

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo aprovada pela Comissão Julgadora em 12 de agosto de 1998.

Campinas, 12 de agosto de 1998.

Universidade Estadual de Campinas  
Faculdade de Engenharia de Alimentos  
Departamento de Engenharia de Alimentos

## TESE DE DOUTORADO

Profa. Dra. ENNY THEREZINHA  
MARTUCCI-Presidente da Banca

# *Caracterização Físico-Química do Suco e Pó de Acerola (Malpighia puniceifolia, L.)*

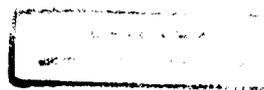
Autora: *Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo*

Orientadora: *Profa. Dra. Enny Therezinha Martucci*

Tese submetida ao programa de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia de Alimentos - UNICAMP como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Alimentos.

Agosto de 1998

5823053



|         |                                       |
|---------|---------------------------------------|
| UNIDADE | BC                                    |
| Nº      |                                       |
| V       |                                       |
| T       | 35 808                                |
| P       | 3951,98                               |
|         | 0 <input checked="" type="checkbox"/> |
| VAL     | R\$ 11,00                             |
| DATA    | 13/11/98                              |
| Nº      |                                       |

CM-00118821-4

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA F.E.A. - UNICAMP

F469c

Figueirêdo, Rossana Maria Feitosa de  
Caracterização físico-química do suco e pó de acerola  
(*Malpighia puniceifolia*, L.) / Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo.  
– Campinas, SP: [s.n.], 1998.

Orientador: Enny Therezinha Martucci  
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas.  
Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1. Microencapsulação. 2. Acerola. 3. Vitamina C.  
4. Armazenamento. 5. Atomização. 6. Secagem. I. Martucci, Enny  
Therezinha. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de  
Engenharia de Alimentos. III. Título.

*Caracterização Físico-Química do Suco e Pó de  
Acerola (Malpighia puniceifolia, L.)*

por

*Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo*

Tese aprovada em \_\_\_\_ de \_\_\_\_ de 1998.

BANCA EXAMINADORA

*Enny Martucci*

---

Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Enny Therezinha Martucci  
(Orientadora)

*George Cury Kachan*

---

Prof. Dr. George Cury Kachan  
(Membro)

*Hilary C. de Menezes*

---

Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Hilary C. de Menezes  
(Membro)

*Maria Elita Duarte Braga*

---

Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Maria Elita Duarte Braga  
(Membro)

*Sandra Rocha*

---

Prof.<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup>. Sandra Cristina dos Santos Rocha  
(Membro)

---

Prof. Dr. Satoshi Tobinaga  
(Suplente)

---

Prof. Dr. Sylvio Luís Honório  
(Suplente)

## *Agradecimentos*

*A Deus*

*A Professora e Orientadora Enny Therezinha Martucci pela orientação e amizade.*

*Ao programa CAPES/PROD pelo auxílio financeiro.*

*Aos membros da banca examinadora, professores George Cury Kachan, Hilary C. de Menezes, Maria Elita Duarte Braga, Sandra Cristina dos Santos Rocha, Satoshi Tobinaga e Sylvio Luís Honório pela valiosa colaboração prestada na conclusão deste trabalho.*

*Ao FAPR/FEPA na pessoa da pesquisadora Claire pela caracterização do laminado plástico*

*Aos meus amigos Alexandre, Elita e Mario Eduardo pelo incentivo e amizade em todos os momentos.*

*A Angela pela ajuda em toda a fase experimental e por sua amizade nestes três anos de convivência.*

*A Alessandra R. Silva pela cooperação e boa vontade.*

*A Fernandinha pela ajuda na coleta de dados.*

*Aos professores Gasparetto e Satoshi pelos momentos de descontração no laboratório.*

*A todos os colegas do Laboratório de Medidas Físicas e especialmente a Raniere, Marcinha, Antônio, Luíza, Maurício, Mayard, Catarina e Catita.*

