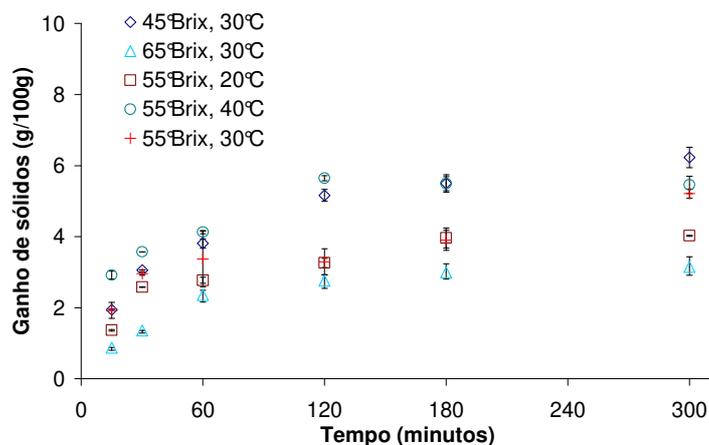


Figura 4.14: Ganho de sólidos (g/100g) variando a concentração da solução (45, 55 e 65°Brix) e a temperatura (20, 30 e 40°C) em processos com 10 minutos de aplicação de vácuo

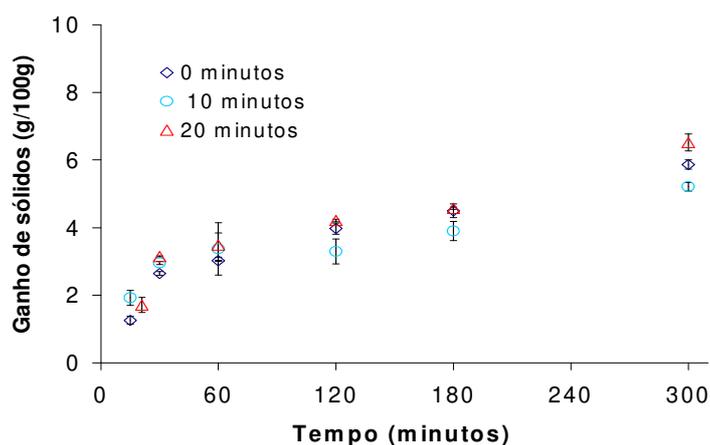


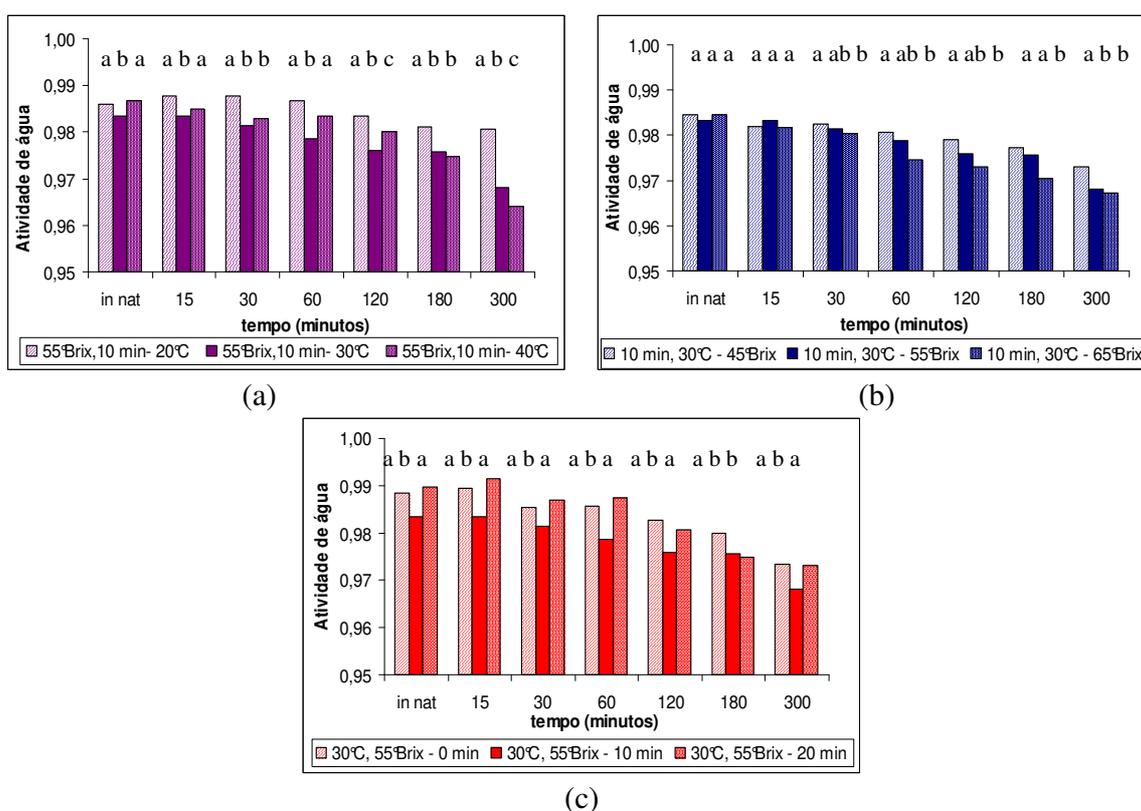
Figura 4.15: Ganho de sólidos (g/100g) variando o tempo do pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos) em soluções a 30°C e 55°Brix

4.3.3 Atividade de água

A atividade de água é considerada um parâmetro de referência no processamento de alimentos, uma vez que está relacionada com o crescimento microbiano e com reações químicas e enzimáticas que podem ocorrer no produto durante o armazenamento. A Figura 4.16 ilustra a variação desta propriedade em função da temperatura (Figura 4.16 (a)),

concentração da solução (Figura 4.16 (b)), e o tempo de aplicação do pulso de vácuo (Figura 4.16 (c)), durante o processo.

Apesar do processo de desidratação osmótica, por si só, não causar um abaixamento da a_w suficiente para proteger o alimento contra a proliferação de microorganismos, o processo permite a obtenção de frutas de alta umidade, similar ao produto fresco, com preservação dos nutrientes e das propriedades sensoriais (ALZAMORA, 1997).



Letras minúsculas representam a variação entre os tratamentos para cada tempo da cinética considerando $p \leq 0,05$.

Figura 4.16: Atividade de água durante as 5 horas de processo variando (a) temperatura, (b) concentração e (c) tempo do pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos)

A análise da atividade de água ao longo do processo não foi feita seguindo o planejamento fatorial, pois os coeficientes de determinação (R^2) não foram bons (inferiores a 0,8) indicando que não seria adequado estabelecer um modelo para a resposta a_w . Deste modo, optou-se por avaliar um fator de cada vez.

A depressão da a_w foi branda, principalmente nos primeiros tempos de processo (até 60 minutos), como pode ser observado na Figura 4.16 que mostra a variação da a_w em função das variáveis estudadas. O aumento da concentração da solução desidratante provocou uma maior redução na atividade de água (Figuras 4.16 (b)), havendo diferença estatisticamente significativa a $p \leq 0,05$ na atividade de água entre os tratamentos a partir dos 30 minutos de processo. O aumento da temperatura também provocou uma maior redução da a_w (Figura 4.16 (a)) a partir dos 30 minutos de processo.

A diferença estatisticamente significativa a $p \leq 0,05$ na atividade de água entre os tratamentos a 30°C e a 20°C e 40°C no início do processo foi causada pela variabilidade da matéria-prima. O mesmo ocorreu quando se variou o tempo de aplicação de vácuo. Como essa diferença se manteve ao longo do processo, pode-se afirmar que a variação do tempo de aplicação de vácuo não provoca alterações na cinética da a_w das amostras.

De maneira geral, observou-se um decréscimo nos valores de atividade de água da manga em todos os tratamentos durante o estudo da cinética dos processos. Soluções osmóticas constituídas somente de sacarose não causam alterações significativas na a_w de frutas, pois não modificam expressivamente a sua composição química já que a sacarose é um dos principais açúcares constituintes das frutas. Além disso, soluções de sacarose não apresentam uma grande diferença de potencial entre o produto (a_w de $0,986 \pm 0,003$) e a solução (a_w de 0,946 a 45°Brix e 0,869 a 65°Brix (WOLF, SPIESS e JUNG, 1985)). Soluções ternárias de sacarose e cloreto de sódio foram mais eficientes na depressão da a_w do que soluções somente de sacarose para a desidratação osmótica de tomates estudada por Tonon, Baroni e Hubinger (2006). O cloreto de sódio é uma substância eletrolítica que se dissocia em íons os quais interagem com as moléculas de água, provocando uma redução da atividade de água.

Considerando-se a resposta atividade de água, o processo de desidratação osmótica em soluções mais concentradas e em temperaturas mais elevadas é mais eficiente na depressão da a_w , quer se aplique ou não o pulso de vácuo.

4.3.4 Coeficientes de difusividade efetiva

As difusividades efetivas de água (D_{efA}) e de solutos (D_{efS}) calculadas a partir do modelo difusional de Fick são apresentadas na Tabela 4.17. Os valores da D_{efA} variaram entre $6,43 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e $13,43 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e os valores da D_{efS} variaram entre $8,01 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e $24,75 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$. O modelo de Fick se ajustou bem aos dados experimentais, apresentando valores de coeficiente de determinação (R^2) superiores a 0,977 para a água e 0,950 para os solutos. Os desvios médios relativos (P (%)) entre os valores experimentais e os calculados foram relativamente altos, até 18% para água e 33% para os solutos.

Uma das hipóteses assumida na resolução da equação difusional, foi a consideração da difusividade constante, independente do teor de água ou do sólido do produto. Esta suposição pode ser a causadora de erros entre valores experimentais e calculados, principalmente ao final do processo, onde a composição do produto está muito diferente da composição inicial. A consideração do teor de umidade ou de sólidos do produto no valor da difusividade poderia minimizar os desvios médios relativos.

Tabela 4.17: Difusividade efetiva de água e de solutos pelo modelo de Fick

Teste	Água			Solutos		
	$D_{\text{efA}} \times 10^{10} (\text{m}^2/\text{s})$	R^2	P (%)	$D_{\text{efS}} \times 10^{10} (\text{m}^2/\text{s})$	R^2	P (%)
1	8,20	0,992	4,86	11,13	0,982	11,24
2	6,43	0,994	3,38	16,47	0,966	23,72
3	11,33	0,987	10,11	13,04	0,983	13,77
4	8,57	0,991	12,41	16,50	0,970	20,99
5	9,31	0,985	5,51	12,26	0,958	12,13
6	8,35	0,990	4,85	17,51	0,960	21,55
7	13,28	0,977	15,56	18,13	0,960	25,80
8	9,06	0,981	8,23	16,59	0,954	24,40
9	13,43	0,981	15,38	12,55	0,982	14,46
10	8,96	0,989	7,06	17,51	0,950	30,60
11	10,92	0,979	12,17	19,90	0,952	33,27
12	14,70	0,979	18,32	24,75	0,967	31,87
13	8,11	0,989	5,23	12,31	0,965	19,79
14	8,87	0,990	5,53	8,01	0,989	4,80
15	10,12	0,987	8,56	14,07	0,963	14,92
16	9,85	0,984	8,96	12,07	0,955	15,94
17	9,38	0,982	9,00	15,22	0,959	17,18

O resultado da análise estatística, aplicado aos dados experimentais de difusividade efetiva da água e difusividade efetiva de solutos considerando-se um intervalo de confiança de 80% ($p \leq 0,20$), é apresentado nas Tabelas 4.18 e 4.19. Os efeitos considerados significativos dos fatores lineares, quadráticos e da interação são apresentados em negrito.

Tabela 4.18: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para difusividade efetiva de água e sólidos

	Difusividade de água			Difusividade de sólidos		
	Coef.Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef.Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	$9,89 \times 10^{-10}$	$6,77 \times 10^{-11}$	>0,01	$1,38 \times 10^{-09}$	$1,13 \times 10^{-10}$	>0,01
(1)C(L)	$-1,26 \times 10^{-10}$	$3,18 \times 10^{-11}$	0,01	$1,53 \times 10^{-10}$	$5,33 \times 10^{-11}$	0,02
C(Q)	$1,48 \times 10^{-11}$	$3,50 \times 10^{-11}$	0,69	$2,71 \times 10^{-11}$	$5,87 \times 10^{-11}$	0,66
(2)T(L)	$1,19 \times 10^{-10}$	$3,18 \times 10^{-11}$	0,01	$1,10 \times 10^{-10}$	$5,33 \times 10^{-11}$	0,08
T(Q)	$7,19 \times 10^{-11}$	$3,50 \times 10^{-11}$	0,08	$2,85 \times 10^{-10}$	$5,87 \times 10^{-11}$	>0,01
(3)t(L)	$4,95 \times 10^{-11}$	$3,18 \times 10^{-11}$	0,16	$8,83 \times 10^{-13}$	$5,33 \times 10^{-11}$	0,99
T(Q)	$-8,11 \times 10^{-11}$	$3,50 \times 10^{-11}$	0,05	$-1,46 \times 10^{-10}$	$5,87 \times 10^{-11}$	0,04
1L e 2L	$-5,321 \times 10^{-11}$	$4,15 \times 10^{-11}$	0,24	$-1,08 \times 10^{-10}$	$6,96 \times 10^{-11}$	0,16
1L e 3L	$-8,08 \times 10^{-12}$	$4,15 \times 10^{-11}$	0,85	$-6,36 \times 10^{-11}$	$6,96 \times 10^{-11}$	0,39
2L e 3L	$-7,23 \times 10^{-12}$	$4,15 \times 10^{-11}$	0,87	$3,78 \times 10^{-11}$	$6,96 \times 10^{-11}$	0,60

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Verificou-se pela ANOVA (Tabela 4.19) que os modelos para difusividade efetiva apresentaram regressão significativa (F calculado superior a F tabelado) e os coeficientes de determinação (R^2) foram superiores a 0,84, indicando um bom ajuste dos dados experimentais ao modelo proposto. Os modelos propostos apresentaram F calculado pelo menos 3,5 vezes superior ao F tabelado.

A análise estatística mostrou que a difusividade efetiva de água (D_{efA}) foi afetada positivamente pela temperatura linear e quadrática, ou seja, a elevação da temperatura favoreceu a D_{efA} . Porém existe um ponto de mínimo, dado pelo fator quadrático, e que pode ser visualizado na Figura 4.17 (c), na temperatura de aproximadamente 25°C.

Tabela 4.19: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para a difusividade efetiva de água e sólidos

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
Difusividade da água					
Regressão	$6,34 \times 10^{-19}$	5	$1,27 \times 10^{-19}$	11,37	3,20
Resíduo	$1,23 \times 10^{-19}$	11	$1,11 \times 10^{-20}$		
Total	$7,56 \times 10^{-19}$			$R^2 = 0,84$	
Modelo	$D_{\text{efA}} = 1,01 \times 10^{-9} - 1,26 \times 10^{-10}C + 1,19 \times 10^{-10}T + 0,68 \times 10^{-10}T^2 + 0,49 \times 10^{-10}t - 0,85 \times 10^{-10}t^2$				
Difusividade de sólidos					
Regressão	$2,14 \times 10^{-18}$	5	$4,27 \times 10^{-19}$	14,55	3,20
Resíduo	$3,23 \times 10^{-19}$	11	$2,94 \times 10^{-20}$		
Total	$2,46 \times 10^{-18}$			$R^2 = 0,87$	
Modelo	$D_{\text{efS}} = 1,42 \times 10^{-9} + 1,53 \times 10^{-10}C + 1,10 \times 10^{-10}T + 2,78 \times 10^{-10}T^2 - 1,53 \times 10^{-10}t^2 - 1,08 \times 10^{-10}C \times T$				

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática

Valores tabelados de F a 5% de significância

Apesar do aumento da concentração da solução osmótica favorecer a perda de água, não causou o aumento da difusividade efetiva. (Figura 4.17 (a) e (b)). Uma vez que esta propriedade depende da velocidade em que se atinge a estabilidade na perda de água, esta foi alcançada mais rapidamente em concentrações mais baixas, favorecendo valores da difusividade efetiva. Na difusividade efetiva de sólidos (D_{efS}) aconteceu fato semelhante já que o ganho de sólidos é maior em concentrações mais baixas, porém, o ganho de sólidos atinge mais rapidamente a estabilidade em concentrações altas, e, portanto, a concentração linear influenciou positivamente a D_{efS} (Figura 4.18 (a) e (b)). Este resultado também foi obtido na primeira etapa do projeto (planejamento fatorial fracionário 2^{5-1}). Assim como para a D_{efA} , os fatores linear e quadrático da temperatura afetaram positivamente a difusividade efetiva de sólidos. O fator quadrático da temperatura foi mais significativo para D_{efS} do que para D_{efA} como pode ser visualizado na Figura 4.18 (a) e (c). Apesar da concentração e da temperatura favorecerem a D_{efS} , a interação desses dois fatores não favoreceram o aumento da difusividade efetiva de sólidos.

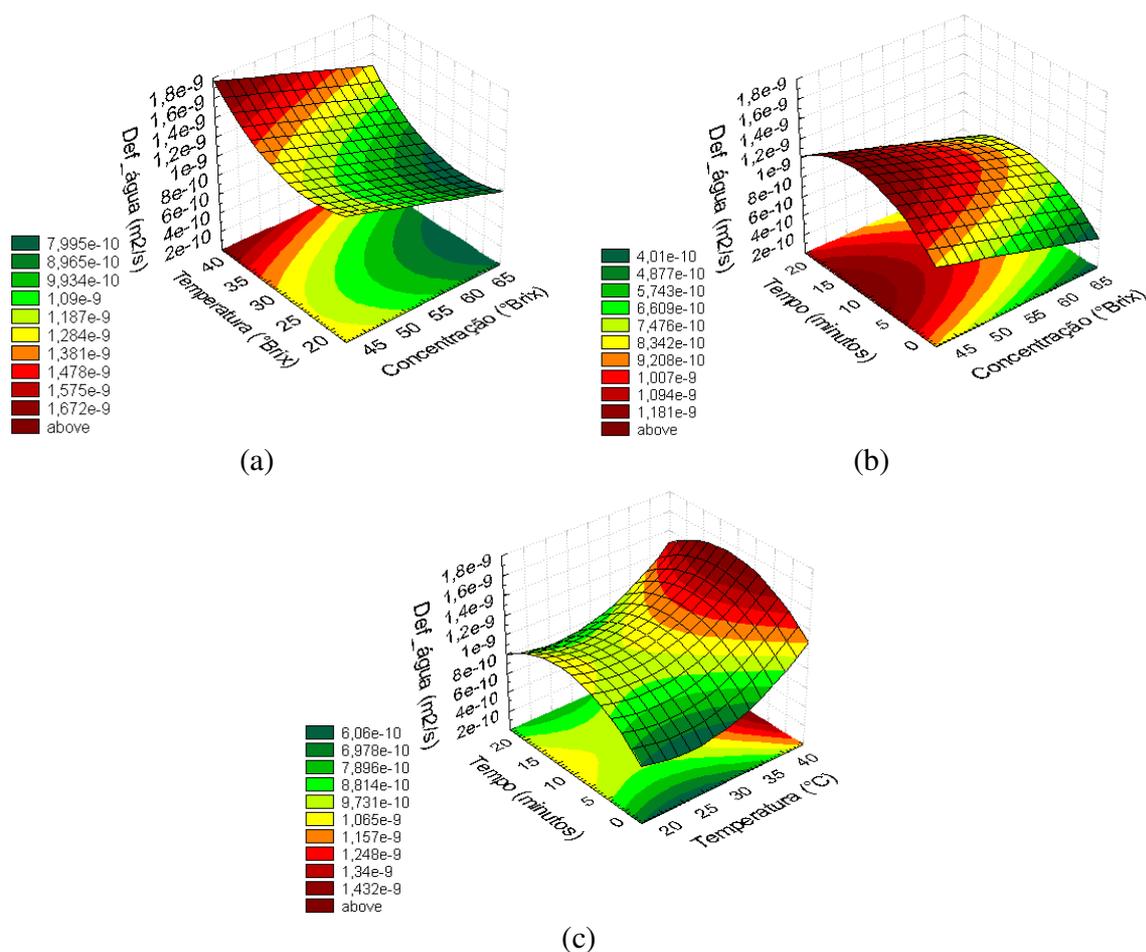


Figura 4.17: Superfícies de resposta para Difusividade efetiva de água a: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix

A variável tempo de aplicação de vácuo apresentou influência quadrática negativa e linear positiva para a difusividade efetiva de água e para a difusividade efetiva de sólidos, o tempo de aplicação de vácuo apresentou somente influência quadrática negativa. As máximas difusividades efetivas de água e de sólidos foram obtidas com a aplicação entre 5 e 15 minutos de pulso de vácuo (Figura 4.17 (b) e (c) para D_{efA} e Figura 4.18 (b) e (c) para D_{efS}). A aplicação do vácuo intensificou a perda de água e ao ganho de sólidos no início do processo o que aumentou a transferência de massa e, em consequência, elevou os coeficientes de difusão até cerca de 15 minutos de aplicação de vácuo. Acima desse tempo, o vácuo pode provocar uma alteração na velocidade em que a estabilidade da perda de água e de ganho de sólidos é atingida acarretando em valores da difusividade mais baixos.

Valores mais elevados de coeficientes efetivos de difusão foram observados por Fito *et al.* (2001) quando aplicou-se o pulso de vácuo (PVOD) na desidratação osmótica de diversas frutas e quanto maior a sua porosidade, maior foi o aumento do coeficiente de difusão promovido pelo PVOD em relação à OD. Escriche *et al.* (2000) também verificaram para kiwi que o processo a PVOD apresentou valores de difusividade efetiva maiores, mas não houve diferença quando variou-se o tempo do pulso de vácuo.