# SUMÁRIO

|   |      |
|---|------|
| <b>LISTA DE TABELAS</b> .....                         | vi   |
| <b>LISTA DE FIGURAS</b> .....                         | xvii |
| <b>RESUMO</b> .....                                   | xxi  |
| <b>SUMMARY</b> .....                                  | xxii |
| <br>  |      |
| <b>CAPÍTULO 1 - <i>Introdução</i></b>                 |      |
| 1.1 - INTRODUÇÃO.....                                 | 2    |
| 1.1.1 - Objetivo geral.....                           | 3    |
| 1.1.1.1 - Objetivos específicos.....                  | 3    |
| 1.2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....                      | 4    |
| 1.2.1- A acerola.....                                 | 4    |
| 1.2.2 - Secagem.....                                  | 7    |
| 1.2.2.1 - Secagem por atomização.....                 | 7    |
| 1.2.2.2 - Concentração na alimentação do secador..... | 9    |
| 1.2.3 - Microencapsulação.....                        | 11   |
| 1.2.3.1 - Microcápsulas.....                          | 13   |
| 1.2.3.1.1 - Caracterização das microcápsulas.....     | 14   |
| 1.2.4 - Material de parede.....                       | 15   |
| 1.2.4.1 - Goma arábica.....                           | 17   |
| 1.2.4.2 - Maltodextrinas.....                         | 19   |
| 1.2.4.3 - Capsul.....                                 | 22   |
| 1.3 - MATERIAL E MÉTODOS.....                         | 24   |
| 1.3.1 - Matéria-prima.....                            | 24   |

|  |    |
|--|----|
| 1.3.2 - Formulações.....                             | 24 |
| 1.3.3 - Preparo das suspensões.....                  | 24 |
| 1.3.4 - Processamento.....                           | 25 |
| 1.3.5 - Secagem.....                                 | 26 |
| 1.3.6 - Caracterização do suco de acerola.....       | 27 |
| 1.3.6.1 - pH.....                                    | 27 |
| 1.3.6.2 - Sólidos solúveis.....                      | 27 |
| 1.3.6.3 - Ácido ascórbico.....                       | 27 |
| 1.3.6.4 - Umidade e sólidos totais.....              | 27 |
| 1.3.6.5 - Acidez total titulável.....                | 27 |
| 1.3.6.6 - Açúcares redutores e não redutores.....    | 28 |
| 1.3.6.7 - Açúcares totais.....                       | 28 |
| 1.3.6.8 - Teor de polpa.....                         | 28 |
| 1.3.7 - Caracterização da suspensão.....             | 28 |
| 1.3.7.1 - Reologia.....                              | 28 |
| 1.3.8 - Caracterização do suco de acerola em pó..... | 28 |
| 1.3.8.1 - Umidade.....                               | 28 |
| 1.3.8.2 - Ácido ascórbico.....                       | 29 |
| 1.3.8.3 - Morfologia.....                            | 29 |
| 1.3.8.4 - Isotermas de adsorção.....                 | 29 |
| 1.3.8.5 - Armazenamento.....                         | 29 |
| 1.3.8.6 - Análise instrumental da cor.....           | 29 |
| 1.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....                    | 30 |
| 1.4.1 - Caracterização do suco de acerola.....       | 30 |
| 1.4.2 - Caracterização do suco de acerola em pó..... | 31 |

## **CAPÍTULO 2 - *Influência da viscosidade das suspensões na morfologia do particulado de suco de acerola em pó***

|                                   |    |
|-----------------------------------|----|
| 2.1 - INTRODUÇÃO.....             | 34 |
| 2.1.1 - Objetivo.....             | 35 |
| 2.2 - REVISÃO DE LITERATURA.....  | 36 |
| 2.2.1 - Modelos reológicos.....   | 38 |
| 2.3- MATERIAL E MÉTODOS.....      | 42 |
| 2.3.1 - Formulações.....          | 42 |
| 2.3.2 - Reologia.....             | 42 |
| 2.3.3 - Morfologia.....           | 42 |
| 2.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... | 43 |
| 2.4.1 - Reologia.....             | 43 |
| 2.4.2 - Morfologia.....           | 46 |
| 2.5 - CONCLUSÕES.....             | 51 |