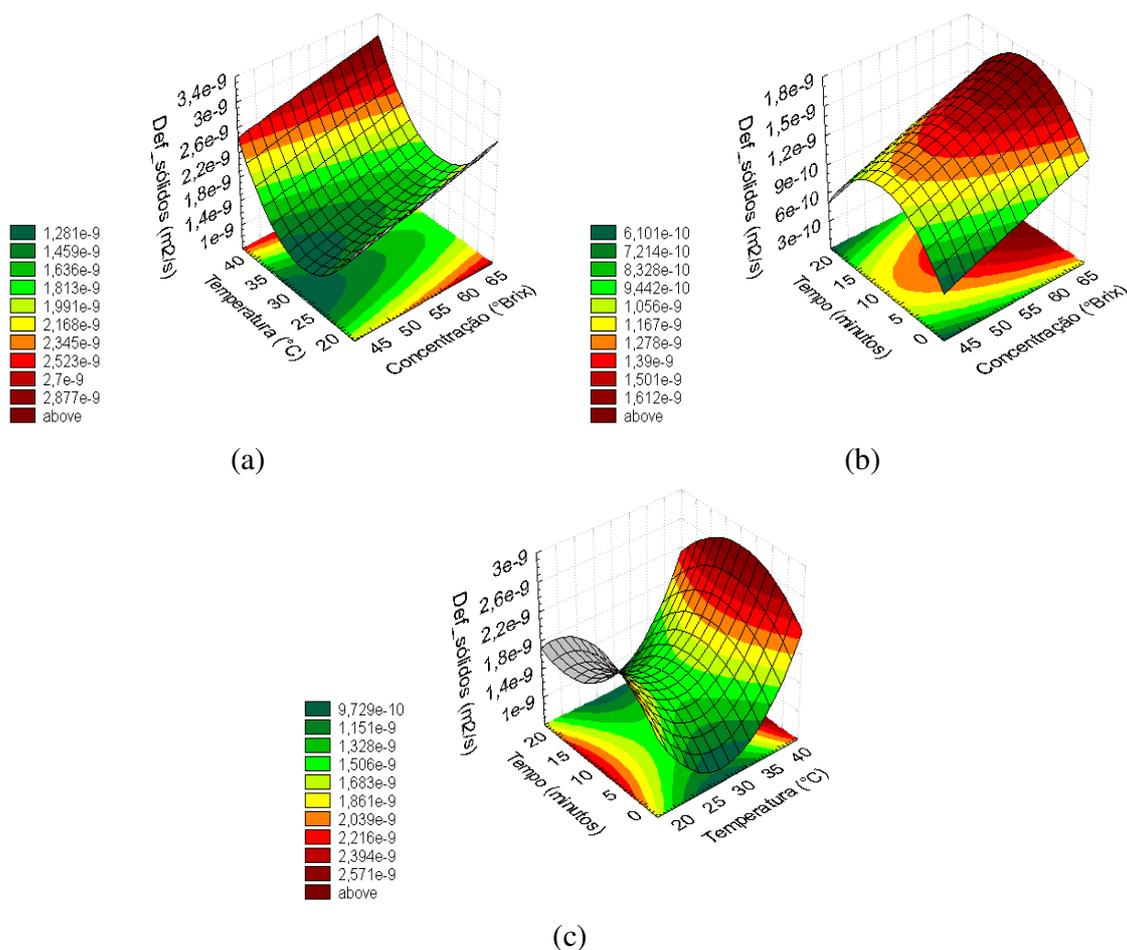


Figura 4.18: Superfícies de resposta para Difusividade efetiva de sólidos (Def_sólidos) a: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix

Os valores da difusividade efetiva calculada através Método 3 e os parâmetros K_1 (contribuição do HDM na variação total da massa) e K_2 (efeito global do mecanismo pseudo-difusional na mudança de peso) são apresentados na Tabela 4.20. Os valores da difusividade variaram entre $1,058$ e $3,134 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e de maneira geral foram mais baixos

que os valores obtidos pelo Método 2. O modelo proposto por Fito e Chiralt (1996) ajustou-se bem aos dados experimentais apresentando desvios médios relativos (P (%)) entre os valores experimentais e os calculados menores que 10%. O parâmetro K_1 foi negativo para todos os testes realizados assim como os calculados no planejamento anterior (planejamento fatorial 2^{5-1}) mostrando que não houve contribuição do mecanismo hidrodinâmico nas condições de processo estudadas. O modelo proposto por Fito e Chiralt (1996) inclui um parâmetro que representa a contribuição do mecanismo hidrodinâmico e não seria adequado utilizá-lo para a determinação da difusividade efetiva de experimentos à pressão atmosférica. Entretanto, para efeito da análise desta resposta, considerou-se os valores obtidos pelo Método 3 para o processo à pressão atmosférica (teste 14).

Tabela 4.20: Parâmetros K_1 e K_2 e difusividade efetiva calculados pelo Método 3

Testes	K_1	K_2 ($s^{0,5}$)	$D_{ef} \times 10^{10}$ (m^2/s)	P (%)	R^2
1	-0,032	0,003	1,255	3,29	0,992
2	-0,041	0,003	1,108	3,84	0,996
3	-0,048	0,004	2,764	3,96	0,997
4	-0,042	0,004	2,455	6,82	0,991
5	-0,019	0,003	1,150	3,16	0,989
6	-0,035	0,003	1,193	6,42	0,978
7	-0,037	0,004	3,134	4,54	0,994
8	-0,053	0,004	2,418	8,36	0,987
9	-0,022	0,004	2,188	1,58	0,999
10	-0,056	0,003	1,763	6,14	0,995
11	-0,018	0,003	1,058	3,78	0,989
12	-0,033	0,004	3,092	4,23	0,997
13	-0,061	0,004	2,106	5,68	0,995
14	-0,048	0,004	2,259	8,09	0,978
15	-0,043	0,004	2,224	4,11	0,996
16	-0,046	0,004	2,259	4,75	0,996
17	-0,049	0,003	1,914	8,73	0,966

Os resultados da análise estatística, aplicado aos dados experimentais de difusividade efetiva calculados pelo Método 3 considerando-se um intervalo de confiança de 80% ($p \leq 0,20$), são apresentados nas Tabelas 4.21 e 4.22. Os efeitos considerados significativos dos fatores lineares, quadráticos e da interação são apresentados em negrito.

A análise estatística mostrou que a difusividade efetiva foi afetada principalmente pela temperatura linear, onde a elevação da temperatura favoreceu o aumento da difusividade como pode ser observado na Figura 4.19 (a) e (c). Pelo Método 2, as difusividades tanto de água quanto de sólidos também foram afetadas positivamente pelo aumento da temperatura.

Tabela 4.21: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para difusividade efetiva calculada pelo Método 3

	Difusividade efetiva		
	Coef.Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	$2,14 \times 10^{-10}$	$1,10 \times 10^{-11}$	>0,01
(1)C(L)	$-1,35 \times 10^{-11}$	$5,18 \times 10^{-12}$	0,04
C(Q)	$-8,67 \times 10^{-12}$	$5,71 \times 10^{-12}$	0,17
(2)T(L)	$6,95 \times 10^{-11}$	$5,18 \times 10^{-12}$	>0,01
T(Q)	$-5,15 \times 10^{-12}$	$5,71 \times 10^{-12}$	0,40
(3)t(L)	$4,18 \times 10^{-12}$	$5,18 \times 10^{-12}$	0,45
t(Q)	$-1,32 \times 10^{-12}$	$5,71 \times 10^{-12}$	0,82
1L e 2L	$-1,15 \times 10^{-11}$	$6,77 \times 10^{-12}$	0,13
1L e 3L	$-2,71 \times 10^{-12}$	$6,77 \times 10^{-12}$	0,70
2L e 3L	$4,40 \times 10^{-12}$	$6,77 \times 10^{-12}$	0,54

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Tabela 4.22: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para a difusividade efetiva calculada pelo Método 3

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
Regressão	$7,01 \times 10^{-19}$	4	$1,75 \times 10^{-19}$	63,40	3,26
Resíduo	$0,33 \times 10^{-19}$	12	$2,76 \times 10^{-21}$		
Total	$7,34 \times 10^{-19}$			$R^2 = 0,95$	
Modelo	$D_{\text{efA}} = 2,08 \times 10^{-10} - 0,14 \times 10^{-10}C - 0,07 \times 10^{-10}C^2 + 0,69 \times 10^{-10}C - 0,12 \times 10^{-10}C \times T$				

SQ = soma quadrática; *GL* = grau de liberdade; *MQ* = média quadrática

Valores tabelados de *F* a 5% de significância

A difusividade foi afetada negativamente pela concentração linear e quadrática e pela interação dos fatores concentração e temperatura. Os resultados foram condizentes com os obtidos no planejamento fatorial, no qual a temperatura apresentou um efeito positivo e a concentração, um efeito negativo, e também com os resultados de outros

autores que determinaram a difusividade pelo Método 3 (Barat, Chiralt e Fito (2001) para maçã, Giraldo *et al.* (2003) para manga e Escriche *et al.* (2000) para Kiwi). Considerando o tempo de aplicação do pulso de vácuo, que foi significativo pelo Método 2, não afetou significativamente a difusividade pelo Método 3 (Figura 4.19 (b) e (c)).

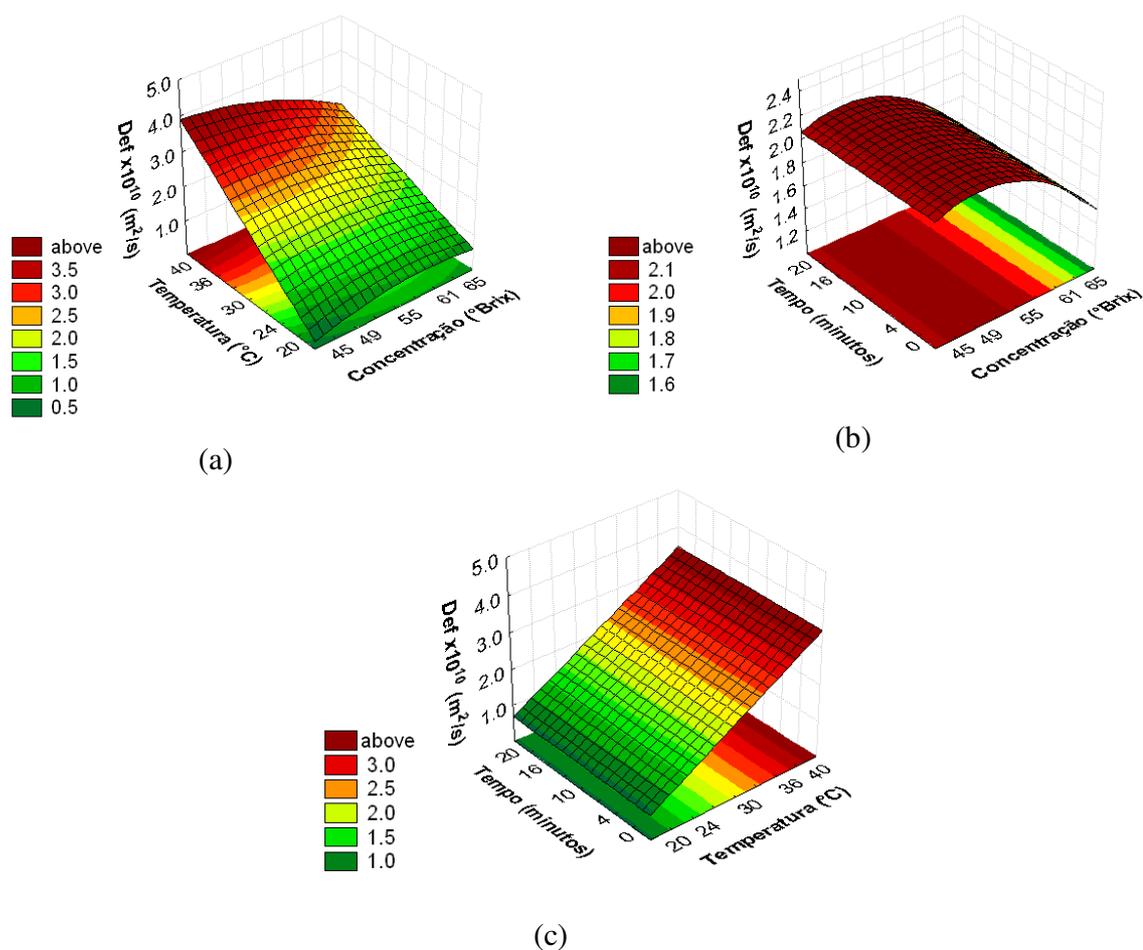


Figura 4.19: Superfícies de resposta para Difusividade efetiva a: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30 $^{\circ}\text{C}$ e (c) 55 $^{\circ}\text{Brix}$

4.3.5 Propriedades reológicas: tensão e deformação na ruptura

As medidas da tensão e deformação na ruptura foram feitas ao longo do processo para todos os ensaios realizados no planejamento experimental 2³. O parâmetro tensão na ruptura apresentou um desvio elevado que pode ser atribuído à heterogeneidade entre as

frutas e à falta de uniformidade em sua estrutura interna, uma vez que as propriedades mecânicas de um material biológico são determinadas pela estrutura e pelos constituintes da parede celular, afetados pelas condições de processo e pelas pequenas variações no nível de maturação, variedade e época de colheita. Desvios elevados na determinação da tensão na ruptura também foram observadas em trabalhos realizados com goiabas (PEREIRA *et al.*, 2004), maçãs (LEWICKI e LUKASZUK, 2000) e melão (FERRARI, 2005).

Os resultados para tensão na ruptura normalizada e da deformação na ruptura normalizada \pm desvio padrão, considerando quatro tempos representativos do processo (30, 60, 120 e 300 minutos), são apresentados na Tabela 4.23 e 4.24, respectivamente.

Tabela 4.23: Variação da tensão na ruptura normalizada (Pa/Pa) para 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

Teste	Tensão na ruptura (Pa/Pa)			
	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
1	0,90 \pm 0,05	0,86 \pm 0,16	0,73 \pm 0,08	0,71 \pm 0,09
2	1,06 \pm 0,10	1,16 \pm 0,61	1,16 \pm 0,75	1,39 \pm 0,64
3	0,89 \pm 0,06	0,78 \pm 0,11	0,79 \pm 0,09	0,91 \pm 0,12
4	0,91 \pm 0,02	0,90 \pm 0,04	0,92 \pm 0,07	0,70 \pm 0,07
5	0,83 \pm 0,07	0,77 \pm 0,12	0,92 \pm 0,10	0,82 \pm 0,13
6	1,08 \pm 0,43	1,04 \pm 0,49	1,11 \pm 0,29	0,87 \pm 0,24
7	0,71 \pm 0,03	0,73 \pm 0,05	0,69 \pm 0,21	0,50 \pm 0,03
8	0,91 \pm 0,14	0,88 \pm 0,24	0,77 \pm 0,40	0,34 \pm 0,01
9	0,74 \pm 0,06	0,51 \pm 0,21	0,51 \pm 0,17	0,34 \pm 0,01
10	1,01 \pm 0,23	1,04 \pm 0,06	1,20 \pm 0,12	0,58 \pm 0,06
11	1,06 \pm 0,23	0,99 \pm 0,21	0,96 \pm 0,43	0,88 \pm 0,15
12	0,78 \pm 0,04	0,73 \pm 0,26	0,54 \pm 0,09	0,48 \pm 0,12
13	0,93 \pm 0,32	0,73 \pm 0,25	0,73 \pm 0,20	0,75 \pm 0,24
14	0,78 \pm 0,20	0,76 \pm 0,15	0,77 \pm 0,31	0,78 \pm 0,13
15	0,90 \pm 0,12	1,03 \pm 0,13	0,93 \pm 0,24	0,56 \pm 0,07
16	0,99 \pm 0,10	0,95 \pm 0,07	1,01 \pm 0,64	0,54 \pm 0,40
17	1,00 \pm 0,30	0,90 \pm 0,20	0,66 \pm 0,28	0,78 \pm 0,52

Tabela 4.24: Variação da deformação na ruptura (m/m) para 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

Teste	Deformação na ruptura (m/m)			
	30 minutos	60 minutos	120 minutos	300 minutos
1	0,25±0,04	0,33±0,05	0,37±0,05	0,55±0,07
2	0,34±0,06	0,33±0,04	0,47±0,06	0,70±0,07
3	0,31±0,05	0,36±0,02	0,46±0,03	0,55±0,07
4	0,22±0,04	0,27±0,02	0,45±0,05	0,65±0,02
5	0,23±0,05	0,25±0,03	0,29±0,05	0,54±0,03
6	0,32±0,11	0,40±0,13	0,47±0,07	0,57±0,13
7	0,24±0,02	0,32±0,04	0,39±0,04	0,56±0,05
8	0,31±0,05	0,49±0,07	0,49±0,11	0,65±0,08
9	0,23±0,03	0,30±0,04	0,37±0,06	0,43±0,05
10	0,25±0,03	0,36±0,04	0,46±0,02	0,76±0,10
11	0,20±0,03	0,22±0,02	0,31±0,05	0,48±0,07
12	0,33±0,05	0,38±0,04	0,56±0,11	0,75±0,10
13	0,26±0,03	0,32±0,04	0,36±0,04	0,55±0,06
14	0,29±0,04	0,34±0,04	0,42±0,04	0,63±0,07
15	0,25±0,06	0,36±0,02	0,37±0,04	0,53±0,06
16	0,22±0,04	0,38±0,09	0,45±0,08	0,57±0,07
17	0,42±0,03	0,33±0,05	0,42±0,09	0,69±0,06

Tensão na ruptura

O resultado da análise estatística, aplicado aos dados experimentais de tensão na ruptura normalizada considerando-se um intervalo de confiança de 80% ($p \leq 0,20$), são apresentados nas Tabelas 4.25 e 4.26. Os efeitos considerados significativos dos fatores lineares, quadráticos e da interação são apresentados em negrito.

Tabela 4.25: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para tensão na ruptura normalizada considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

	30 minutos			60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor									
Média global	0,961	0,025	>0,01	0,951	0,054	>0,01	0,859	0,083	>0,01	0,619	0,115	>0,01
(1)C(L)	0,080	0,012	>0,01	0,126	0,025	>0,01	0,147	0,039	0,01	0,071	0,054	0,23
C(Q)	-0,024	0,013	0,10	-0,041	0,028	0,18	0,021	0,043	0,64	-0,041	0,059	0,51
(2)T(L)	-0,068	0,012	>0,01	-0,073	0,025	0,02	-0,107	0,039	0,03	-0,147	0,054	0,03
T(Q)	-0,007	0,013	0,62	-0,010	0,028	0,72	-0,019	0,043	0,68	0,054	0,059	0,39
(3)t(L)	-0,035	0,012	0,02	-0,016	0,025	0,54	-0,004	0,039	0,93	-0,083	0,054	0,17
t(Q)	-0,031	0,013	0,05	-0,051	0,028	0,11	-0,016	0,043	0,72	0,084	0,059	0,21
1L e 2L	-0,023	0,015	0,18	-0,037	0,033	0,30	-0,051	0,051	0,35	-0,137	0,070	0,09
1L e 3L	0,034	0,015	0,06	0,000	0,033	1,00	-0,035	0,051	0,51	-0,072	0,070	0,34
2L e 3L	-0,017	0,015	0,30	0,019	0,033	0,58	-0,047	0,051	0,38	-0,046	0,070	0,54

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Verificou-se pela ANOVA (Tabela 4.26) que todos os modelos ao longo do tempo apresentaram regressão significativa (F calculado superior a F tabelado), porém somente para 30 e 60 minutos de processo, os coeficientes de determinação (R^2) foram superiores a 0,75. Assim, construiu-se as superfícies de resposta somente para 60 minutos de processo. Para os demais tempos, os resultados mostraram somente a tendência do efeito das variáveis de processo tal como o efeito estatisticamente significativo negativo da temperatura linear para todos os tempos de processo. Isso indica que a duração da desidratação osmótica é o fator que mais influencia na variação dos parâmetros reológicos, já que o efeito das variáveis do processo não se manteve ao longo do tempo (CHIRALT *et al.*, 2001). Nas Figuras 4.20 e 4.21, que mostram a variação da tensão na ruptura normalizada em função do tempo de processo, observa-se o decréscimo no valor deste parâmetro a partir dos 120 minutos de processo. Como os valores foram normalizados, as amostras com valores próximos de 1 (um) sofreram alterações mais brandas em relação à fruta fresca.

Tabela 4.26: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para tensão na ruptura normalizada ao longo do processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
30 minutos					
Regressão	0,19	7	0,03	15,85	3,29
Resíduo	0,02	9	0,00		
Total	0,21			R ² = 0,92	
Modelo	RUP_30 = 0,952 + 0,080C - 0,022C ² - 0,068T - 0,035t - 0,029t ² - 0,023C×T + 0,034C×t				
60 minutos					
Regressão	0,33	4	0,08	12,23	3,26
Resíduo	0,08	12	0,01		
Total	0,41			R ² = 0,80	
Modelo	RUP_60 = 0,938 + 0,127C - 0,038C ² - 0,072T - 0,049t ²				
120 minutos					
Regressão	0,45	2	0,23	15,03	3,74
Resíduo	0,21	14	0,02		
Total	0,66			R ² = 0,68	
Modelo	RUP_120 = 0,848 + 0,147C - 0,107T				
300 minutos					
Regressão	0,54	3	0,18	4,92	3,41
Resíduo	0,48	13	0,04		
Total	1,02			R ² = 0,41	
Modelo	RUP_300 = 0,702 - 0,147T - 0,083t - 0,138C×T				

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática
Valores tabelados de F a 5% de significância

Com exceção da interação da concentração da solução osmótica com o tempo de aplicação de vácuo para 30 minutos de processo, somente a concentração linear apresentou coeficiente de regressão positivo, ou seja, com o aumento da concentração, as amostras apresentaram uma característica mais acentuada de dureza, isto é, maior resistência à ruptura.

A mudança de textura no processo osmótico é atribuída principalmente aos fluxos de perda de água e ganho de sólidos. Concentrações acima de 60°Brix causaram uma baixa incorporação de sólidos e uma grande perda de água e, em consequência, ocorreu um endurecimento da amostra caracterizado pelo aumento da tensão na ruptura em comparação

com as amostras “in natura”. O amolecimento das amostras, ou seja, o declínio da tensão na ruptura, ao longo do tempo em concentrações mais baixas pode ter ocorrido devido a incorporação de solutos que altera a composição do produto e pode causar mudanças nas propriedades reológicas (Figuras 4.20 e 4.22 (a)). Para Chiralt *et al.* (2001) trabalhando com kiwi osmoticamente desidratado em soluções de sacarose a 30°C, a solução de 65°Brix também resultou num produto mais firme do que os produtos obtidos em soluções com concentrações mais baixas.

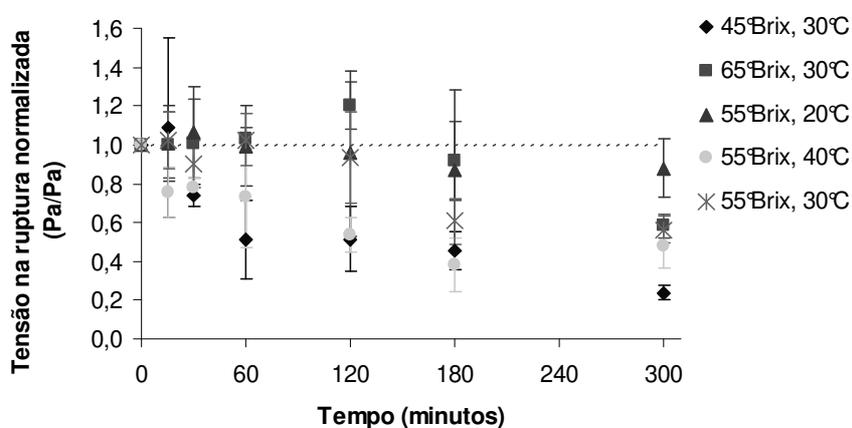


Figura 4.20: Variação da tensão na ruptura normalizada durante 5 horas de processo, variando-se a concentração e a temperatura, com 10 minutos de pulso de vácuo

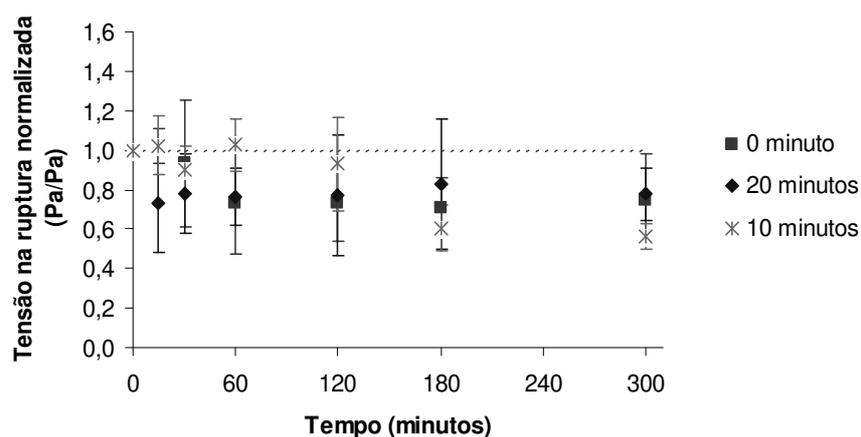


Figura 4.21: Variação da tensão na ruptura normalizada durante 5 horas de processo variando-se o tempo de pulso de vácuo, em solução a 55°Brix e 30°C

O aumento da temperatura provocou um declínio na tensão na ruptura, originando um produto mais mole, com menor resistência à ruptura, como pode ser verificado pela Figura 4.20 que apresenta a cinética da tensão na ruptura normalizada. Isto pode ter ocorrido pela degradação do tecido celular, causada pelo aumento da temperatura, o que também permitiu uma maior penetração de solutos no produto (LAZARIDES, KATSANIDIS e NICKOLAIDIS, 1995).

Considerando o tempo de aplicação de vácuo, o fator linear foi estatisticamente significativo para 30 minutos de processo e o fator quadrático foi significativo para 30 e 60 minutos de processo. A Figura 4.22 (b) e (c) mostra o efeito quadrático negativo do tempo de aplicação de vácuo caracterizado pela concavidade da superfície voltada para baixo. A aplicação de vácuo por um período não muito longo (até 15 minutos) preservou a estrutura da amostra em comparação ao processo à pressão ambiente. Na Figura 4.21 pode-se observar que os valores de tensão na ruptura normalizada são mais próximos da unidade, para o processo com 10 minutos de aplicação de vácuo, considerando até 120 minutos de processo. Quando o tempo de vácuo é mais longo (mais que 15 minutos), possíveis danos mecânicos na estrutura celular, como a separação das células, associadas à deformação da amostra quando o pulso de vácuo é aplicado podem ter ocorrido, provocando um amolecimento nas amostras (CHIRALT *et al.*, 2001 e CHIRALT e TALENS, 2005). Além disso, quando foram aplicados tempos elevados de pulso de vácuo, a incorporação de solutos na amostra também foi maior, o que contribuiu para a diminuição da tensão de ruptura.

Assim, para a manutenção da propriedade reológica de tensão na ruptura normalizada, o tempo de processo de 120 minutos, a concentração da solução osmótica até 60°Brix e de pelo menos cerca de 50°Brix com temperatura de processo de até 30°C e aplicando no máximo 15 minutos de pulso de vácuo são as condições mais adequadas.

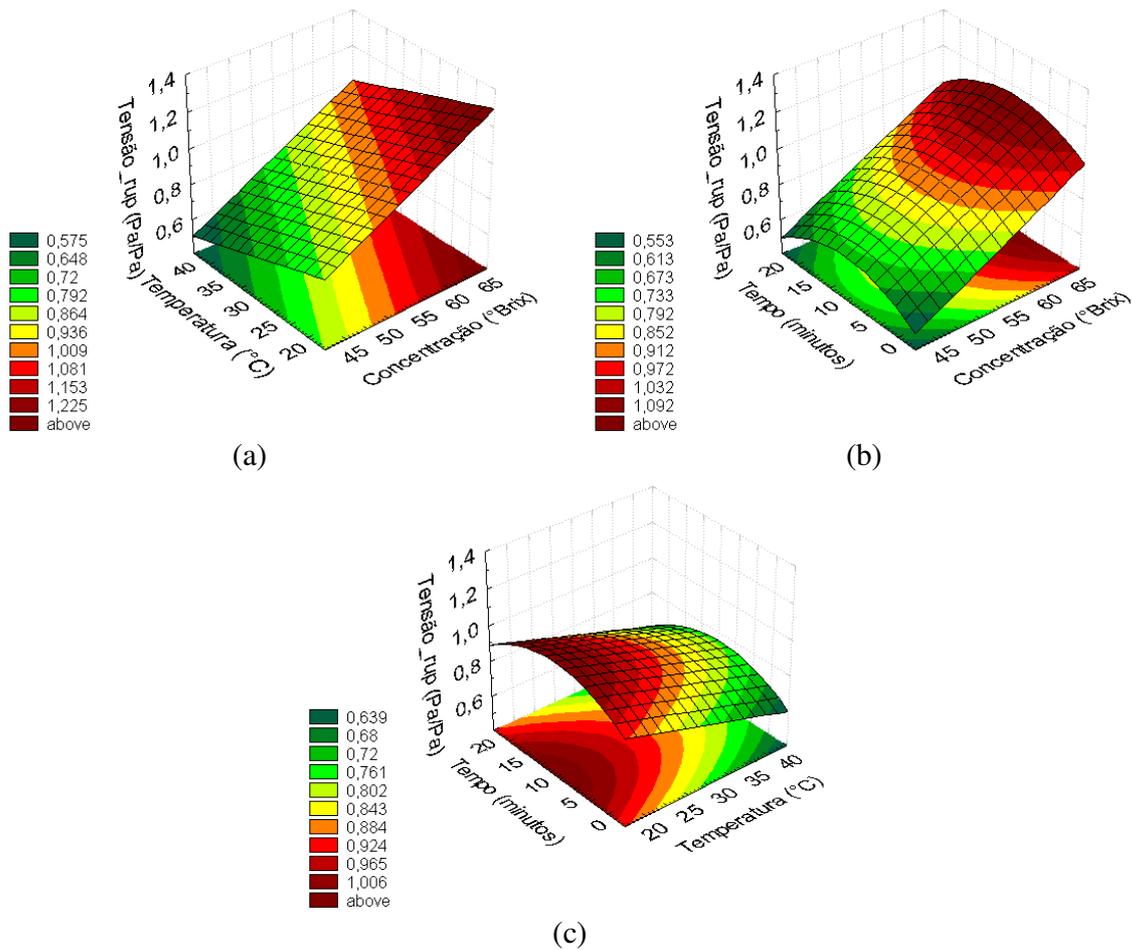


Figura 4.22: Superfícies de resposta para tensão na ruptura normalizada ao tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (b) 30°C e (c) 55°Brix

Deformação na ruptura

O resultado da análise estatística, aplicado aos dados experimentais de deformação na ruptura normalizada considerando-se um intervalo de confiança de 80% ($p \leq 0,20$), são apresentados nas Tabelas 4.27 e 4.28. Os efeitos considerados significativos dos fatores lineares, quadráticos e da interação são apresentados em negrito.

Tabela 4.27: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para deformação na ruptura normalizada considerando 30, 60, 120 e 300 minutos de processo

	30 minutos			60 minutos			120 minutos			300 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	1,350	0,162	<0,01	1,674	0,176	<0,01	1,941	0,234	<0,01	2,769	0,436	<0,01
(1)C(L)	-0,045	0,076	0,57	-0,011	0,083	0,90	0,035	0,110	0,76	0,160	0,205	0,46
C(Q)	0,058	0,084	0,51	0,136	0,091	0,18	0,209	0,121	0,13	0,301	0,226	0,22
(2)T(L)	0,084	0,076	0,30	0,155	0,083	0,10	0,270	0,110	0,04	0,237	0,205	0,28
T(Q)	0,061	0,084	0,49	0,008	0,091	0,93	0,153	0,121	0,25	0,207	0,226	0,39
(3)t(L)	-0,043	0,076	0,59	-0,004	0,083	0,96	-0,097	0,110	0,41	-0,112	0,205	0,60
t(Q)	-0,022	0,084	0,80	-0,055	0,091	0,56	-0,067	0,121	0,60	-0,065	0,226	0,78
1L e 2L	-0,208	0,099	0,07	-0,178	0,108	0,14	-0,246	0,144	0,13	-0,130	0,268	0,64
1L e 3L	0,041	0,099	0,69	0,159	0,108	0,18	0,031	0,144	0,84	-0,240	0,268	0,40
2L e 3L	-0,066	0,099	0,53	-0,013	0,108	0,91	-0,139	0,144	0,36	-0,125	0,268	0,66

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Verificou-se pela ANOVA (Tabela 4.28) que todos os modelos ao longo do tempo apresentaram regressão significativa (F calculado superior a F tabelado). Entretanto, os modelos não podem ser considerados preditivos já que o F calculado não foi ao menos 3 vezes superior ao F tabelado e não seria adequado construir as superfícies de resposta. Além disso, os coeficientes de determinação (R^2) ficaram abaixo de 0,75 indicando que os modelos não conseguem explicar a variabilidade dos dados experimentais.

Assim, os resultados mostraram somente a tendência dos efeitos das variáveis no processo que seriam o efeito positivo da concentração quadrática e da temperatura linear aos 60 e 120 minutos de processo. Para esses tempos de processo, o aumento da temperatura resultou no aumento da deformação na ruptura normalizada e, em relação à concentração da solução, concentrações intermediárias foram favoráveis a menor alteração na deformação na ruptura.

A interação negativa entre as variáveis temperatura e concentração aos 30, 60 e 120 minutos de processo indica que as combinações de concentração baixa e temperatura alta e concentração alta e temperatura baixa causam o aumento da deformação na ruptura. A interação positiva entre concentração e tempo de aplicação do pulso de vácuo aos 60 minutos de processo indica que o aumento desses dois fatores causa a elevação da deformação na ruptura.

Tabela 4.28: Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para deformação na ruptura normalizada ao longo do processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
30 minutos					
Regressão	0,35	1	0,35	6,18	4,54
Resíduo	0,84	15	0,06		
Total	1,19			R ² = 0,29	
Modelo	DEF ₃₀ = 1,428 - 0,208C×T				
60 minutos					
Regressão	1,06	4	0,27	4,60	3,22
Resíduo	0,70	12	0,06		
Total	1,76			R ² = 0,61	
Modelo	DEF ₆₀ = 1,627 + 0,147C ² + 0,155T - 0,178C×T + 0,159C×t				
120 minutos					
Regressão	1,94	3	0,65	4,48	3,41
Resíduo	1,88	13	0,14		
Total	3,83			R ² = 0,51	
Modelo	DEF ₁₂₀ = 2,027 + 0,189C + 0,270T - 0,246C×T				

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática
Valores tabelados de F a 5% de significância

Pelas Figuras 4.23 e 4.24 visualiza-se os resultados da variação da temperatura de processo, concentração da solução osmótica e do tempo de aplicação de vácuo durante o processo de desidratação osmótica. A deformação na ruptura foi superior nos experimentos a 65°Brix e 30°C e a 55°Brix e 40°C. Por ação da temperatura no processo conduzido à 40°C, a degradação do tecido celular permitiu uma maior penetração de solutos no produto acarretando numa maior plasticidade da estrutura celular e, conseqüentemente, uma maior resistência à deformação, deixando o produto mais elástico em comparação aos processos a 20 e 30°C. Observa-se pela Figura 4.24, que a variação do tempo de aplicação do pulso de vácuo pouco influenciou a deformação na ruptura normalizada.

De modo geral, para a manutenção da propriedade reológica de deformação na ruptura, a concentração da solução osmótica deve ser abaixo dos 65°C com temperatura de processo menor que 40°C, independentemente da condição de pressão de vácuo utilizada.

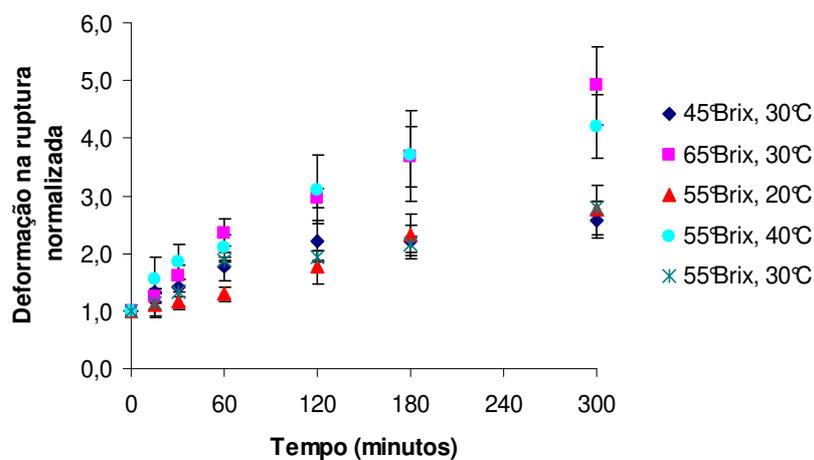


Figura 4.23: Variação da deformação na ruptura durante 5 horas de processo, variando-se a concentração e a temperatura, com 10 minutos de pulso de vácuo

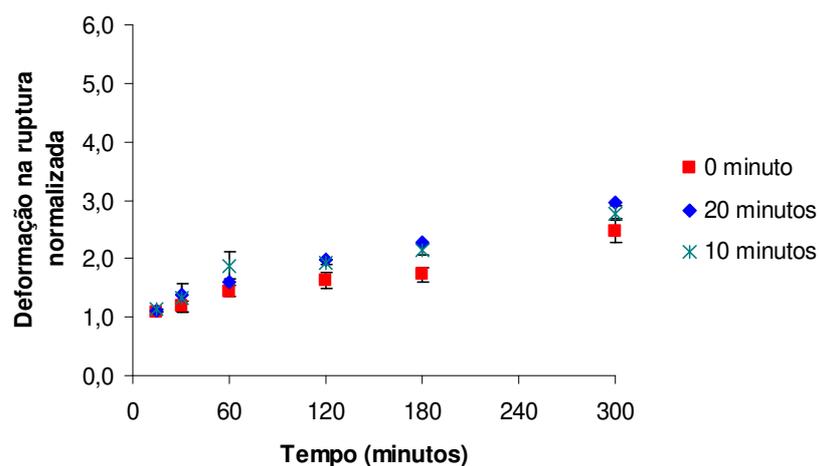


Figura 4.24: Variação da deformação na ruptura durante 5 horas de processo, variando-se o tempo de pulso de vácuo (0, 10 e 20 minutos), em solução a 55°Brix e 30°C

4.3.6 Considerações finais e otimização do processo

Através do planejamento experimental completo 2^3 verificou-se que os principais fatores que influenciam a desidratação osmótica da manga são a temperatura de processo e a concentração da solução osmótica. O aumento destes fatores favoreceram a perda de água e perda de peso. Soluções mais viscosas, altas concentrações e baixas temperaturas

minimizam o ganho de sólidos. O aumento da temperatura de processo e da concentração da solução contribuiu para a redução da a_w .

No início do processo, a aplicação de pulso de vácuo contribuiu para a retirada de água das amostras e para a incorporação de solutos. A partir dos 120 minutos de processo, verificou-se que os ensaios à pressão atmosférica ou com aplicação do pulso de vácuo por muito tempo (acima de 15 minutos) causaram uma maior incorporação de solutos.

Portanto, em relação as respostas perda de peso, perda de água e ganho de sólidos, as melhores condições de processo seriam concentração alta da solução osmótica, acima de 55°Brix, temperatura de processo mais amena, abaixo dos 35°C e aplicação de vácuo de até 15 minutos.

Soluções mais concentradas, que provocaram uma grande perda de água e baixa incorporação de solutos, foram eficientes na manutenção das propriedades reológicas de tensão e deformação na ruptura, ao contrário do aumento da temperatura que causou o amolecimento dos tecidos. Considerando essas as respostas, as melhores condições de processo seriam concentração da solução osmótica entre 50 e 60°Brix, temperatura de processo até 30°C e com aplicação de no máximo 15 minutos de vácuo.

Considerando as restrições para as melhores condições de processo (55 a 60°Brix, até 30°C e 120 minutos de processo) e o menor ganho de sólidos, a região otimizada está demarcada na Figura 4.26, que apresenta a curva de contorno do ganho de sólidos para 120 minutos de processo e aplicação de 10 minutos de vácuo. Considerando esses limites e a maior perda de água da amostra, a região otimizada está demarcada com um círculo na Figura 4.25, que apresenta o ganho de sólidos para 120 minutos de processo e aplicação de 10 minutos de vácuo. Assim, a melhor condição de processo pode ser considerada como sendo concentração da solução osmótica de 60°Brix e 30°C de temperatura de processo. Escolheu-se a aplicação de 10 minutos de vácuo por ser um tempo intermediário para a aplicação de vácuo.

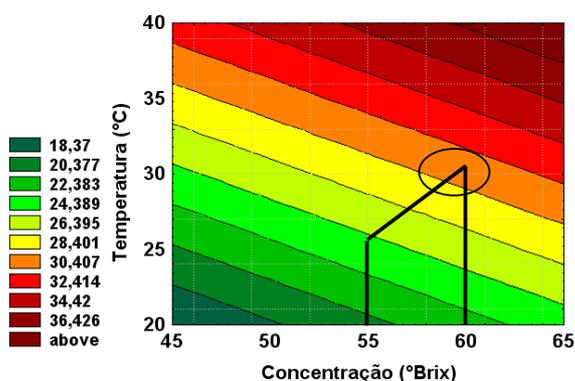


Figura 4.25: Curva de contorno para perda de água (120 minutos de processo) com 10 minutos de aplicação de vácuo

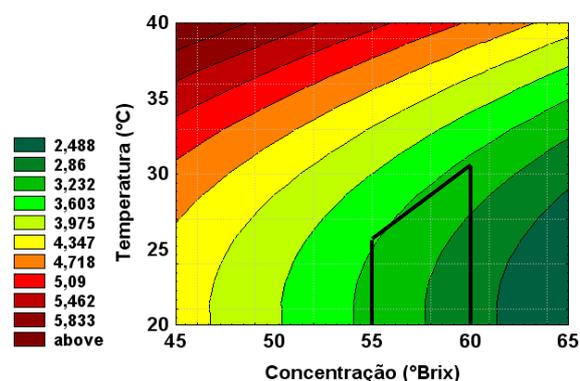


Figura 4.26: Curva de contorno para ganho de sólidos (120 minutos de processo) com 10 minutos de aplicação de vácuo

4.3.7 Validação dos modelos obtidos no planejamento experimental

Os ensaios na condição otimizada foram realizados à pressão atmosférica e com aplicação de um pulso de vácuo de 10 minutos para verificar a validação dos modelos obtidos e para o estudo da cinética do processo de desidratação osmótica que estão apresentados nos itens seguintes.