## **CAPÍTULO 3 - *Isotermas de adsorção de umidade***

|  |    |
|--|----|
| 3.1 - INTRODUÇÃO.....                    | 53 |
| 3.1.1 - Objetivo.....                    | 55 |
| 3.2 - REVISÃO DE LITERATURA.....         | 56 |
| 3.2.1 - Isotermas de sorção de água..... | 56 |
| 3.3- MATERIAL E MÉTODOS.....             | 62 |
| 3.3.1 - Matéria-prima.....               | 62 |
| 3.3.2 - Equipamentos.....                | 62 |
| 3.3.3 - Métodos.....                     | 62 |
| 3.3.4 - Umidade de equilíbrio.....       | 63 |
| 3.3.5 - Ajustes dos modelos.....         | 64 |
| 3.3.6 - Erros experimentais.....         | 64 |

|                                   |    |
|-----------------------------------|----|
| 3.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... | 66 |
| 3.5 - CONCLUSÕES.....             | 81 |

**CAPÍTULO 4 - *Armazenagem do pó de acerola em embalagem flexível plástica***

|                                   |    |
|-----------------------------------|----|
| 4.1 - INTRODUÇÃO.....             | 83 |
| 4.1.1 - Objetivo.....             | 83 |
| 4.2- MATERIAL E MÉTODOS.....      | 84 |
| 4.2.1 - Embalagem.....            | 84 |
| 4.2.2 - Armazenamento.....        | 85 |
| 4.2.3 - Ácido ascórbico.....      | 85 |
| 4.2.4 - Umidade.....              | 85 |
| 4.2.5 - Análise estatística.....  | 86 |
| 4.3 - RESULTADOS E DISCUSSÃO..... | 87 |
| 4.3.1 - Ácido ascórbico.....      | 87 |
| 4.3.2 - Umidade.....              | 91 |
| 4.4 - CONCLUSÕES.....             | 95 |

**CAPÍTULO 5 - *Análise instrumental da cor***

|  |     |
|--|-----|
| 5.1 - INTRODUÇÃO.....                                      | 97  |
| 5.1.1 - Objetivo.....                                      | 97  |
| 5.2 - REVISÃO DE LITERATURA.....                           | 98  |
| 5.3- MATERIAL E MÉTODOS.....                               | 103 |
| 5.3.1 - Análise instrumental da cor.....                   | 103 |
| 5.3.2 - Análise estatística.....                           | 104 |
| 5.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....                          | 105 |
| 5.4.1 - Caracterização inicial da cor das formulações..... | 105 |



## LISTA DE TABELAS

|                   |  |    |
|-------------------|--|----|
| <b>Tabela 1.1</b> | - Concentração de ácido ascórbico em algumas frutas.....   | 6  |
| <b>Tabela 1.2</b> | - Material de parede.....  | 17 |
| <b>Tabela 1.3</b> | - Formulações utilizadas para o estudo da matéria-prima e produção do suco de acerola em pó..... | 25 |
| <b>Tabela 1.4</b> | - Caracterização do suco de acerola.....   | 30 |
| <b>Tabela 1.5</b> | - Valores médios do ácido ascórbico do suco de acerola determinados antes da secagem.....        | 31 |
| <b>Tabela 1.6</b> | - Caracterização inicial do pó de acerola para as diferentes formulações.....                    | 32 |
| <b>Tabela 2.1</b> | - Referências utilizando modelos reológicos de Casson, Herschel-Bulkley e Mizrahi-Berk.....      | 39 |
| <b>Tabela 2.2</b> | - Parâmetros do modelo de Casson.....  | 44 |
| <b>Tabela 2.3</b> | - Valores da viscosidades aparente das suspensões.....   | 45 |
| <b>Tabela 3.1</b> | - Equações para ajustar isotermas de sorção de água de materiais biológicos.....                 | 61 |

|                   |  |    |
|-------------------|--|----|
| <b>Tabela 3.2</b> | - Umidade relativa de equilíbrio (%) das soluções saturadas de sais nas três temperaturas usadas no experimento.....               | 63 |
| <b>Tabela 3.3</b> | - Umidade de equilíbrio da Formulação 1 .....  | 66 |
| <b>Tabela 3.4</b> | - Umidade de equilíbrio da Formulação 2 .....  | 67 |
| <b>Tabela 3.5</b> | - Umidade de equilíbrio da Formulação 3 .....  | 67 |
| <b>Tabela 3.6</b> | - Parâmetros das equações ajustadas e coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) da Formulação 1.....    | 70 |
| <b>Tabela 3.7</b> | - Parâmetros das equações ajustadas e coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) da Formulação 2.. ..... | 71 |
| <b>Tabela 3.8</b> | - Parâmetros das equações ajustadas e coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) da Formulação 3.....    | 72 |
| <b>Tabela 4.1</b> | - Espessuras total e parciais do laminado plástico utilizado na embalagem das formulações.....                                     | 85 |
| <b>Tabela 4.2</b> | - Análise de variância dos dados de ácido ascórbico médio da Formulação 1.....   | 87 |

|                   |  |     |
|-------------------|--|-----|
| <b>Tabela 4.3</b> | - Valores médios do ácido ascórbico da Formulação 1 para os diferentes períodos de armazenamento.....                                  | 88  |
| <b>Tabela 4.4</b> | - Análise de variância dos dados médios de ácido ascórbico médio da Formulação 2.....  | 89  |
| <b>Tabela 4.5</b> | - Valores médios do ácido ascórbico da Formulação 2 para os diferentes períodos de armazenamento.....                                  | 89  |
| <b>Tabela 4.6</b> | - Análise de variância dos dados médios de umidade da Formulação 1.....  | 91  |
| <b>Tabela 4.7</b> | - Valores médios da umidade da Formulação 1 para os diferentes períodos de armazenamento.....  | 92  |
| <b>Tabela 4.8</b> | - Análise de variância dos dados médios de umidade da Formulação 2.....  | 92  |
| <b>Tabela 4.9</b> | - Valores médios da umidade da Formulação 2 para os diferentes períodos de armazenamento.....  | 93  |
| <b>Tabela 5.1</b> | - Umidades relativas proporcionadas pelos sais a diferentes temperaturas.....  | 104 |
| <b>Tabela 5.2</b> | - Valores médios iniciais dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para as três formulações..... | 105 |

|                   |   |     |
|-------------------|---|-----|
| <b>Tabela 5.3</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.....  | 105 |
| <b>Tabela 5.4</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias ..... | 109 |
| <b>Tabela 5.5</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.....  | 110 |
| <b>Tabela 5.6</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.....  | 110 |
| <b>Tabela 5.7</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.....  | 111 |

|                    |  |     |
|--------------------|--|-----|
| <b>Tabela 5.8</b>  | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias..... | 112 |
| <b>Tabela 5.9</b>  | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias..... | 112 |
| <b>Tabela 5.10</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias..... | 113 |
| <b>Tabela 5.11</b> | - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias..... | 113 |
| <b>Tabela 5.12</b> | - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 52,89% e tempo de 5 dias.....   | 114 |
| <b>Tabela 5.13</b> | - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 52,89% e tempo de 30 dias.....  | 115 |

|  |     |
|--|-----|
| <b>Tabela 5.14</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 76,59% e tempo de 5 dias.....  | 115 |
| <b>Tabela 5.15</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 76,59% e tempo de 30 dias..... | 115 |
| <b>Tabela 5.16</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 84,40% e tempo de 5 dias.....  | 116 |
| <b>Tabela 5.17</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 84,40% e tempo de 30 dias..... | 116 |
| <b>Tabela 5.18</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 15°C e tempo de 5 dias.....           | 117 |
| <b>Tabela 5.19</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 15°C e tempo de 30 dias.....          | 117 |
| <b>Tabela 5.20</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 25°C e tempo de 5 dias.....           | 118 |