A condição ótima determinada no planejamento fatorial completo foi utilizada para o estudo da validação dos modelos obtidos da perda de água, perda de peso e ganho de sólidos e para o estudo da cinética do processo até 10h. Além da condição ótima, fez-se também um ensaio sem aplicação do pulso de vácuo. Os parâmetros dos processos foram:

- Desidratação osmótica sem pulso de vácuo - DO em p. atm.
 - Concentração osmótica: 60°Brix
 - Temperatura: 30°C
 - Agitação da solução: recirculação de 2,5 m³/h

- Desidratação osmótica com pulso de vácuo - PVOD
 - Concentração osmótica: 60°Brix

Temperatura: 30°C

Agitação da solução: recirculação de 2,5 m³/h

Pulso de vácuo: vácuo de 100 mbar por 10 minutos

Os valores preditos foram obtidos através da substituição direta dos valores codificados no modelo ajustado. Os valores codificados são:

- ✓ Concentração de 60°Brix: C=0,833
- ✓ Temperatura de 30°C: T=0
- ✓ tempo de vácuo de 10 minutos: t=0
- ✓ sem aplicação do pulso de vácuo: t=-1,68

A Tabela 4.29 apresenta os valores preditos pelos modelos, os valores experimentais \pm desvio padrão da triplicata e o desvio médio relativo entre predito e experimental para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos nas condições estudadas para o tempo otimizado do processo de 120 minutos.

Tabela 4.29: Validação dos modelos para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos

	Valor predito (V_p)	Valor experimental \pm desvio (V_e)	V_p-V_e	Desvio ((V_p-V_e)/V_e) (%)
<u>PERDA DE PESO</u>				
Modelo (Tabela 4.12) PP_120 (%) = 23,630 + 2,597C + 3,867T				
DO em p. atm.	25,794	26,104 \pm 1,044	0,310	1,188
PVOD	25,794	30,159 \pm 0,678	4,365	14,472
<u>PERDA DE ÁGUA</u>				
Modelo (Tabela 4.14) PA_120 (%) = 27,398 + 2,09C + 4,487T				
DO em p. atm.	29,140	29,416 \pm 0,775	0,277	0,94
PVOD	29,140	33,749 \pm 0,502	4,610	13,66
<u>GANHO DE SÓLIDOS</u>				
Modelo (Tabela 4.16) GS_120 (%) = 3,601 - 0,605C + 0,611T + 0,199T ² + 0,179t				
DO em p. atm.	2,796	3,312 \pm 0,268	0,516	15,58
PVOD	3,097	3,591 \pm 0,175	0,494	13,75

O ensaio em pressão atmosférica (DO em p. atm.) apresentou erros baixos entre os valores preditos e experimentais para a perda de peso e perda de água. Para os ensaios com aplicação do pulso de vácuo, os valores experimentais foram superiores em cerca de 14% aos valores preditos pelo modelo para perda de peso e perda de água. Para o ganho de sólidos, ambos os ensaios, DO em p. atm. e PVOD, apresentaram valores experimentais superiores aos valores preditos pelo modelo (15,6% e 13,8%, respectivamente). As Figuras 4.28 e 4.29 apresentam os valores experimentais obtidos e os valores preditos pelos modelos estudados (aos 30, 60, 120 e 300 minutos de processo) para a perda de peso e perda de água, respectivamente. Por estas figuras verifica-se que os valores preditos seguem a tendência da cinética do processo, porém, um pouco deslocados para baixo.

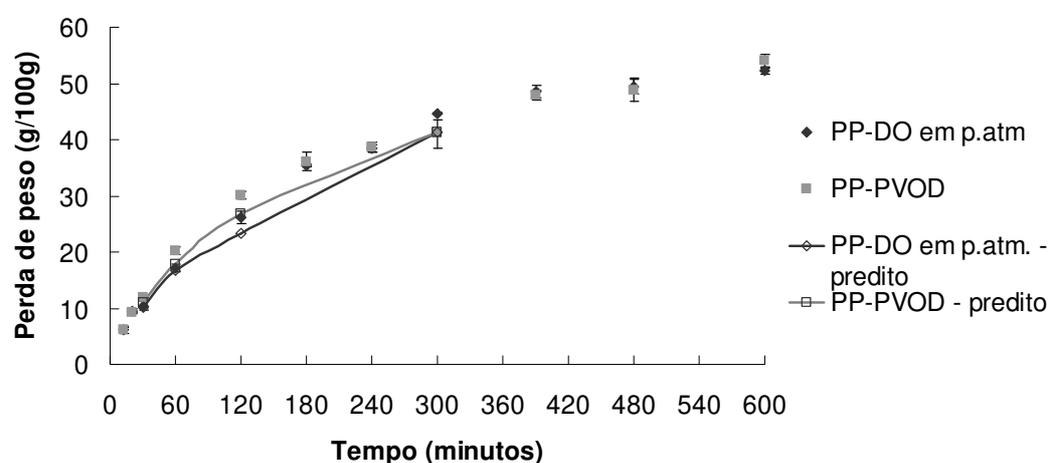


Figura 4.27: Cinética da perda de peso experimental e predita pelos modelos

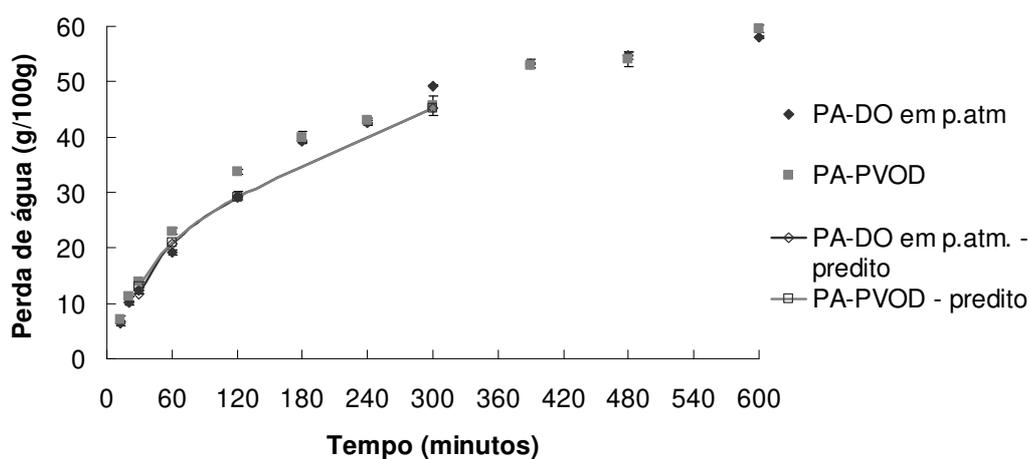


Figura 4.28: Cinética da perda de água experimental e predita pelos modelos

Em relação ao ganho de sólidos, os valores preditos não acompanharam as cinéticas de ganho de sólidos para os dois ensaios estudados (Figura 4.30). Em PVOD, os valores preditos de ganho de sólidos se estabilizaram antes dos valores experimentais enquanto que para DO em pressão atmosférica, os valores preditos não se estabilizaram. Sendo assim, os modelos obtidos não são muito confiáveis na predição do ganho de sólidos ao longo do processo. Especificamente a 120 minutos de processo, observou-se que os valores preditos de ganho de sólidos apresentaram erro de 15,6 e 13,8% para o processo em DO em pressão atmosférica e PVOD, respectivamente, em relação aos dados experimentais.

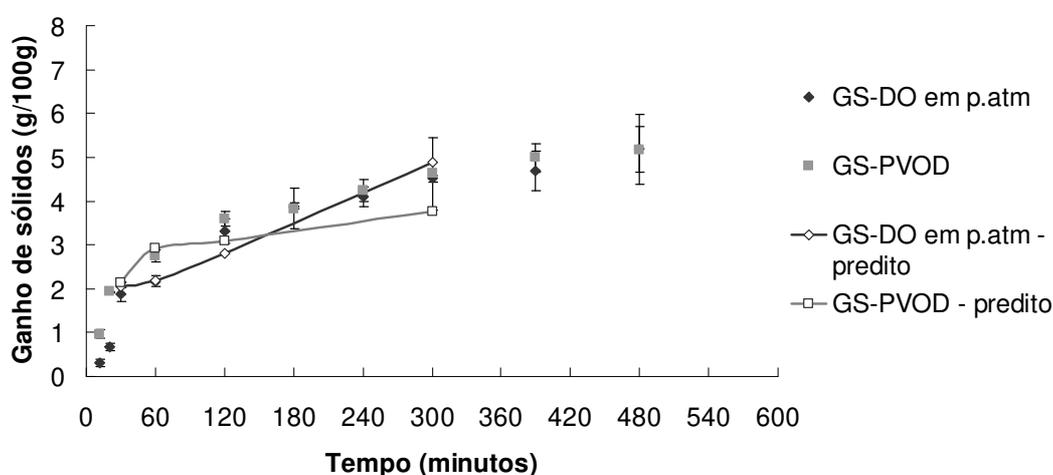


Figura 4.29: Cinética do ganho de sólidos experimental e predita pelos modelos

Em trabalhos com fruta e outros materiais biológicos podem ocorrer erros e desvios elevados devido a variabilidade da matéria-prima. Assim, os modelos apresentados poderiam ser utilizados como indicativo dos valores que seriam obtidos experimentalmente, entretanto, não poderiam ser considerados como preditivos.

Pelas Figuras 4.28 a 4.30, observa-se que a transferência de massa ocorre de maneira mais intensa nas duas primeiras horas do processo e tende a se estabilizar, com mínima perda de água e ganho de sólidos, a partir dos 390 minutos de processo (6,5 h).

A aplicação do pulso de vácuo provocou uma maior perda de água e ganho de sólidos no início do processo, entretanto, a partir da 3ª hora, a transferência de massa torna-se semelhante para as duas condições estudadas. Deste modo, em processos longos (tempos superiores a 120 minutos) a aplicação de vácuo não seria compensatória em termos de

transferência de massa para as condições estudadas.

4.4 Caracterização do produto

A caracterização das fatias de manga desidratadas osmoticamente na condição otimizada do processo com e sem aplicação de vácuo foi feita através das determinações de atividade de água, umidade, teor de carotenóides, parâmetros de cor (L^* , a^* , b^* e C^*) e parâmetros reológicos (tensão e deformação na ruptura). Os produtos analisados foram: fatias de manga frescas e desidratadas osmoticamente em 60°Brix, 30°C e 120 minutos de tempo de processo, sendo que o processo osmótico foi conduzido à pressão ambiente (DO em p. atm.) ou com aplicação de um pulso de vácuo de 10 minutos, seguido do processo em pressão ambiente (PVOD).

Umidade e atividade de água

Verifica-se pela Tabela 4.30 que tanto a umidade quanto a atividade de água das amostras processadas são semelhantes e que o processo conseguiu reduzir pouco a a_w . A baixa redução da umidade, de cerca de 11%, e o uso de uma solução com atividade de água relativamente alta (a_w de 0,898 para solução de sacarose a 60°Brix) não auxiliaram na redução da a_w . Apesar da suave redução da atividade de água, o processo osmótico quando combinado com outras técnicas de preservação, tais como embalagem sob atmosfera modificada e refrigeração, pode fornecer produtos com características similares ao produto fresco e de boa qualidade nutricional e sensorial (ALZAMORA *et al.*, 1997; PEREIRA *et al.*, 2004).

Tabela 4.30: Atividade de água e umidade das amostras frescas e processadas

Amostra	a_w	Umidade (g/100g)
Fresca	0,983±0,001	85,14±0,69
DO em p. atm.	0,974±0,003	74,30±0,25
PVOD	0,979±0,002	74,14±0,38

Teor de carotenóides

O processo de desidratação osmótica foi eficiente para a manutenção do teor de carotenóides da fruta fresca não havendo diferença estatisticamente significativa entre os processos em PVOD e em OD em p.atm considerando a massa seca inicial (μg carotenóides/g massa seca inicial) (Tabela 4.31). Em relação a massa do produto obtido (μg carotenóides/g produto final), verificou-se um aumento dos carotenóides totais como consequência da perda de massa ocasionada pelo processo de desidratação osmótica.

Godoy (1985) em seu estudo sobre mudanças na composição de carotenóides durante o processamento térmico e estocagem de manga, também não verificou perdas significativas de β -caroteno no processamento de pedaços de manga. Tonon, Baroni e Hubinger (2007) trabalhando com desidratação osmótica de tomates em soluções ternárias de sacarose e NaCl, também não observaram perdas no conteúdo de carotenóides totais do produto após 6h de processo. De acordo com as autoras, o uso de temperaturas relativamente baixas (de 20 a 40°C) e o não contato do produto com o oxigênio pelo imersão das amostras na solução osmótica durante o processo explicam os bons resultados obtidos na retenção dos carotenóides do tomate.

Tabela 4.31: Teor de carotenóides das amostras frescas e processadas

	Carotenóides ($\mu\text{g/g}$)	Carotenóides ($\mu\text{g/g}$ massa seca)
Fresca	32,73 \pm 3,59a	220,28 \pm 24,15a
DO em p. Atm.	51,03 \pm 2,83ab	198,54 \pm 11,02a
PVOD	56,87 \pm 6,71b	219,91 \pm 25,95a

Para uma mesma coluna, tratamentos com a mesma letra não diferem entre si a $p \leq 0,05$

Parâmetros de cor

Para a avaliação de cor das fatias de manga desidratadas osmoticamente na condição otimizada do processo, foram utilizados os parâmetros L^* , a^* e b^* , além do croma C^* e tom H^* que estão apresentados na Tabela 4.32. A análise estatística a $p \leq 0,05$ indica que existe diferença estatisticamente significativa entre as amostras processadas e a

fresca para os parâmetros L^* e a^* . Porém, não há diferença entre os dois processos, considerando todos os parâmetros de cor analisados.

A cor é uma importante propriedade em alimentos, relacionada à composição química e ao grau de desenvolvimento e alteração de um produto. Assim, o aumento do teor de carotenóides nas amostras está diretamente relacionado aos maiores valores dos parâmetros de cor observados, principalmente o parâmetro b^* , relativo à cor amarela, e o croma, que indica a intensificação da cor.

Tabela 4.32: parâmetros de cor das amostras frescas e processadas

	L^*	a^*	b^*	C^*	H^*
Fresca	69,86±4,08a	19,97±1,65a	79,13±2,72a	81,61±3,05a	1,32±0,01a
DO em p.atm.	63,97±3,75ab	23,44±1,43b	93,70±14,65a	96,61±14,54a	1,32±0,02a
PVOD	61,32±1,81b	24,17±1,01b	97,34±7,73a	100,31±7,44a	1,33±0,02a

Para uma mesma coluna, tratamentos com a mesma letra não diferem entre si a $p \leq 0,05$.

Observa-se que a luminosidade, definida pelo parâmetro L^* , das fatias de mangas processadas é menor e estatisticamente significativa do que a luminosidade da amostra fresca e que a alteração no croma (C^*) não apresentou alterações estatisticamente significativas. Rodrigues, Cunha e Hubinger (2003), trabalhando com pedaços de mamão, também verificaram o decréscimo da luminosidade com o processo osmótico e o aumento do croma, mostrando a intensificação da cor. As autoras explicam essa intensificação da cor como resultado da concentração e do ganho de sólidos que a fruta sofre no processo osmótico. Para Ferrari (2005), o croma das amostras de melão osmoticamente desidratado também se intensificou ao longo do processo, entretanto, houve uma diminuição da luminosidade.

Em relação aos parâmetros de cromaticidade a^* e b^* , verifica-se que ambos os parâmetros aumentaram com o processo de desidratação osmótica, entretanto somente para o parâmetro a^* , a amostra fresca diferiu estatisticamente das amostras processadas. O alto valor positivo obtido do parâmetro b^* denota a presença predominante da cor amarela na fruta. A intensificação dos parâmetros a^* e b^* leva ao aumento do croma, que representa a intensidade ou pureza da cor. Apesar de não haver diferença estatisticamente significativa

entre o croma da amostra fresca e das processadas, existe uma tendência ao aumento deste parâmetro nas frutas desidratadas osmoticamente. A perda de água, como consequência do processo de desidratação osmótica, conduziu à concentração dos pigmentos, tais como os carotenóides que, de 32,73 μ g/g na amostra fresca passaram a ter mais de 50 μ g/g nas amostras osmoticamente desidratadas (Tabela 4.31).

Não se observou alteração no parâmetro tom (H^*) com o processamento osmótico, indicando que a tonalidade da cor amarela e vermelha da manga foi preservada nas condições de processo avaliadas. Isto foi resultado da mínima degradação de pigmentos e da ausência de escurecimento enzimático ou químico no produto, devido à utilização de temperatura branda no processo (30°C).

Parâmetros reológicos: tensão e deformação na ruptura

As frutas frescas utilizadas nos processos analisados (DO em p. atm e PVOD) apresentaram diferentes valores para os parâmetros reológicos estudados. Assim, os resultados de tensão e deformação na ruptura foram normalizados em relação à fruta fresca. Os resultados para tensão e deformação na ruptura para a condição otimizada (em 60°Brix, 30°C e 120 minutos de tempo de processo) são apresentados na Tabela 4.33.

Tabela 4.33: Tensão e deformação na ruptura para as amostras frescas e processadas

	Tensão na Ruptura (Pa)	Tensão na ruptura Normalizada (Pa/Pa)	Deformação na ruptura	Deformação na ruptura normalizada
DO em p.atm.				
Fresca	33.195 \pm 2.237	1,00a	0,24 \pm 0,08	1,00a
Processada	24.322 \pm 6.940	0,73 \pm 0,21a	0,50 \pm 0,15	2,09 \pm 0,63b
PVOD				
Fresca	52.486 \pm 7.618	1,00a	0,19 \pm 0,04	1,00a
Processada	43.387 \pm 11.450	0,83 \pm 0,22a	0,46 \pm 0,10	2,43 \pm 0,50b

Para uma mesma coluna, tratamentos com a mesma letra não diferem entre si a $p \leq 0,05$.

Apesar de não haver diferença estatisticamente significativa para os resultados da tensão na ruptura normalizada, existe uma tendência de que ambos os processos estudados

afetaram a estrutura das amostras, provocando o amolecimento dos tecidos. Esse amolecimento é caracterizado pela diminuição da tensão na ruptura normalizada. Entretanto, na desidratação osmótica com aplicação de vácuo há uma maior preservação das características da fruta *in natura*, já que a tensão na ruptura normalizada para DO em pressão atmosférica decaiu para 0,72 enquanto que para o processo em PVOD, o decréscimo foi para 0,82. Em relação à deformação na ruptura normalizada, ambos os processos estudados apresentaram diferença estatisticamente significativa da amostra fresca ou seja, os processos deixaram o produto mais elástico, devido ao aumento da deformação na ruptura.

Entretanto, para Chiralt *et al.* (2001), a aplicação do vácuo na desidratação osmótica de kiwi causou uma diminuição na tensão de ruptura, explicada por possíveis danos mecânicos ocorridos na estrutura celular quando o pulso de vácuo foi aplicado. Torres *et al.* (2006) não observaram grandes diferenças nas propriedades mecânicas entre os tratamentos em DO ou PVOD (10 minutos e 50 mbar) de manga em soluções de sacarose a 45 e 65°Brix sem aditivos e com a adição de 1% de lactato de cálcio.

4.5 Cinética da tensão e deformação na ruptura na condição otimizada

Para o estudo da tensão e deformação na ruptura da condição otimizada, foi realizada a cinética destas propriedades até 300 minutos de processo. Observa-se pelas Figuras 4.30 que a aplicação do vácuo provocou uma diminuição inicial da tensão na ruptura, que se manteve até os 180 minutos de processo. Após esse período, ocorreu o endurecimento do produto, caracterizado pelo aumento da tensão na ruptura normalizada acima da unidade.

As condições do processo não causaram um grande amolecimento do produto já que todos os resultados estão acima de 0,7 (Pa/Pa). No início do processo à pressão atmosférica (até os 30 minutos), ocorreu um aumento na tensão na ruptura normalizada acima da unidade, mas a partir dos 120 minutos de processo, observou-se uma diminuição da tensão, com valores entre 0,6 e 0,8. Esse aumento pode ter sido provocado pela perda intensa de

água e baixa incorporação de sólidos no início do processo, como pode ser verificado pelas Figuras 4.29 e 4.30.

Os valores obtidos de tensão na ruptura normalizada para o processo com aplicação de vácuo, em geral foram mais próximos da unidade do que os valores obtidos para o processo à pressão atmosférica, indicando menores alterações na estrutura do material. A retirada do ar dos poros pela aplicação do pulso de vácuo pode ter produzido uma matriz sólida mais contínua e, com isso, as variações na tensão na ruptura são um pouco menores do que no alimento com a presença de bolhas de ar. Em relação à deformação na ruptura normalizada, ambos os processos causaram um aumento da deformação na ruptura, ou seja, houve o aumento da elasticidade do produto (Figura 4.31).