|  |     |
|--|-----|
| <b>Tabela 5.21</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da<br>Formulação 1 na temperatura de 25°C e tempo de 30<br>dias.....  | 118 |
| <b>Tabela 5.22</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da<br>Formulação 1 na temperatura de 35°C e tempo de 5<br>dias.....   | 118 |
| <b>Tabela 5.23</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da<br>Formulação 1 na temperatura de 35°C e tempo de 30<br>dias.....  | 119 |
| <b>Tabela 5.24</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$<br>para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à<br>15°C e umidade relativa média de 52,89% por 30<br>dias..... | 122 |
| <b>Tabela 5.25</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$<br>para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à<br>15°C e umidade relativa média de 76,59% por 30<br>dias..... | 122 |
| <b>Tabela 5.26</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$<br>para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à<br>15°C e umidade relativa média de 84,40% por 30<br>dias..... | 123 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Tabela 5.27</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias..... | 123 |
| <b>Tabela 5.28</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias..... | 124 |
| <b>Tabela 5.29</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias..... | 125 |
| <b>Tabela 5.30</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias..... | 125 |
| <b>Tabela 5.31</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias..... | 126 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Tabela 5.32</b> - Valores médios dos parâmetros $L_{\text{Hunter}}$ , $a_{\text{Hunter}}$ e $b_{\text{Hunter}}$ para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias..... | 126 |
| <b>Tabela 5.33</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 52,89% e tempo de 5 dias.....   | 127 |
| <b>Tabela 5.34</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 52,89% e tempo de 30 dias.....  | 128 |
| <b>Tabela 5.35</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 76,59% e tempo de 5 dias.....   | 128 |
| <b>Tabela 5.36</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 76,59% e tempo de 30 dias.....  | 128 |
| <b>Tabela 5.37</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 84,40% e tempo de 5 dias.....   | 129 |

|  |     |
|--|-----|
| <b>Tabela 5.38</b> - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 84,40% e tempo de 30 dias..... | 129 |
| <b>Tabela 5.39</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 15°C e tempo de 5 dias.....           | 130 |
| <b>Tabela 5.40</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 15°C e tempo de 30 dias.....          | 130 |
| <b>Tabela 5.41</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 25°C e tempo de 5 dias.....           | 131 |
| <b>Tabela 5.42</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 25°C e tempo de 30 dias.....          | 131 |
| <b>Tabela 5.43</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 35°C e tempo de 5 dias.....           | 131 |
| <b>Tabela 5.44</b> - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 35°C e tempo de 30 dias.....          | 132 |

|                   |  |     |
|-------------------|--|-----|
| <b>Tabela A.1</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 1 à temperatura de 15°C..... | 169 |
| <b>Tabela A.2</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 1 à temperatura de 25°C..... | 169 |
| <b>Tabela A.3</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 1 à temperatura de 35°C..... | 169 |
| <b>Tabela A.4</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 2 à temperatura de 15°C..... | 170 |
| <b>Tabela A.5</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 2 à temperatura de 25°C..... | 170 |
| <b>Tabela A.6</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 2 à temperatura de 35°C..... | 170 |
| <b>Tabela A.7</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 3 à temperatura de 15°C..... | 171 |
| <b>Tabela A.8</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 3 à temperatura de 25°C..... | 171 |
| <b>Tabela A.9</b> | - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 3 à temperatura de 35°C..... | 171 |

## LISTA DE FIGURAS

|                   |   |    |
|-------------------|---|----|
| <b>Figura 1.1</b> | - Fluxograma das etapas realizadas para obtenção do suco de acerola em pó.....  | 25 |
| <b>Figura 1.2</b> | - Diagrama esquemático de um secador por atomização com disco centrífugo.....   | 26 |
| <b>Figura 2.1</b> | - Relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação pelo modelo de Casson a 25°C.....                               | 43 |
| <b>Figura 2.2</b> | - Microcápsulas da Formulação 1 fotografadas no microscópio eletrônico de varredura, aumento 500 x.....                         | 49 |
| <b>Figura 2.3</b> | - Microcápsulas da Formulação 2 fotografadas no microscópio eletrônico de varredura, aumento 500 x....                          | 49 |
| <b>Figura 2.4</b> | - Microcápsulas da Formulação 3 fotografadas no microscópio eletrônico de varredura, aumento 500 x....                          | 50 |
| <b>Figura 3.1</b> | - Os cinco tipos de isothermas de adsorção.....   | 56 |
| <b>Figura 3.2</b> | - Isothermas de adsorção de umidade do suco de acerola em pó para as diferentes formulações ajustadas com a equação de GAB..... | 76 |