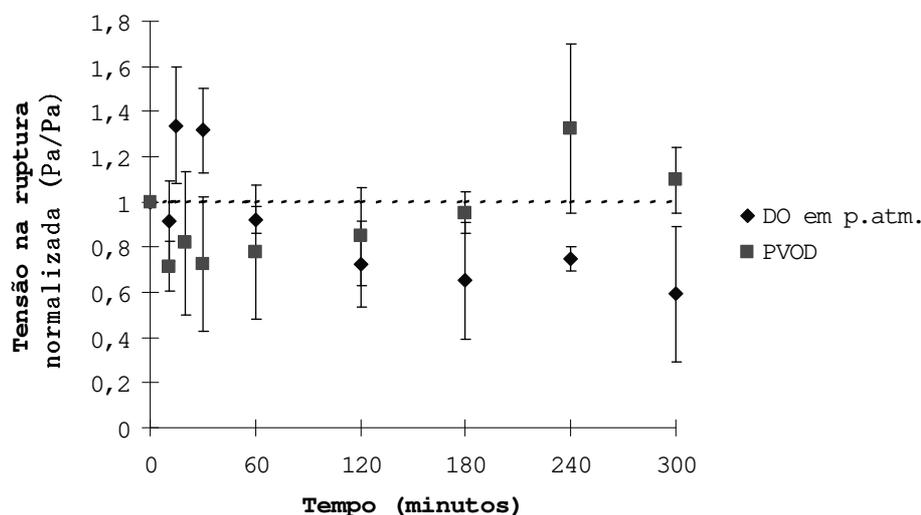


Figura 4.30: Variação da tensão na ruptura normalizada durante 5 horas de processo para o processo em PVOD e DO em p. atm.

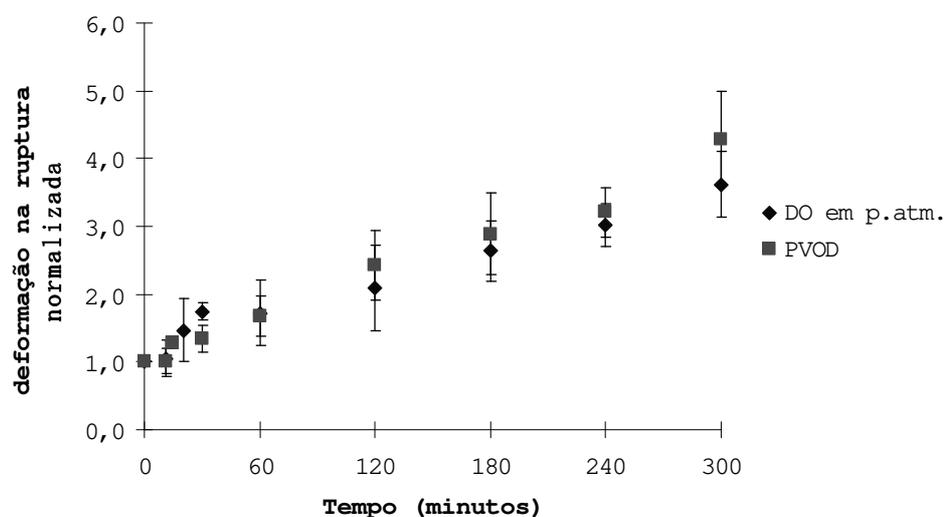
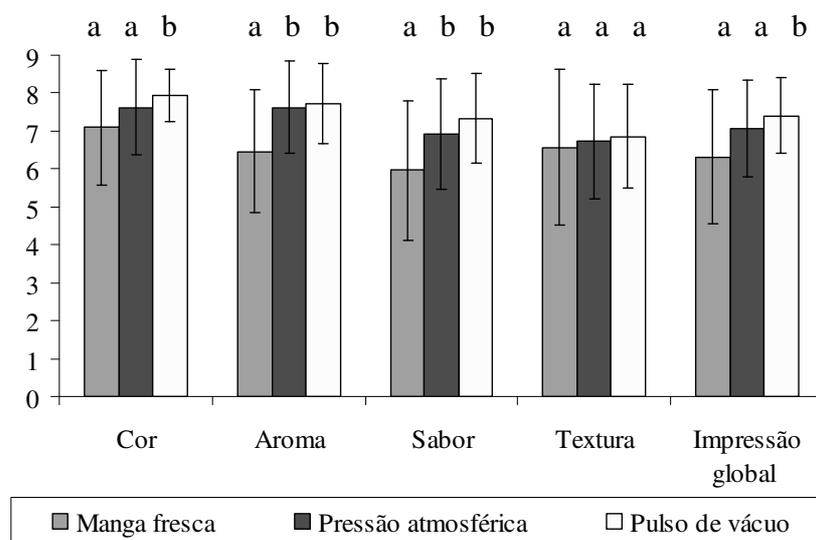


Figura 4.31: Variação da deformação na ruptura durante 5 horas de processo para o processo em PVOD e DO em p. atm.

4.6 Análise sensorial

As amostras obtidas dos ensaios de desidratação osmótica realizados nas melhores condições foram submetidas a uma análise sensorial, para a verificação da aceitação do produto pelo consumidor. De maneira geral, as amostras nas três condições analisadas (fresca, DO p.atm. e PVOD) foram bem aceitas pelos provadores com notas médias superiores a 6,0 em todos os atributos e tratamentos. As fatias de manga tratadas com desidratação osmótica a pulso de vácuo foram as que apresentaram maiores notas em todos os atributos analisados. Como a manga utilizada era “de vez”, ou seja, ainda não totalmente madura e um pouco ácida e dura (como alguns provadores relataram), as amostras processadas foram melhor aceitas, já que a desidratação osmótica causou um amolecimento do produto e um aumento do teor de açúcar.



Letras minúsculas representam a variação entre os diferentes tratamentos para cada atributo. Colunas com a mesma letra não diferem significativamente entre si para $p < 0,05$.

Figura 4.32: Resultados da Análise Sensorial

De acordo com a Figura 4.32, as amostras desidratadas osmoticamente diferiram estatisticamente ($p < 0,05$) da fruta *in natura* nos atributos aroma e sabor, provavelmente devido à incorporação de açúcar, que melhorou o sabor, e à intensificação do aroma, ocorrida durante o processo. Em relação ao atributo textura, não houve diferença estatisticamente significativa entre as amostras, a um intervalo de confiança de 95%, indicando que os processos aos quais a fruta foi submetida não alterou significativamente a textura do produto, apesar dos parâmetros reológicos de tensão e deformação na ruptura diferirem das amostras *in natura*. Panadés *et al.* (2003) também não encontraram diferenças significativas no atributo textura na análise sensorial de amostras de goiabas desidratadas osmoticamente em diferentes regimes de pressão (pressão atmosférica, pulso de vácuo e vácuo contínuo), temperatura e tempo de processo. A aplicação de vácuo contínuo prejudicou o atributo “flavor” (aroma+sabor) e não houve diferença entre os processos em pressão atmosférica e com aplicação de um pulso de vácuo. As melhores condições de processo para a goiaba nestes dois regimes de pressão foram de temperatura abaixo dos 40°C e tempo de processo até 120 minutos.

As amostras desidratadas osmoticamente com aplicação de pulso de vácuo diferiram estatisticamente das outras condições analisadas nos atributos cor e impressão global. A intensificação da cor nas amostras processadas contribuiu para que as notas fossem mais elevadas neste item e a aplicação do pulso de vácuo causou maior retenção dos pigmentos que influenciaram no atributo cor. A impressão global refletiu os resultados dos demais atributos na qual a amostra desidratada osmoticamente com pulso de vácuo obteve as melhores notas e a amostra de manga fresca obteve as notas mais baixas.

O processo de desidratação osmótica pode melhorar as características sensoriais das fatias de manga através da modificação de sua composição pela incorporação de açúcar principalmente em cultivares menos doces, que é o caso da Tommy Atkins, ou em frutas “de vez”, ainda não maduras. Além disso, a desidratação osmótica pode ser usada para a adição de outros ingredientes de interesse nutricional, sensorial ou de preservação (ALZAMORA *et al.*, 1997).

O efeito do pulso de vácuo aplicado no início do processo, que acarretaria a retirada de parte do ar presente no interior dos poros e, com a quebra do vácuo, a entrada da solução nesses poros, parece contribuir efetivamente nas características sensoriais dos produtos obtidos através da maior retenção dos pigmentos, da incorporação de açúcar e da menor alteração na textura.

Em relação à intenção de compra, os resultados mostraram que as amostras de manga osmoticamente desidratadas com aplicação do pulso de vácuo obtiveram a preferência do consumidor com 83,3% da avaliação entre “eu provavelmente compraria este produto” (nota 4) e “eu certamente compraria este produto” (nota 5). As amostras frescas obtiveram a pior aceitação pelo consumidor com 46,7% de aceitação e as amostras desidratadas osmoticamente em pressão atmosférica obtiveram 56,7% de aceitação.

4.7 Avaliação Estrutural Através de Ensaio de Microscopia

A Figura 4.33 mostra a estrutura celular das mangas frescas e osmoticamente desidratadas com soluções de sacarose a 60°Brix em 30°C com ou sem aplicação de pulso de vácuo por 10 ou 20 minutos. Pode-se observar que o tecido da manga fresca apresenta células túrgidas, com parede celular bem definida e estruturada (Figura 4.33 (a) e (b)) e que o processo osmótico causa danos estruturais à fruta, com intensa plasmólise do citoplasma (indicada pela seta preta) e grande colapso celular (indicada pela seta branca) (Figura 4.33 (c), (e) e (g)). As fotos de microscopia de goiabas osmoticamente desidratadas apresentadas por Pereira (2006) mostram danos celulares mais intensos causados pelo processo do que no tecido da manga. A adição de sais de cálcio na solução osmótica ocasionou a preservação estrutural das goiabas e pode ser uma opção para evitar os danos celulares observados nas fatias de manga, principalmente quando se considera a aplicação de um pulso de vácuo no processo, que promove a rápida incorporação de sólidos solúveis.

A aplicação de um pulso de vácuo de 10 minutos não intensificou os danos causados pelo processo de desidratação osmótica, como pode ser observado pela comparação da Figura 4.33 (c) e (d) com a Figura 4.34 (e) e (f). Aparentemente, o processo de desidratação osmótica com a aplicação do pulso de vácuo causou menos danos à estrutura celular, com melhor manutenção da parede celular e da turgidez das células, do que o processo à pressão atmosférica. Entretanto, a aplicação de um pulso de vácuo de 20 minutos causou um maior colapso celular com deformação das células (Figura 4.33 (g) e (h)).

Fito *et al.* (1996) e Mújica-Paz *et al.* (2003) não recomendam o uso de tempos prolongados e níveis elevados de vácuo já que esses fatores poderiam provocar o colapso celular que causa uma deformação irreversível no tecido da fruta, levando a uma redução da porosidade, diminuindo o volume livre disponível para a impregnação. Os resultados obtidos anteriormente de tensão e deformação na ruptura (Figuras 4.21 e 4.24) para a aplicação de 20 minutos de vácuo no sistema mostraram que houve um significativo amolecimento das amostras, o que está de acordo com a análise microscópica, que apresenta os danos celulares provocados pelo tempo elevado de vácuo aplicado.

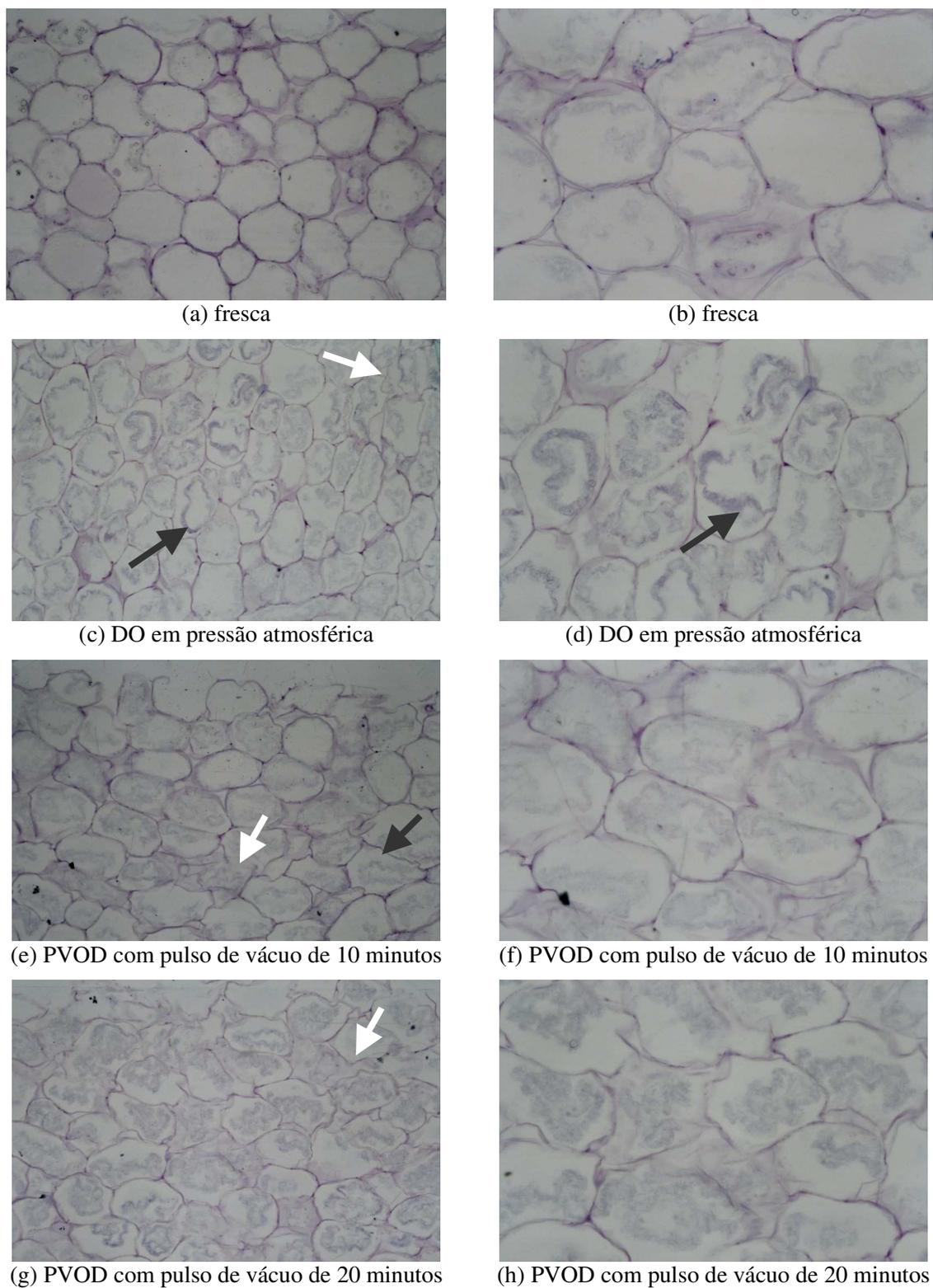


Figura 4.33: Microscopia óptica de mangas frescas e processadas com aumento de 10x (a, c, e, g) e com aumento de 20x (b, d, f, h)

4.8 Determinação dos coeficientes de transferência de massa

O ajuste dos dados experimentais aos modelos matemáticos foi feito com o objetivo de se obter a difusividade efetiva de água e de sólidos e os valores de perda de água e ganho de sólidos no equilíbrio que possibilitam a predição da cinética de desidratação osmótica de manga nas condições estudadas.

Os dados experimentais para a manga osmoticamente desidratada em solução de sacarose a 60°Brix em 30°C, com ou sem aplicação de pulso de vácuo, foram ajustados aos modelos apresentados no item 3.2.5 e divididos em três metodologias:

Método 1.: Modelo difusional de Fick com 5 termos da série infinita e ajuste via Microsoft Excel[®] (ferramenta “atingir meta”) para cada tempo de processo

Método 2.: Modelo difusional de Fick com 5 termos da série infinita e ajuste não-linear (quasi-Newton) do programa Statistica 5.0[®]

Método 3.: Modelo pseudo-difusional que inclui a contribuição do mecanismo hidrodinâmico (FITO e CHIRALT, 1996).

A determinação da difusividade efetiva através do Método 3 para experimentos à pressão atmosférica não seria adequada, já que inclui um parâmetro que representa a contribuição do mecanismo hidrodinâmico. Entretanto, para efeito da análise desta resposta, considerou-se os valores obtidos pelo Método 3 para o processo à pressão atmosférica.

Difusividade efetiva de água

As Tabelas 4.34 e 4.36 mostram as difusividades efetivas de água e de sólidos, respectivamente, calculadas pelos diferentes métodos estudados. Para o Método 1, optou-se por apresentar o valor médio da difusividade para possibilitar a comparação com os demais métodos. Nas Tabelas 4.34 e 4.36 são apresentados os valores obtidos através do Método 1 em todos os tempos de processo estudados. Os parâmetros K1 e K2 do Método 3 estão apresentados na Tabela 4.38.

Tabela 4.34: Difusividade efetiva da água e média relativa dos desvios (P (%)) para os diferentes métodos estudados

	PVOD		DO em p. atm.	
	$D_{efA} \times 10^{10} (m^2/s)$	P (%)	$D_{efA} \times 10^{10} (m^2/s)$	P (%)
Método 1 (média)	8,16	7,28	5,61	6,26
Método 2	7,91	6,81	5,75	6,31
Método 3	1,95	10,52	2,48	5,82

Observa-se que os dados experimentais se ajustaram bem aos três métodos com uma média relativa dos desvios menor que 10,5%. Esse bom ajuste obtido é mostrado nas Figuras 4.35 e 4.36, que apresentam a cinética do processo de perda de umidade para a desidratação osmótica a pulso de vácuo e para a desidratação osmótica em pressão atmosférica, respectivamente. As curvas para o Método 1 não são contínuas devido a variação da difusividade em função do tempo.

Os Métodos 1 e 2 apresentaram valores semelhantes entre si sendo que a difusividade efetiva da água em PVOD (cerca de $8,0 \times 10^{-10} m^2/s$) é superior a difusividade do processo em pressão atmosférica (cerca de $5,7 \times 10^{-10} m^2/s$) mostrando que o pulso de vácuo eleva a velocidade de transferência de massa. Para o Método 3, o processo sem aplicação de vácuo apresentou maior difusividade efetiva do que o processo em pressão atmosférica. Em geral, os pesquisadores obtiveram valores superiores de difusividade quando aplicam o pulso de vácuo (GIRALDO, *et al.*, 2003, ESCRICHE, *et al.*, 2000).

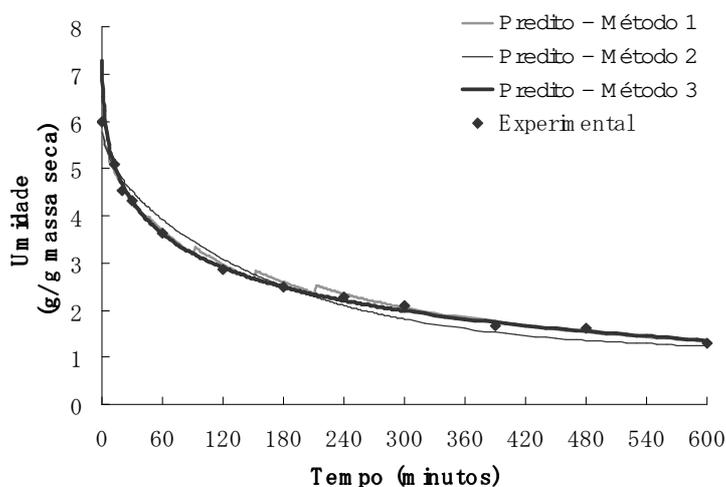


Figura 4.34: Cinética do processo de perda de umidade (g/g massa seca) de PVOD de manga para os diferentes métodos estudados

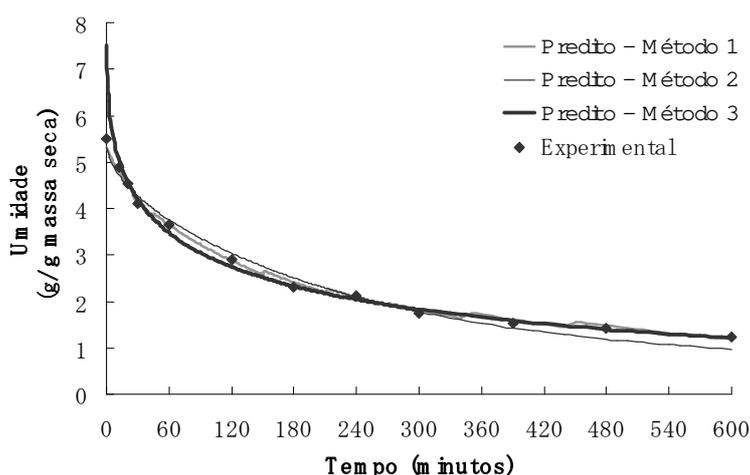


Figura 4.35: Cinética do processo de perda de umidade (g/g massa seca) de DO em p.atm. de manga para os diferentes métodos estudados

Para o Método 3, os valores das difusividades de água e de sólidos é considerado o mesmo já que a fração mássica de água ou de solutos na fase líquida no equilíbrio se iguala as frações mássicas da solução osmótica do sistema (FITO e CHIRALT, 1996). Em comparação com os métodos 1 e 2, o método 3 obteve valores de difusividade mais baixos, o que pode ser explicado pelos diferentes modelos matemáticos utilizados. Giraldo *et al.* (2003) também obtiveram valores baixos de difusividade efetiva em mangas ao utilizar o

modelo pseudo-difusional que inclui o mecanismo hidrodinâmico (na ordem de $0,2$ a $0,8 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ para os processos em OD e $0,6$ a $1,0 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ para os processos em PVOD).

Os valores da umidade experimental e predito pelo modelo, das difusividades efetivas da água e dos erros relativos (%) obtidos pelo Método 1 para os diferentes tempos de processo são apresentados na Tabela 4.35. Observa-se que a difusividade varia ao longo do tempo, principalmente para o processo em PVOD no qual até cerca de 120 minutos de processo, a difusividade está entre $7,45$ e $10,35 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e, após esse tempo, o valor diminui, permanecendo entre $7,95$ e $5,85 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$. Este fato indica que o pulso de vácuo promoveu a perda de água no início do processo e, em consequência da maior a velocidade da perda de água, os valores de difusividade foram superiores. Em pressão atmosférica, a velocidade é mais homogênea e não apresentou um período diferenciado nos valores de difusividade.

Tabela 4.35: Difusividade efetiva da água e erro relativo (%) pelo Método 1 para os diferentes tempos de processo

Tempo (min.)	PVOD				DO em p. atm.			
	Umidade (g/g massa seca)		$D_{\text{efA}} \times 10^{10}$ (m^2/s)	Erro relativo (%)	Umidade (g/g massa seca)		$D_{\text{efA}} \times 10^{10}$ (m^2/s)	Erro relativo (%)
	Exp.	Predito			Exp.	Predito		
0	5,98	5,78	-	3,29	5,50	5,31	-	3,55
12	5,08	5,08	7,45	0,03	4,88	4,88	3,61	0,01
20	4,53	4,53	11,7	0,02	4,54	4,54	5,25	0,01
30	4,31	4,31	10,35	0,01	4,11	4,11	7,34	0,05
60	3,63	3,63	10,25	0,02	3,65	3,65	6,49	0,04
120	2,87	2,87	9,21	0,04	2,89	2,89	6,45	0,09
180	2,50	2,50	7,95	0,03	2,30	2,30	6,63	0,01
240	2,28	2,28	6,94	0,03	2,11	2,12	5,65	0,22
300	2,09	2,09	6,33	0,04	1,74	1,74	5,88	0,02
390	1,68	1,68	6,78	0,27	1,52	1,53	5,31	0,03
480	1,61	1,62	5,85	0,20	1,43	1,43	4,66	0,02
600	1,30	1,30	6,90	0,19	1,24	1,24	4,38	0,03
P (%)				0,38				0,40

Difusividade efetiva de sólidos

Observa-se pela Tabela 4.36 que os dados experimentais de ganho de sólidos se ajustaram bem aos três métodos utilizados, com exceção dos dados do processo em pressão atmosférica para o Método 3, que apresentou uma média relativa dos desvios de 33,7%. Pela Figura 4.37 verifica-se que os dados preditos pelo modelo do Método 3 ficaram distantes dos dados experimentais. Este método foi desenvolvido por Fito e Chiralt (1996) para os processos de desidratação osmótica com pulso de vácuo e não foi adequado para prever a cinética do ganho de sólidos na desidratação osmótica em pressão atmosférica para os dados obtidos.

Tabela 4.36: Difusividade efetiva de sólidos e média relativa dos desvios (P (%)) para os diferentes métodos estudados

	PVOD		DO em p. atm.	
	$D_{efs} \times 10^{10} \text{ (m}^2/\text{s)}$	P (%)	$D_{efs} \times 10^{10} \text{ (m}^2/\text{s)}$	P (%)
Método 1 (média)	9,79	8,21	5,26	14,49
Método 2	8,70	8,03	5,34	14,62
Método 3	1,95	15,94	2,48	33,66

A tendência dos valores utilizando os Métodos 1 e 2 para o ganho de sólidos foi similar a apresentada para a perda de água. Ou seja, os valores da difusividade no processo com pulso de vácuo são superiores aos valores encontrados para o processo à pressão atmosférica. Além disso, os valores da difusividade de água e da difusividade de sólidos são próximos entre si para a DO em pressão atmosférica e para a PVOD. Esse fato indica que no equilíbrio o valor da difusividade efetiva é o mesmo para a água e para os sólidos, quando se considera um sistema binário.

Entretanto, como a difusividade varia com o tempo de processo e os componentes têm diferentes velocidades de transferência de massa, para tempos curtos de processo essa comparação seria inadequada. Assim, as difusividades efetivas de água e de sólidos somente foram semelhantes para estes processos onde o ganho de sólidos e perda de água se aproximaram do equilíbrio durante 10 horas de processo realizadas.

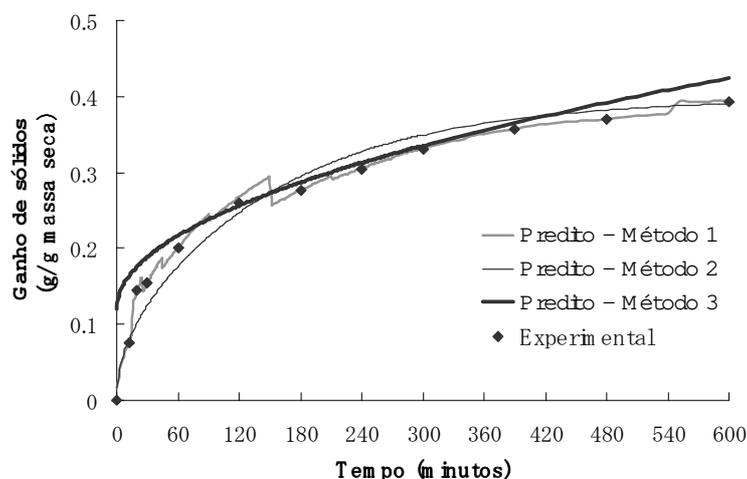


Figura 4.36: Cinética do processo de ganho de sólidos (g/g massa seca) de PVOD de manga para os diferentes métodos estudados

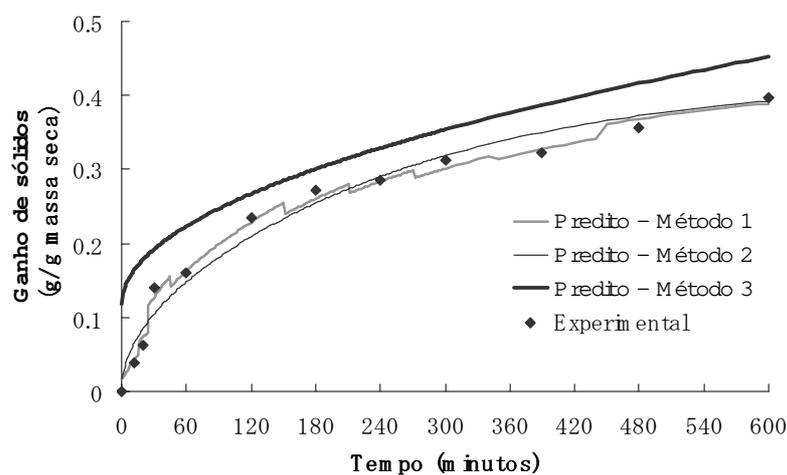


Figura 4.37: Cinética do processo de ganho de sólidos (g/g massa seca) de DO em p.atm. de manga para os diferentes métodos estudados

Os valores da umidade experimental e predita pelo modelo, das difusividades efetivas de sólidos e dos erros relativos obtidos pelo Método 1 para os diferentes tempos de processo são apresentados na Tabela 4.37. Assim como para a perda de água, a difusividade do ganho de sólidos varia ao longo do tempo e para o processo em PVOD, a difusividade até cerca de 120 minutos de processo é superior aos demais tempos de processo. Para o

processo à pressão atmosférica, os valores de difusividade até 20 minutos são muito baixos, indicando que houve pouca incorporação neste período.

Tabela 4.37: Difusividade efetiva de sólidos e erro relativo (%) pelo Método 1 para os diferentes tempos de processo

Tempo (minutos)	PVOD				DO em p. atm.			
	Umidade (g/g massa seca)		$D_{efA} \times 10^{10}$ (m ² /s)	Erro relativo (%)	Umidade (g/g massa seca)		$D_{efA} \times 10^{10}$ (m ² /s)	Erro relativo (%)
	Exp.	Predito			Exp.	Predito		
0	0,00	0,02	-	0,00	0,00	0,02	-	0,00
12	0,08	0,08	8,12	0,12	0,04	0,04	1,71	0,92
20	0,14	0,14	17,47	0,15	0,06	0,06	2,90	0,03
30	0,15	0,15	13,33	0,08	0,14	0,14	9,61	0,02
60	0,20	0,20	11,37	0,11	0,16	0,16	6,21	0,07
120	0,26	0,27	10,38	3,13	0,23	0,23	6,70	0,11
180	0,28	0,28	7,45	0,15	0,27	0,27	6,11	0,12
240	0,31	0,31	7,15	0,14	0,28	0,28	5,09	0,07
300	0,33	0,33	7,26	0,10	0,31	0,31	5,04	0,11
390	0,36	0,36	7,35	0,16	0,32	0,32	4,26	0,06
480	0,37	0,37	7,10	0,14	0,36	0,36	4,55	0,01
600	0,39	0,39	10,68	0,13	0,40	0,40	5,68	0,01
P (%)				0,38				0,15

Os dados experimentais de umidade se ajustaram bem aos três métodos utilizados para a determinação da difusividade efetiva da água, com média relativa dos desvios menor que 10%. Considerando o ganho de sólidos, os Métodos 1 e 2 foram semelhantes apresentando média relativa dos desvios menor que 15% para as duas condições estudadas. O Método 3 apresentou 15,94% de média relativa dos desvios para o processo com aplicação de vácuo e, em pressão atmosférica, o desvio foi de 33%, indicando que esse método não seria adequado para a determinação da difusividade efetiva em processos à pressão atmosférica. O Método 1 foi eficiente em mostrar a influência da aplicação do vácuo na cinética da perda de água e ganho de sólidos através da determinação da difusividade efetiva em cada tempo de processo.

Ajuste: Método 3

A Tabela 4.38 mostra os resultados obtidos para o ajuste da equação 3.7 do Método 3 para os processos em PVOD e OD em pressão atmosférica considerando tempos curtos (120 minutos) e tempos longos (600 minutos). A solução da Segunda Lei de Fick adotada por Fito e Chiralt (1996) considera tempos curtos e por isso determinaram-se as difusividades em dois tempos de processo. Em PVOD, o valor da difusividade independe do tempo de processo adotado e em OD à pressão atmosférica, o valor é menor no curto tempo. A Figura 4.39 mostra a relação entre a força direcional reduzida (1-Y) e a raiz quadrada do tempo do processo, de acordo com a Equação 3.6. Observou-se um bom ajuste dos dados experimentais ao modelo da solução simplificada da equação de Fick (equação 3.7) para placas semi-infinitas, curto tempo e apenas um termo da série infinita.

Tabela 4.38: Parâmetros do modelo pelo Método 3 para a desidratação osmótica com e sem pulso de vácuo

Tratamento	K_1	$K_2 (s^{0,5})$	R^2	$D_{ef} \times 10^{10} (m^2/s)$
PVOD – 600 minutos	-0,0496	0,0035	0,994	1,95
PVOD – 120 minutos	-0,0455	0,0035	0,997	1,95
OD p. atm. – 600 minutos	-0,0814	0,0040	0,995	2,48
OD p. atm. – 120 minutos	-0,0528	0,0033	0,995	1,73

Os valores de K_1 são negativos e baixos para todos os tratamentos estudados, indicando que a contribuição do HDM na variação total da massa das amostras, que o parâmetro K_1 representa, foi pequena. Escriche *et al.* (2000) também obtiveram valores baixos e alguns valores negativos para K_1 e não observaram diferenças significativas entre os tratamentos estudados (desidratação osmótica em OD e PVOD de kiwi variando soluto, temperatura e tempo de aplicação de vácuo). Os autores atribuíram à baixa porosidade do kiwi a pouca contribuição do mecanismo hidrodinâmico na transferência total de massa. Esta explicação também pode ser adotada neste trabalho, já que a porosidade da manga também é baixa, em torno de 0,06 (BOUKOUVALAS *et al.*, 2006).

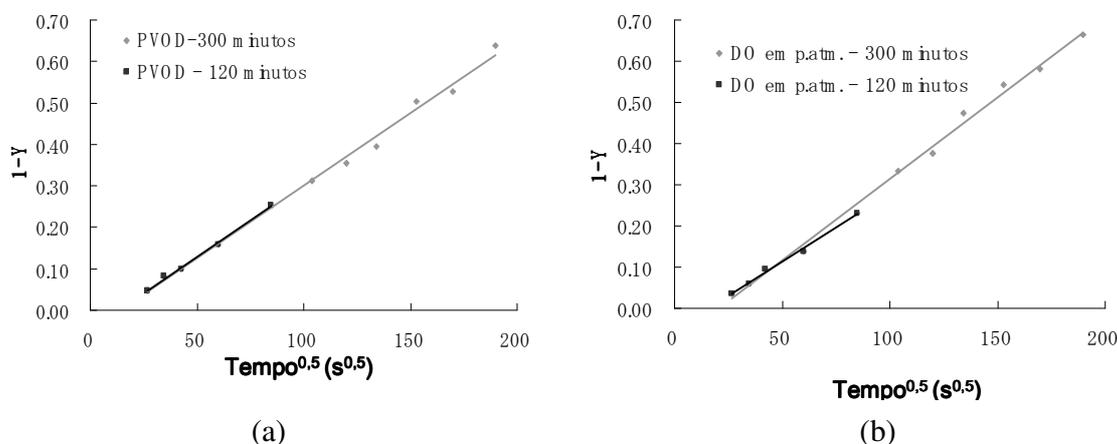


Figura 4.38: Ajuste do Método 3 para a cinética da desidratação osmótica em (a) PVOD e em (b) DO em p.atm. considerando 2 tempos de processo

4.9 Fração volumétrica impregnada com solução isotônica

Para o cálculo da fração volumétrica impregnada com solução isotônica determinaram-se as massas específicas da solução e das amostras de manga. A massa específica da solução (ρ_L) foi determinada por picnometria (Item 3.3.7) e para a massa específica da manga (ρ_s) foi utilizado valor da literatura (BOUKOUVALAS *et al.*, 2006).

$$\rho_L = 1,078 \pm 0,000 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_s = 1,130 \text{ g/cm}^3$$

A partir das pressões de operação, calculou-se a penetração do líquido nos poros, em função do volume de poros que foram ocupados pelo líquido (x_v):

$$p_1 = 100 \text{ ou } 250 \text{ mbar}$$

$$p_2 = 1000 \text{ mbar (pressão ambiente aproximada)}$$

Assim, $X_v (=1-p_1/p_2) = 0,9$ para 100 mbar e 0,75 para 250 mbar.

O valor da fração volumétrica de líquido, que penetrou no interior dos poros da manga (X) do modelo Hidrodinâmico, foi calculado através da Equação (2.4) ($X = \epsilon x_v$) e o valor experimental foi calculado pela Equação (3.10). A Tabela 4.39 apresenta a variação

da massa, as massas específicas, porosidade e os valores experimentais e do modelo hidrodinâmico, para as amostras impregnadas com solução isotônica.

Tabela 4.39: Variação da massa, massa específica aparente, porosidade e valores da fração volumétrica penetrada nos poros

Condição (mbar×min.)	$(M_0 - M_f)/M_0$ (g/100g)	ρ_{ap} (g/cm ³)		ϵ	X (%)	
		Fresca	Impregnada		Modelo ($X = \epsilon X_v$)	Experimental (X_{exp})
100×5	0,34±0,09	1,052±0,030	1,065±0,025	0,061	5,47	0,30±0,08
100×10	2,14±0,23	1,021±0,086	1,038±0,020	0,089	8,02	1,94±0,21
100×15	0,57±0,11	1,002±0,019	1,040±0,038	0,086	7,74	0,53±0,10
100×20	2,77±0,72	1,024±0,035	1,042±0,003	0,084	7,57	2,51±0,65
250×10	1,30±0,17	1,019±0,008	1,051±0,020	0,075	5,62	1,18±0,16

A variação de massa foi menor que 3% da massa inicial e teve uma tendência de aumento, em função do tempo de vácuo aplicado. Este resultado está de acordo com os obtidos anteriormente, nos quais o aumento do tempo do vácuo aumentava o ganho de sólidos. A condição de 100 mbar e 20 minutos de vácuo apresentou a maior incorporação da solução isotônica.

As massas específicas aparentes obtidas para a manga fresca estão de acordo com o dado publicado por Boukouvalas *et al.* (2006) de 1,022 g/cm³ para manga Tommy. Deste modo, a porosidade calculada pela Equação 3.19 também está de acordo com os dados de porosidade dos mesmos autores ($\epsilon = 0,059$).

O valor da fração volumétrica de líquido, que penetrou no interior dos poros da manga calculados pelo modelo Hidrodinâmico (X) foi sempre superior aos valores determinados experimentalmente (X_{exp}). Esse resultado já era esperado, pois não ocorre o preenchimento total do poro pela solução e possivelmente nem todos os poros estão disponíveis para o preenchimento, em função da própria configuração estrutural da fruta, que impossibilita a entrada e saída de componentes. Além disso, a porosidade da manga é baixa, na ordem de 0,059 (BOUKOUVALAS *et al.*, 2006), e a atuação do mecanismo hidrodinâmico pode ser restrita por este fator. Hofmeister (2003) observou que as frações volumétricas penetradas nos poros dependem do tempo de impregnação na salga de queijo frescal utilizando vácuo intermitente. A autora relatou que a aplicação de somente 6,5 minutos de vácuo por duas vezes não causa o preenchimento de toda a fração volumétrica

dos poros, o qual ocorre com a aplicação de vácuo acima de 9 minutos por duas ou mais vezes.

As condições experimentais de 100 mbar e 10 e 20 minutos de pulso de vácuo são as mais eficientes na impregnação da solução. Entretanto, a aplicação de 20 minutos de pulso de vácuo, além do significativo aumento no ganho de sólidos, trouxe prejuízo às propriedades mecânicas da fruta. Assim, para a impregnação da manga, a melhor condição foi a aplicação de 100 mbar e 10 minutos de vácuo.

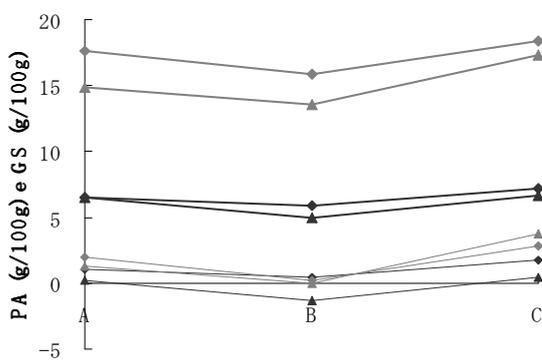
4.10 Perfil de concentração

A Figura 4.40 apresenta a perda de água e o ganho de sólidos para 15 e 60 minutos de processo, ao longo da amostras. As condições de processo são as mesmas da condição otimizada, ou seja, 60°Brix, 30°C em pressão atmosférica (DO em p. atm.) ou com aplicação do pulso de vácuo (PVOD) por 10 minutos. As amostras foram cortadas de meio em meio centímetro e as letras, para a Figura 4.40 (b), (c) e (d), correspondem as fatias cortadas da amostra onde: A = início da amostra até 0,5cm; B = de 0,5 a 1,0cm; C = de 1,0 a 1,5cm; D = de 1,5 a 2,0cm e E = 2,0 a 2,5cm. Para a Figura 4.40 (a), as letras correspondem a: A = início da amostra até 0,33cm; B = de 0,33 a 0,67cm e C = de 0,67 a 1,0cm.

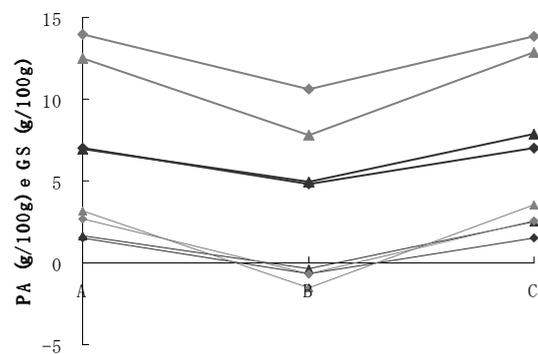
As amostras com 1cm são homogêneas, com pouca diferença na transferência de massa entre o interior e o exterior da amostra (Figura 4.40 (a)). A partir da espessura da amostra de 1,5cm, verifica-se que a transferência de massa foi menor na parte interna da manga e que o processo em PVOD foi mais homogêneo do que o processo à pressão atmosférica. As amostras com 2cm mostram melhor essa observação, onde os dados obtidos em PVOD variaram menos entre si para uma mesma condição ao longo da amostra (Figura 4.40 (c)).

A partir da espessura de 2,5cm (Figura 4.40 (d)), o pulso de vácuo não causou mais efeito na amostra, apresentando perda de água e ganho de sólidos semelhante aos experimentos realizados em pressão atmosférica. Assim, a atuação do pulso de vácuo teve

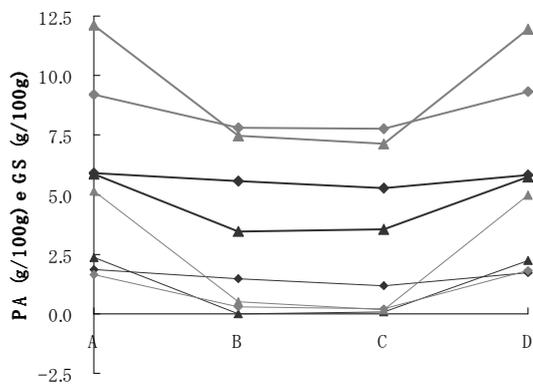
um limite de profundidade, que no caso da manga foi de 1cm (meia espessura da amostra de 2,0cm). A intensidade e o tempo de vácuo aplicado não foram suficientes para retirar todo o ar presente nos poros e, possivelmente, o ar do interior da amostra ficou retido nas camadas mais superficiais dificultando a transferência de massa. Mais experimentos, com intensidades e tempos de aplicação de vácuo diferentes poderiam ser estudados para a melhor verificação desses resultados.



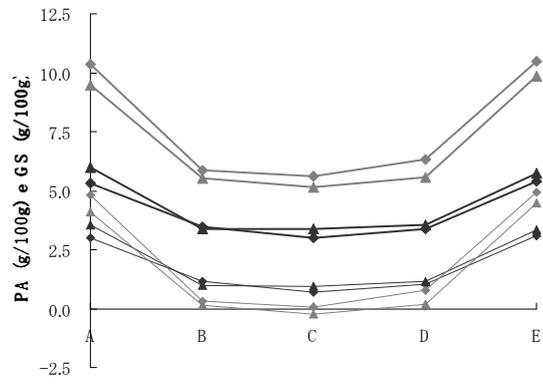
(a) Amostra com 1cm de espessura



(b) Amostra com 1,5cm de espessura



(c) Amostra com 2cm de espessura



(d) Amostra com 2,5cm de espessura

◆ PVOD, PA_15min. ▲ DO em p.atm., PA_15min ◆ PVOD, PA_60min. ▲ DO em p.atm., PA_60min.
 ◆ PVOD, GS_15min. ▲ DO em p.atm., GS_15min ◆ PVOD, GS_60min. ▲ DO em p.atm., GS_60min.

Figura 4.39: Perda de água e ganho de sólidos ao longo da manga para amostras com (a) 1,0cm, (b) 1,5cm, (c) 2,0cm e (d) 2,5cm de espessura

5 CONCLUSÕES

Através do planejamento experimental fatorial fracionário 2^{5-1} , verificou-se que a desidratação osmótica a pulso de vácuo de fatias de manga foi influenciada principalmente pela concentração e temperatura da solução osmótica e também pelo tempo de aplicação do pulso de vácuo. A vazão de recirculação da solução e a intensidade do pulso de vácuo não influenciaram na cinética de transferência de massa.

O aumento da concentração e da temperatura elevou as taxas de perda de água e perda de peso e, conseqüentemente, favoreceram a depressão da a_w . Soluções mais viscosas (altas concentrações e baixas temperaturas), foram eficientes em prevenir o ganho de sólidos. A aplicação de pulso de vácuo contribuiu para a retirada de água e para a incorporação de solutos nas amostras.

Através do planejamento experimental completo 2^3 , verificou-se que a concentração e a temperatura da solução osmótica influenciaram a desidratação osmótica durante todo o processo, enquanto que a aplicação do vácuo apresentou efeito estatisticamente significativo somente no início do processo. Essa influência foi superada pela grande contribuição dos fatores temperatura e da concentração na transferência de massa.

Soluções mais concentradas, que provocaram uma grande perda de água e baixa incorporação de solutos, foram eficientes na manutenção das propriedades reológicas de tensão e deformação na ruptura, e por outro lado, do aumento da temperatura que causou o amolecimento dos tecidos. A aplicação de vácuo por até 15 minutos preservou a estrutura das frutas em comparação ao processo à pressão ambiente enquanto que períodos mais longos de vácuo provocaram um amolecimento nas amostras.

Os valores da difusividade efetiva da água e de solutos considerando o modelo de Fick variaram entre $6,43 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ a $13,43 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e $8,01 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ a $24,75 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$, respectivamente. O modelo de Fick representou bem os dados experimentais, apresentando valores de coeficiente de determinação (R^2) superiores a 0,977 para a água e 0,950 para os solutos.

Os valores da difusividade efetiva calculados através do modelo que considera a contribuição do HDM variaram entre 1,058 e $3,134 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ ajustando-se bem aos dados

experimentais com desvios médios relativos entre os dados experimentais e os calculados menores que 10%.

A melhor condição para a desidratação osmótica a pulso de vácuo de manga que combina uma maior perda de água, menor ganho de sólidos e manutenção das propriedades reológicas são: tempo de processo de 120 minutos, temperatura de 30°C, concentração da solução osmótica de 60°Brix e aplicação de 10 minutos de pulso de vácuo.

A aplicação do pulso de vácuo foi mais eficiente na retenção dos carotenóides do que o processo de desidratação tradicional. Ambos os processos foram eficientes na manutenção dos parâmetros de cor estudados. Em relação ao conteúdo de umidade e redução da atividade de água, os resultados obtidos foram semelhantes.

A avaliação estrutural da manga, através das imagens de microscopia ótica, mostrou que os danos estruturais causados pelo processo osmótico são mais severos quando se aplica tempos prolongados de vácuo. No entanto, até 10 minutos de vácuo, os danos estruturais são semelhantes ao processo realizado em pressão atmosférica.

A análise sensorial mostrou que o pulso de vácuo aplicado no início do processo pareceu contribuir efetivamente nas características sensoriais dos produtos obtidos, devido às menores alterações na textura do produto obtido nesta condição, além da maior retenção dos pigmentos e incorporação de açúcar observada.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Algumas das sugestões para trabalhos futuros seriam:

1. Estudo do perfil de infiltração da matriz sólida para determinar qual seria efetivamente o comprimento da penetração da solução, no alimento submetido à pressões subatmosféricas;
2. Estudo do fenômeno relaxação-deformação no alimento para verificar se existe realmente esse efeito ou se as alterações observadas são somente causadas pela expulsão do ar dos poros;
3. Utilização de componentes que possam ter influência somente sobre um efeito, separando o mecanismo osmótico dos outros efeitos químicos e bioquímicos;
4. Teste de diferentes materiais alimentícios com o objetivo de realizar os estudos citados.

7 BIBLIOGRAFIA

AGUILERA, J.M.; CHIRALT, A.; FITO, P. Food dehydration and product structure. **Trends in Food Science & Technology**, v. 14, p. 432-437, 2003.

ALMEIDA, C.O.; SOUZA, J.S. **Manga: Tendências de mercado**. Embrapa, 21/07/2006. Disponível em: <http://www.embrapa.gov.br/noticias/artigos/2000/artigo.2004-12-07.2423893744/mostra_artigo>. Acesso em: 01 out 2006

ALZAMORA, S.M.; GERSCHENSON, L.N.; VIDALES, S.L.; NIETO, A. Structural Changes in the Minimal Processing of Fruits: Some Effects of Blanching and Sugar Impregnation. In: FITO, P.; ORTEGA-RODRIGUES, E.; BARBOSA-CANOVAS, G. **Food Engineering 2002**, New York; Ed. Chapman and Hall, 1997. p. 117-139.

ANDRÉS, A.; FITO, P.; CHIRALT, A. **Impregnación a vacío em alimentos porosos. Aplicación al salado de quesos**. Universidad politécnica de Valencia, Valencia (Espanha), 187 pp. 1995.

AOAC. (Association of Official Analytical Chemists). **Official methods of analysis**. 16 ed., Arlington, 1995.

AZEVEDO-MELEIRO, C. H. **Análise de carotenóides em alimentos brasileiros por cromatografia líquida de alta eficiência – espectrometria de massa**. Campinas, 2003. 246p. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

BARAT, J. M.; CHIRALT, A.; FITO, P. Effect of osmotic solution concentration, temperature and vacuum impregnation pretreatment on osmotic dehydration kinetics of apple slices. **Food Science and Technology International**, v. 7(5), p. 451-456, 2001.

BARAT, J. M.; FITO, P.; CHIRALT, A. Modeling of simultaneous mass transfer and structural changes in fruit tissues. **Journal of Food Engineering**, v. 49, p. 77-85, 2001.

BARAT, J. M.; TALENS, P.; CHIRALT, A.; FITO, P. Pineapple candying at mild temperature by applying vacuum impregnation. **Journal of Food Science**, v. 67(8), p. 3046-3052, 2002.

BARRERA, C.; BETORET, N.; FITO, P. Calcium influence on osmotic dehydration kinetics of apples slices. ICEF9 – **Proceedings of the International Congress on Engineering and Food**, 2004. cd-rom.

BERNARDES-SILVA, A.P.F.; LAJOLO, F.M.; CORDENUNSI, B.R. Evolução dos teores de amido e açúcares solúveis durante o desenvolvimento e amadurecimento de diferentes cultivares de manga. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23(supl), p. 116-120, 2003.

BLEINROTH, E.W. Matéria-Prima. In: MEDINA, J.C.; BLEINROTH, E.W.; MARTIN, Z.J.; QUAST, D.G.; HASHIZUME, T.; FIGUEIREDO, N.M.S.; MORETTI, V.A.; CANTO, W.L.; NETO, L.C.B. **Manga: da cultura ao processamento e comercialização**, São Paulo; ITAL: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1981. 399 p.

BOUKOUVALAS, Ch.J.; KROKIDA, M.K.; MAROULIS, Z.B.; MARINOS-KOURIS, D. Density and porosity: literature data compilation for foodstuffs. **International Journal of Food Properties**, v. 9, p.715-746, 2006

BOURNE, M. C. **Food texture and viscosity: Concept and measurement**. New York, Academic Press, Inc, 1982. 325 p.

BOX, G. E. P.; WETZ, J. **Criteria for judging adequacy of estimation by an approximate response function**. University of Wisconsin Technical Report, n.9, 1973.

BRON, I. U. **Alterações Anatômicas e Físico-Químicas Associadas ao Armazenamento Refrigerado de Pêssego**. Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Dissertação (Mestrado). 2001. 66p.

CALVO, C. DURÁN, L. Propriedades Físicas II – Ópticas y Color. In: AGUILERA, J.M. **Temas en Tecnología de Alimentos**, México: Instituto Politécnico Nacional, 1997. V. I, cap. 7, p. 261-288.

CARDELLO, H. M.A B.; CARDELLO, L. Teor de vitamina C, atividade de ascorbato oxidase e perfil sensorial de manga (*Mangífera indica* L.) var. haden, durante o amadurecimento. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.18 (2), p. 211-217, 1998.

CEBALLOS, G.; PUCHADES, C.; TALES, P.; CHIRALT, A. Effect of calcium osmotic solution concentration and vacuum pulse on osmotic dehydration kinetics of papaya. In: International Congress on Engineering and Food, 9, 2004 Montpellier, França. **Proceedings...** CD-rom.

CHAFER, M.; PEREZ, S.; CHIRALT, A. Kinetics of solute gain and water loss during osmotic dehydration of orange slices. **Food Science and Technology International**, v.9 (6), p. 389-396, 2003.

CHIRALT, A., FITO, P. Transport mechanisms in osmotic dehydration: the role of the structure. **Food Science and Technology International**, v. 9 (3), p. 179-186, 2003.

CHIRALT, A., TALENS, P. Physical and chemical changes induced by osmotic dehydration in plant tissues. **Journal of Food Engineering**, v.67(1), p. 167-177, 2005

CHIRALT, A.; MARTINÉZ,-NAVARRETE, N.; MARTÍNEZ-MONZÓ, J.; TALENS, P.; MORAGA, G.; AYALA, A.; FITO, P. Changes in mechanical properties throughout osmotic process Cryoprotectant effect. **Journal of Food Engineering**, v.49, p. 129-135, 2001

COSTELL, E.; FISMAN, S.M.; DURÁN, L. Propiedades Físicas I – Reología de Sólidos y Textura. In: AGUILERA, J.M. **Temas em Tecnología de Alimentos**, México: Ed. Instituto Politécnico Nacional, 1997. v.I, cap. 6, p. 215-260.

CRANK, J. **The mathematics of diffusion**. Claredon Press: Oxford, 2ed. 1975.

EMAM-DJOMEH, Z.; DEHGHANNYA, J.; SOTUDEH GHARABAGH, R. Assessment of osmotic process in combination with coating on effective diffusivities during drying of apple slices. **Drying Technology**, v. 24, p. 1159-1164, 2006.

ESCRICHE, I.; GARCIA-PINCHI, R.; ANDRÉS,, A.; FITO, P. Osmotic dehydration of kiwifruit (*Actinidia Chinensis*): Fluxes and mass transfer kinetics. **Journal of Food Engineering**, v. 23 (3), p.191-205, 2000.

ESCRICHE, I.; GARCIA-PINCHI, R.; CAROT, J. M.; SERRA, J. A. Comparison of must and sucrose solutions to obtain high quality minimally processed kiwi fruit (*Actinidia chinensis* P.) slices. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 37, p.87-95, 2002.

FAOSTAT. **Agricultural production** (2005). Disponível em:
<<http://faostat.fao.org/faostat/collections?subset=agriculture/>>. Acesso em: 25 Jan 2007.

FERRARI, C. C. **Estudo da transferência de massa e qualidade do melão desidratado osmoticamente em soluções de sacarose e maltose**. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005. 98p.

FITO, P.; ANDRÉS, A.; CHIRALT, A.; PARDO, P. Coupling of Hydrodynamic and Deformation-Relaxation Phenomena during vacuum treatments in solid porous food-liquid systems. **Journal of Food Engineering**, v. 27, p. 229-240, 1996.

FITO, P.; CHIRALT, A. An approach to the modeling of solid food-liquid operations: Application to osmotic dehydration; **In Food Engineering 2000**, (Fito, P.; Ortega, E.; Barbosa-Canovas, eds.) Chapman & Hall New York, p.231-252, 1996.

FITO, P.; CHIRALT, A.; BARAT, J. M.; ANDRÉS, A.; MARTÍNEZ-MONZÓ, J.; MARTINÉZ, -NAVARRETE, N. Vacuum impregnation for development of new dehydrated products. **Journal of Food Engineering**, v. 49, p. 297-302, 2001.

FITO, P.; Modeling of vacuum osmotic dehydration of food. **Journal of Food Engineering**, v. 22, p. 313-328, 1994.

FITO, P.; PASTOR, R. Non-diffusional mechanism occurring during vacuum osmotic dehydration. **Journal of Food Engineering**, v. 21, p. 513-519, 1994.

GIRALDO, G.; TALENS, P.; FITO, P.; CHIRALT, A. Influence of sucrose solution concentration on kinetics and yield during osmotic dehydration of mango. **Journal of Food Engineering**, v. 58, p.33-43, 2003.

GODOY, H. T. **Mudanças na composição de carotenóides durante processamento térmico e estocagem de manga (*Mangifera indica*) e mamão (*Carica papaya*)**. Campinas, 1985. 111p. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

GRAS, M.; VIDAL-BROTÓNS, D.; BETORET, N.; CHIRALT, A.; FITO, P. The response of some vegetables to vacuum impregnation. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 3, p. 263-269, 2002.

HAWKES, J.; FLINK, J. M. Osmotic concentration of fruit slices prior to freeze dehydration. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 2(4), p. 265-284, 1978.

HENG, K.; GUILBERT, S.; CUQ, J. L. Osmotic dehydration of papaya: influence on the product quality. **Science des Aliments**, v. 10, p. 831-848, 1990.

HOFMEISTER, L. C. **Estudo da impregnação a vácuo em alimentos porosos**. Florianópolis, 2003. 75p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Departamento de Engenharia Química e de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina.

HOFMEISTER, L. C.; SOUZA, J. A. R.; LAURINDO, J. B. Use of died solution to visualize different aspects of vacuum impregnation of Minas cheese. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, v. 38, p. 379-386, 2005.

HULSE, J. H. Biotechnologies: past history, present state and future prospects. **Trends in Food Science & Technology**, v. 15, p. 3-18, 2004.

IBGE. **Produção Agrícola Municipal (2005)**, 2005. Disponível em: <<http://www.ibge.gov.br/>>. Acesso em: 10 jan 2007.

KARATHANOS, V.T.; KOSTARAPOULOS, A. E.; SARAVACOS, G. D. Air-drying kinetics of osmotically dehydrated fruits. **Drying Technology**, v. 13(5-7), p. 1503-1521, 1995.

KHOYI, M. R.; HESARI, J. Osmotic dehydration kinetics of apricot using sucrose solution. **Journal of Food Engineering**, 78, 1355-1360, 2007.

KHURI, A. J.; CORNELL, F. A. **Response surfaces: Design and analyses**. Marcel Dekker: New York. 1996.

LAWLESS, H. T.; HEYMANN, H. **Sensory evaluation of food: principles and practices**, Gaithersburg: Ed. Aspen Publishers, Inc., 1999. 827p.

LAZARIDES, H. N. Reasons and possibilities to control solids uptake during osmotic treatment of fruits and vegetables. In: FITO, P.; CHIRALT, A.; BARAT, J. M.; SPIESS, W. E. L.; BEHSNILIAN, D. (Eds.). **Osmotic dehydration & Vacuum impregnation**, Lancaster, Pennsylvania, Technomic Publishing Company, 2001, p.33-42.

LAZARIDES, H. N.; KATSANIDIS, E.; NICKOLAIDIS, A. Mass transfer kinetics during osmotic preconcentration aiming at minimal solid uptake. **Journal of Food Engineering**, 25(2), 151-166, 1995.

LERICI, C. R.; PINNAVAIA, G.; DALLA ROSA, M.; BARTOLUCCI, L. Osmotic dehydration of fruit: influence of osmotic agents on drying behavior and product quality. **Journal of Food Science**, v.50, p. 1217-1226, 1985.

LEWICKI, P.P.; LUKASZUK, A. Effect of Osmotic Dewatering on Rheological Properties of Apple Subjected to Convective Drying. **Journal of Food Engineering**, v. 45, p. 119-126, 2000.

MACCARTHY, O.J. **Physical Properties of Foods and Packaging Materials—An Introduction**; Food and Packaging Engineering I Course Material, Department of Food Technology, Massey University: Palmerston North, 1997.

MAVROUDIS, N. E.; GEKAS, V.; SJÖHOLM, I. Osmotic dehydration of apples – effects of agitation and raw material characteristics. **Journal of Food Engineering**. v. 35, p. 191-209, 1998.

MAYOR, L.; MOREIRA, R.; CHENLO, F.; SERENO, A. M. Effective diffusion coefficients during osmotic dehydration of pumpkin with ternary solutions of NaCl and sucrose. In: Drying 2006 – International Drying Symposium, 15, 2006, Budapeste, Hungria. **Proceedings ...**, 2006. v. C, p.2105-2112.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. **Sensory Evaluation Techniques**, 3rd ed., Boca Raton: Ed. CRC Press, Inc., 1999. 387p.

MERCADANTE, A. Z.; RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. Effect of ripening, cultivar differences, and processing on the carotenoid composition of mango. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 46, p. 128-130, 1998.

MORTON, J. 1987. **Mango**. p. 221–239. In: Fruits of warm climates. Miami, FL. Disponível on-line em: <http://www.hort.purdue.edu/newcrop/morton/index.html>. Acesso em 15 jan 2007.

MÚJICA-PAZ, H.; VALDEZ-FRAGOSO, A.; LÓPEZ-MALO, A.; PALOU, E.; WELTI-CHANES, J. Impregnation properties of some fruits at vacuum pressure. **Journal of Food Engineering**. v. 56, p. 307-314, 2003.

O'BRIEN, T. P.; FEDER, N.; McCULLY, M. E. Polychromatic Staining of Plant Cell Walls by Toluidine Blue. **Protoplasma**, v. 59, p. 368-373, 1964.

PALOU, E.; LÓPEZ-MALO, A.; ARGAIZ, A.; WELTI, J. The use of Peleg's equation to model osmotic concentration of papaya. **Drying Technology**, 12(4), 965-978, 1994.

PANADÉS, G.; CHIRALT, A.; FITO, P.; RODRÍGUEZ, I.; NUÑES, M.; ALBORS, A.; JIMÉNEZ, R. . Influence of operating conditions on sensory quality of minimally processed osmotically dehydrated guava. **Journal of Food Quality**, v. 26, p. 91-103, 2003.

PANADÉS, G.; FITO, P.; AGUIAR, Y.; VILLAVICENCIO, M. N.; ACOSTA, V. Osmotic dehydration of guava: Influence of operating parameters on process kinetics. **Journal of Food Engineering**, v. 72, p. 383-389, 2006.

PARK, K. J.; BIN, A.; BROD, F. P. R.; PARK, H. K. B. P. Osmotic dehydration kinetics of pear D'anjou (*Pyrus communis* L.). **Journal of Food Engineering**, 52(3), 293-298, 2002.

PARK, K. J.; OLIVEIRA, R.A.; CHIORATO, M.; PARK, K.J.B.; ITO, A.P.; ARDITO, T.H.; DAL FABRO, I.M.; HUBINGER, M.D. **Manual para tratar dados de secagem utilizando o Microsoft Excel, 2005**. Disponível em: http://www.feagri.unicamp.br/ctea/manuais/manual_ferramentadefinitiva.pdf. Acesso em: 15 jun 2006.

PELEG, M. An empirical-model for the description of moisture sorption curves. **Journal of Food Science**, v.53(4), p.1216-1219, 1988.

PEREIRA, L.M. **Acondicionamento de Goiabas Minimamente Processadas por Desidratação Osmótica em Embalagens sob Atmosfera Modificada Passiva**. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002. 159p.

PEREIRA, L.M. **Influência da Desidratação Osmótica com Aditivos na Estrutura Celular e na Manutenção da Qualidade de Goiabas**. Tese (Doutora em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006. 178p.

PEREIRA, L.M.; RODRIGUES, A.C.C.; SARANTÓPOULOS, C.I.G.L.; JUNQUEIRA, V.C.A.; CUNHA, R.L.; HUBINGER, M.D. Influence of Modified Atmosphere Packaging and Osmotic Dehydration of Minimally Processed Guavas. **Journal of Food Science**, v.69, n.4, p. 172-177, 2004.

PONTING, J. D.; WALTERS, G. G.; FORREY, R. R.; JACKSON, R.; STALEY, W. L. Osmotic dehydration of fruit. **Food Technology**, v. 20, n. 10, p. 125-128, 1966.

RAHMAN, M.S. Dried Food Properties: Challenges Ahead. **Drying Technology**, v. 23, p. 695-715, 2005.

RAHMAN, M.S.; MCCARTHY, O.J. Classification of food properties. **International Journal of Food Properties** 1999, 2 (2), 1-6.

RAOULT-WACK, A.L. Recent advances in the osmotic dehydration of foods. **Trends in Food Science & Technology**, 5(8), p.255-260, 1994.

RASTOGI, N. K.; RAGHAVARAO, K. S. M. S.; NIRANJAN, K.; KNORR, D. Recent Developments in Osmotic Dehydration: Methods to Enhance Mass Transfer. **Trends in Food Science & Technology**, v. 13, p. 48-59, 2002.

RASTOGI, N.K.; RAGHAVARAO, K.S.M.S. Mass Transfer during Osmotic Dehydration of Pineapple: considering Fickian Diffusion in Cubical Configuration. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, v.37, p. 43-47, 2004.

RASTOGI, N.K.; RAGHAVARAO, K.S.M.S. Water and Solute Diffusion Coefficients of Carrot as a Function of Temperature and Concentration During Osmotic Dehydration. **Journal of Food Engineering**, v.34, p. 429-440, 1997.

RASTOGI, N.K.; RAGHAVARAO, K.S.M.S.; NIRANJAN, K. Mass Transfer During Osmotic Dehydration of Banana: Fickian Diffusion in Cylindrical Configuration. **Journal of Food Engineering**, v.31, p. 423-432, 1997.

RIZVI, A. F.; TONG, C. H. Fractional conversion for determining texture degradation kinetics of vegetables. **Journal of Food Science**, v. 62(1), p. 1-7, 1997.

RODRIGUES, A. C. C.; CUNHA, R. L.; HUBINGER, M. D. Rheological properties and colour evaluation of papaya during osmotic dehydration processing. **Journal of Food Engineering**, v. 59, p. 129-135, 2003.

RODRIGUES, L. K. **Manga (cv ‘Tommy Atkins’) minimamente processada – desidratção osmótica e embalagem com atmosfera**. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005. 98p.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. **A guide to carotenoid analysis in foods**. International Life Science Institute Press, Washington, 1999, 64p.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B.; KIMURA, M. **Harvestplus handbook for carotenoid analysis**. HarvestPlus Technical Monograph Series 2, Washington, 2004, 58p.

SANJINEZ-ARGANDOÑA, E.J. **Desidratção Osmótica de Goiaba por Imersão e Secagem**. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999. 102p.

SARAVACOS, G. D.; MAROULIS, Z. B. **Transport Properties of Foods**, New York: Ed. Marcel Dekker, 2001.

SHI, X.Q.; FITO, P. Vacuum osmotic dehydration of fruits. **Drying Technology**, v.11, n.6, p.1429-1442, 1993.

SHI, X.Q.; FITO, P.; CHIRALT, A. Influence of vacuum treatment on mass transfer during osmotic dehydration of fruits. **Food Research International**, v.28, n.5, p.445-454, 1995.

SILVA, P.C.G.; CORREIA, R.C. **Cultivo da Mangueira**. Embrapa, 2004. Disponível em: http://www.cpatsa.embrapa.br/sistema_producao/spmanga/socioeconomia.htm. Acesso em: 15 jan. 2007.

SILVA, S. R. **Composição de carotenóides de produtos de maracujá, manga e açaí**. Campinas, 2002. 139p. Tese (Doutorado em Ciência de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

SIQUEIRA, D. L.; BOTREL, N.; CARVALHO, V. D.; RAMOS, V. H. V.; COUTO F. A. D. Características físicas e químicas de vinte cultivares de mangueira (*Mangífera Indica L.*). **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 10(2), p. 49-54, 1988.

SORMANI, A.; MAFFI, D.; BERTOLO, G.; TORREGGIANI, D. Textural and Structural Changes of Dehydrofreeze-thawed Strawberry Slices: Effects of Different Dehydration Pretreatments. **Food Science and Technology International**, v. 5, p. 479-485, 1999.

STAHL, W.; SIES, H. Carotenoids: occurrence, biochemical activities, and bioavailability. In: Packer L, Hiramatsu M, Yoshikawa T. **Antioxidant Food Supplements in Human Health**. San Diego: Academic Press; p.183-98, 1999.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory Evaluation Practices**, 2nd ed., San Diego: Ed. Academic Press, Inc., 1993. 338p.

TACO-Tabela brasileira de composição de alimentos / NEPA-UNICAMP.- Versão II. -- 2. ed. -- Campinas, SP: NEPA-UNICAMP, 2006. 113p.

TALENS, P.; MARTÍNEZ-NAVARRETE, N.; FITO, P.; CHIRALT, A. Changes in Optical and Mechanical Properties during Osmodehydrofreezing of Kiwi Fruit. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 3, p. 191-199, 2002.

TASSARA, H. **Frutas no Brasil**. São Paulo : Empresa das Artes, 1996. Disponível em: <http://antiga.bibvirt.futuro.usp.br/especiais/frutasnobrasil/index.html>. Acesso em: 15 dez 2006.

TODAFRUTA. **Frutas de A a Z: Manga - Melhoramento da mangueira**, data edição: 02/12/04. Disponível em: <<http://www.todafruta.com.br>>. Acesso em: 15 jan 2007.

TONON, R. V.; BARONI, A. F.; HUBINGER, M. D. Estudo da desidratação osmótica de tomate em soluções ternárias pela metodologia de superfície de resposta. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.26 (3) p.715-723, 2006.

Tonon, R.V., Baroni, A.F., Hubinger, M.D., Osmotic dehydration of tomato in ternary solutions: influence of process variables on mass transfer kinetics and an evaluation of the retention of carotenoids, **Journal of Food Engineering**, 2007. *in press*.

TOREZAN, G.A.P.; FAVARETO, P.C.C.; PALLET, D.; MENEZES, H.C. Osmotic dehydration of mango: effects of temperature and process time. In: Drying 2004 – International Drying Symposium, 14, 2004, São Paulo, Brasil. **Proceedings ...**, 2004. v. C, p.2165-2172.

TORREGGIANI, D.; BERTOLO, G. Osmotic pre-treatment in fruit processing: chemical, physical and structural effects. **Journal of Food Engineering**, v. 49, p. 247-253, 2001.

TORREGGIANI, D.; Osmotic dehydration in fruit and vegetable processing. **Food Research International**, v. 26, p. 59-68, 1993.

TORRES, J. D.; TALENS, P.; ESCRICHE, I.; CHIRALT, A. influence of process conditions on mechanical properties of osmotically dehydrated mango **Journal of Food Engineering**, v. 74(2), p. 240-246, 2006.

UDDIN, M. B.; AINSWORTH, P.; IBANOGLU, S. Evaluation of mass exchange during osmotic dehydration of carrots using response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, v.65, n.4, p.473-477, 2004.

VIAL, C.; GUILBERT, S.; CUQ, J. Osmotic dehydration of Kiwi fruits: influence of process variables on the color and ascorbic acid content. **Science des Aliments**, v. 11(1), p. 63-84, 1991.

VIVANCO, P. D. **Estudo das operações combinadas da desidratação osmótica a vácuo, defumação líquida e secagem em filés de bonito (*Sarda sarda*)**. Tese (doutor em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006. 223p.

WELTI, J.; PALOU, E.; LÓPES-MALO, A.; BALSEIRA, A. Osmotic concentration – drying of mango slices. **Drying Technology**, v. 13(1,2), p. 405-416, 1995.

WILKINSON, C.; DIJKSTERHUIS, G. B.; MINEKUS, M. From Food Structure to Texture. **Trends in Food Science & Technology**, v. 11, p. 442-450, 2000.

WOLF, W.; SPIESS, W. E. L.; JUNG, G. **Sorption isotherms and water activity of food material**. New York, Elsevier Science, 1985, 239p.

ZHAO, Y.; XIE, J. Practical applications of vacuum impregnation in fruit and vegetable processing. **Trends in Food Science & Technology**, v. 15, p. 434-451, 2004.

8 APÊNDICE

Apêndice A: Estimativa dos efeitos lineares para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos obtidos no Planejamento 2^{5-1} para os tempos de processo de 15, 30 e 180 minutos

Tabela 8.1: Estimativa dos efeitos lineares, erro padrão e p-valor para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos

	15 minutos			30 minutos			180 minutos		
	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor	Estimativa efeito	Erro padrão	P-valor
Perda de Peso									
Média	5,631	0,201	0,00	8,981	0,336	0,00	26,563	0,792	0,00
Vt (min)	0,501	0,449	0,28	-0,500	0,750	0,52	-2,067	1,770	0,26
Vp (mbar)	0,109	0,449	0,81	-0,101	0,750	0,89	1,093	1,770	0,55
T (°C)	3,186	0,449	0,00	4,380	0,750	0,00	11,327	1,770	0,00
C (°Brix)	3,060	0,449	0,00	3,913	0,750	0,00	13,378	1,770	0,00
Re (m ³ /h)	-0,640	0,449	0,18	-0,136	0,750	0,86	-0,530	1,770	0,77
Perda de Água									
Média	6,590	0,249	0,00	10,550	0,377	0,00	30,362	0,844	0,00
Vt (min)	1,048	0,557	0,08	-0,019	0,843	0,98	-0,739	1,888	0,70
Vp (mbar)	0,182	0,557	0,75	0,124	0,843	0,89	0,568	1,888	0,77
T (°C)	3,202	0,557	0,00	4,704	0,843	0,00	12,664	1,888	0,00
C (°Brix)	3,282	0,557	0,00	3,389	0,843	0,00	12,064	1,888	0,00
Re (m ³ /h)	-0,165	0,557	0,77	0,378	0,843	0,66	-0,321	1,888	0,87
Ganho de Sólidos									
Média	0,960	0,117	0,00	1,569	0,156	0,00	3,800	0,250	0,00
Vt (min)	0,547	0,261	0,05	0,481	0,348	0,19	1,329	0,560	0,03
Vp (mbar)	0,073	0,261	0,78	0,225	0,348	0,53	-0,526	0,560	0,36
T (°C)	0,016	0,261	0,95	0,323	0,348	0,37	1,337	0,560	0,03
C (°Brix)	0,222	0,261	0,41	-0,524	0,348	0,15	-1,314	0,560	0,03
Re (m ³ /h)	0,475	0,261	0,09	0,514	0,348	0,16	0,209	0,560	0,71
a_w									
Média	0,981	0,001	0,00	0,980	0,000	0,00	0,972	0,001	0,00
Vt (min)	0,002	0,002	0,31	0,001	0,001	0,43	0,001	0,001	0,69
Vp (mbar)	-0,003	0,002	0,08	-0,002	0,001	0,01	-0,001	0,001	0,56
T (°C)	-0,001	0,002	0,54	-0,001	0,001	0,09	-0,009	0,001	0,00
C (°Brix)	-0,001	0,002	0,51	0,001	0,001	0,43	-0,003	0,001	0,07
Re (m ³ /h)	0,000	0,002	0,94	-0,001	0,001	0,14	-0,001	0,001	0,42

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 90% de confiança

Apêndice B: Coeficientes de regressão e análise de variância para perda de peso, perda de água e ganho de sólidos obtidos no Planejamento 2³ para os tempos de processo de 15 e 180 minutos

Tabela 8.2: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de peso considerando 15 e 180 minutos de processo

	15 minutos			180 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	6,012	0,927	0,00	30,445	1,525	0,00
(1)C(L)	0,614	0,436	0,20	3,265	0,716	0,00
C(Q)	0,263	0,480	0,60	0,172	0,789	0,83
(2)T(L)	1,103	0,436	0,04	4,555	0,716	0,00
T(Q)	0,150	0,480	0,76	0,481	0,789	0,56
(3)t(L)	0,714	0,436	0,15	0,213	0,716	0,77
t(Q)	0,181	0,480	0,72	-0,930	0,789	0,28
1L e 2L	-0,301	0,569	0,61	0,074	0,936	0,94
1L e 3L	0,006	0,569	0,99	-0,436	0,936	0,66
2L e 3L	-0,014	0,569	0,98	0,517	0,936	0,60

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Tabela 8.3: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R²) e apresentação do modelo proposto para perda de peso aos 15 e 180 minutos de processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
15 minutos					
Regressão	28,69	3	9,56	6,28	3,26
Resíduo	19,80	13	1,52		
Total	48,48			R ² = 0,59	
Modelo		PP ₁₅ = 6,488 + 0,614C + 1,103T + 0,714t			
180 minutos					
Regressão	449,03	2	224,51	52,20	3,74
Resíduo	60,22	14	4,30		
Total	509,24			R ² = 0,88	
Modelo		PP ₁₈₀ = 30,146 + 3,265C + 4,717T			

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática

Valores tabelados de F a 5% de significância

Tabela 8.4: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a perda de água considerando 15 e 180 minutos de processo

	15 minutos			180 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	7,624	0,914	0,00	34,604	1,695	0,00
(1)C(L)	0,473	0,429	0,31	2,709	0,797	0,01
C(Q)	0,154	0,473	0,75	0,081	0,878	0,93
(2)T(L)	1,410	0,429	0,01	5,028	0,797	0,00
T(Q)	0,300	0,473	0,55	0,560	0,878	0,54
(3)t(L)	0,934	0,429	0,07	0,291	0,797	0,73
t(Q)	0,181	0,473	0,71	-0,918	0,878	0,33
1L e 2L	-0,260	0,561	0,66	-0,008	1,040	0,99
1L e 3L	-0,010	0,561	0,99	-0,457	1,040	0,67
2L e 3L	-0,073	0,561	0,90	0,451	1,040	0,68

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

Tabela 8.5: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R^2) e apresentação do modelo proposto para perda de água aos 15 e 180 minutos de processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
15 minutos					
Regressão	37,68	2	18,8404	12,1398	3,74
Resíduo	21,73	14	1,5520		
Total	59,41			$R^2 = 0,63$	
Modelo	$PA_{15} = 8,106 + 1,410T + 0,879t$				
180 minutos					
Regressão	445,04	2	222,52	37,37	3,74
Resíduo	83,37	14	5,95		
Total	528,41			$R^2 = 0,84$	
Modelo	$PA_{180} = 34,381 + 2,709C + 5,028T$				

SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática

Valores tabelados de F a 5% de significância

Tabela 8.6: Coeficiente de regressão (Coef. Reg.), erro padrão e p-valor para a ganho de sólidos considerando 15 e 180 minutos de processo

	15 minutos			180 minutos		
	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor	Coef. Reg.	Erro padrão	p-valor
Média global	1,612	0,250	0,00	4,159	0,279	0,00
(1)C(L)	-0,141	0,118	0,27	-0,556	0,131	0,00
C(Q)	-0,109	0,130	0,43	-0,092	0,145	0,55
(2)T(L)	0,308	0,118	0,03	0,473	0,131	0,01
T(Q)	0,150	0,130	0,28	0,079	0,145	0,60
(3)t(L)	0,221	0,118	0,10	0,078	0,131	0,57
t(Q)	-0,001	0,130	1,00	0,012	0,145	0,94
1L e 2L	0,042	0,154	0,79	-0,081	0,171	0,65
1L e 3L	-0,016	0,154	0,92	-0,020	0,171	0,91
2L e 3L	-0,060	0,154	0,71	-0,066	0,171	0,71

Valores em negrito representam os efeitos estatisticamente significativos a 80% de confiança

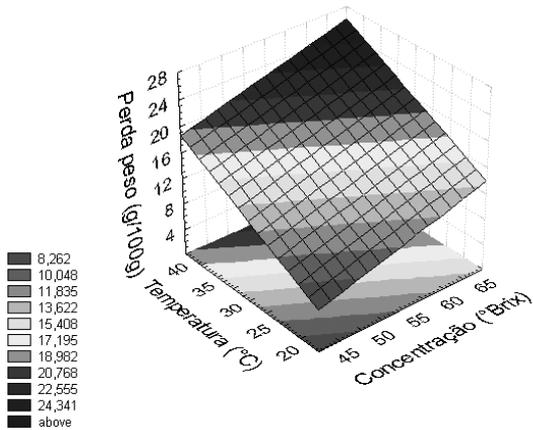
Tabela 8.7: Análise de variância (ANOVA), variância explicada (R^2) e apresentação do modelo proposto para ganho de sólidos aos 15 e 180 minutos de processo

Fontes de variação	SQ	GL	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}
15 minutos					
Regressão	1,95	2	0,9774	6,2734	3,74
Resíduo	2,18	14	0,1558		
Total	4,14			$R^2 = 0,47$	
Modelo			PP ₁₅ = 1,645 + 0,308T + 0,221t		
180 minutos					
Regressão	7,27	2	3,63	24,75	3,74
Resíduo	2,06	14	0,15		
Total	9,32			$R^2 = 0,78$	
Modelo			PP ₁₈₀ = 4,158 - 0,556C + 0,473T		

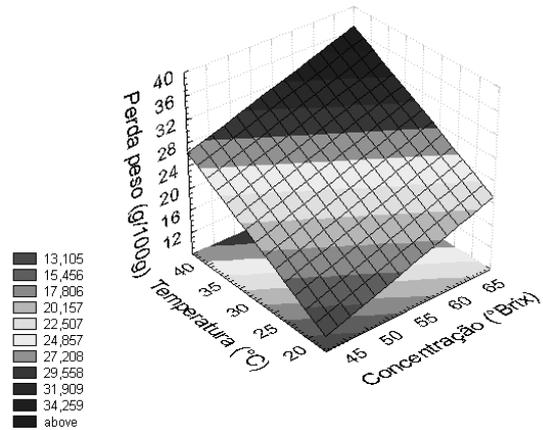
SQ = soma quadrática; GL = grau de liberdade; MQ = média quadrática

Valores tabelados de F a 5% de significância

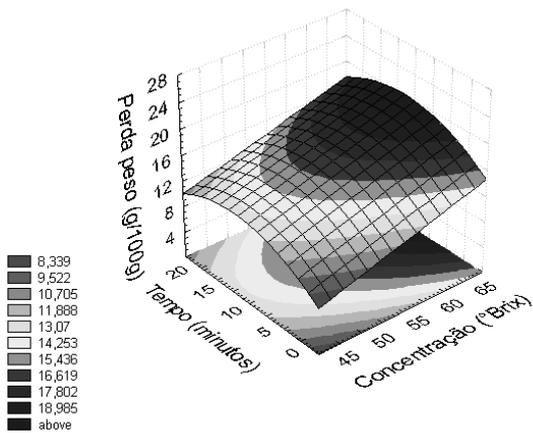
Apêndice C: Superfícies de resposta para perda de peso ao longo do tempo de processo de 60 e 120 minutos



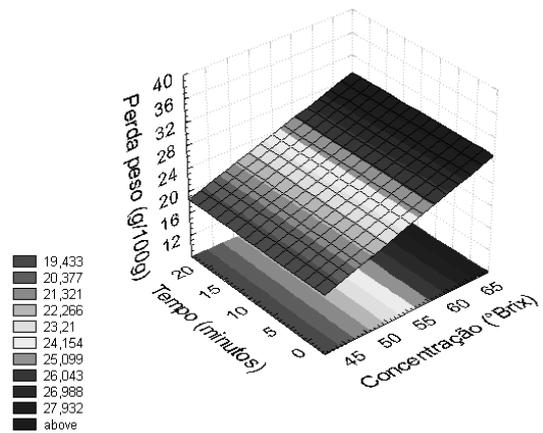
(a) 60 min. de processo e 10 min. de vácuo



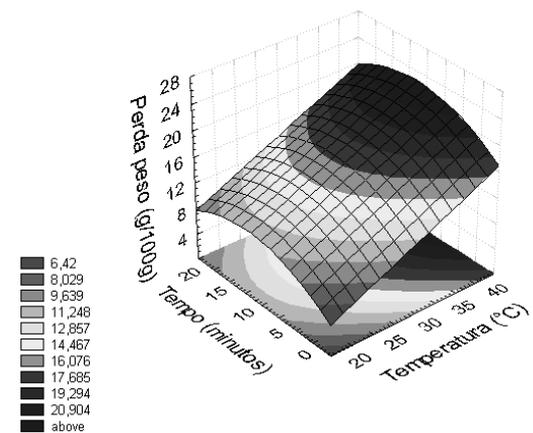
(b) 120 min. de processo e 10 min. de vácuo



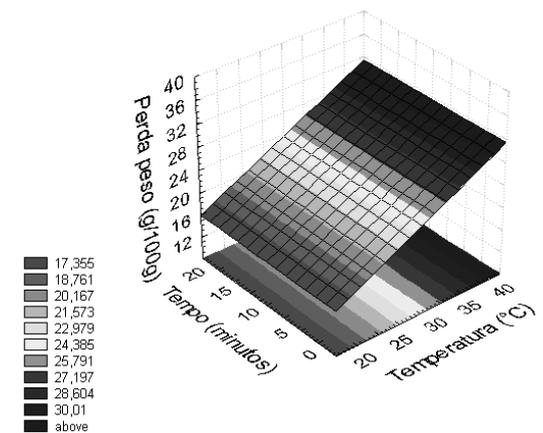
(c) 60 min. de processo e 30°C



(d) 120 min. de processo e 30°C



(e) 60 min. de processo e 55°Brix



(f) 120 min. de processo e 55°Brix

Figura 8.1: Superfícies de resposta para perda de peso ao longo do tempo de processo de 60 minutos: (a) 10 minutos de pulso de vácuo, (c) 30°C e (e) 55°Brix e 120 minutos: (b) 10 minutos de pulso de vácuo, (d) 30°C e (f) 55°Brix