|                   |   |     |
|-------------------|---|-----|
| <b>Figura 3.3</b> | - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola acerola em pó para as diferentes formulações e temperaturas.....                          | 77  |
| <b>Figura 3.4</b> | - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola acerola em pó para Formulação 1 .....   | 78  |
| <b>Figura 3.5</b> | - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola acerola em pó para Formulação 2.....  | 79  |
| <b>Figura 3.6</b> | - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola acerola em pó para Formulação 3.....  | 80  |
| <b>Figura 4.1</b> | - Dados experimentais dos valores de ácido ascórbico em função do tempo de armazenagem para as duas formulações estudadas.....                  | 90  |
| <b>Figura 4.2</b> | - Dados experimentais dos valores de umidade em função do tempo de armazenagem para as duas formulações estudadas.....                          | 94  |
| <b>Figura 5.1</b> | - Esquema de um colorímetro de triestímulos com os elementos essenciais.....  | 101 |
| <b>Figura B.1</b> | Valores médios do parâmetro luminosidade ( $L_{\text{Hunter}}$ ) em função do tempo de armazenagem para a Formulação 1 à 15°C, 25°C e 35°C..... | 173 |

|                   |  |     |
|-------------------|--|-----|
| <b>Figura B.2</b> | Valores médios do parâmetro $a_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a Formulação 1 à 15°C, 25°C e 35°C.....               | 174 |
| <b>Figura B.3</b> | Valores médios do parâmetro $b_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a Formulação 1 à 15°C, 25°C e 35°C.....               | 175 |
| <b>Figura B.4</b> | Valores médios do parâmetro luminosidade ( $L_{\text{Hunter}}$ ) em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 1..... | 176 |
| <b>Figura B.5</b> | Valores médios do parâmetro $a_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 1...                    | 177 |
| <b>Figura B.6</b> | Valores médios do parâmetro $b_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 1...                    | 178 |
| <b>Figura B.7</b> | Valores médios do parâmetro $L_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2...                    | 179 |
| <b>Figura B.8</b> | Valores médios do parâmetro $a_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2...                    | 180 |
| <b>Figura B.9</b> | Valores médios do parâmetro $b_{\text{Hunter}}$ em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2...                    | 181 |

- Figura B.10** Valores médios do parâmetro  $L_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2... 182
- Figura B.11** Valores médios do parâmetro  $a_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2... 183
- Figura B.12** Valores médios do parâmetro  $b_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2... 185

**Tese de Doutorado:** Caracterização físico-química do suco e pó de acerola  
(*Malpighia puniceifolia*, L.).

**Autora:** Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo

**Orientadora:** Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup> Enny Therezinha Martucci

Departamento de Engenharia de Alimentos - FEA - UNICAMP

## RESUMO

Nesse trabalho foi realizado um estudo experimental de microencapsulação do suco de acerola (*Malpighia puniceifolia*, L.). Diferentes formulações elaboradas com suco de acerola, maltodextrina e goma arábica foram preparadas para a obtenção do pó de acerola. O suco de acerola microencapsulado foi obtido através da secagem por atomização com disco rotativo (20.000 rpm) e temperaturas do ar de secagem de 220°C na entrada e 90°C na saída do equipamento. Foi feita a caracterização do suco de acerola determinando-se o pH, sólidos solúveis (°Brix), ácido ascórbico, umidade, sólidos totais, acidez total, açúcares redutores, não redutores e totais e teor de polpa. A caracterização reológica das suspensões foi realizada num reômetro Haake (RV-20) e os dados ajustados pelo modelo reológico de Casson. Verificou-se que a menor viscosidade das suspensões formuladas resultam em menor tamanho das partículas formadas e maior o número de partículas esféricas, com maior formação de aglomerados. A umidade do suco de acerola microencapsulado variou de 2,51 a 7,00% base úmida. A perda de ácido ascórbico devido à secagem variou de 1,82 a 4,90%. As isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola microencapsulado foram bem ajustadas com as equações de Anderson, GAB, BET modificado e Oswin e são do tipo III de acordo com a classificação de Brunauer. Observou-se que a acerola microencapsulada é um produto de alta higroscopicidade. A perda de ácido ascórbico do pó de acerola, embalado em laminado plástico, após um ano foi de 2 a 3%. No estudo da análise instrumental da cor do produto microencapsulado verificou-se alterações influenciadas pela umidade relativa e temperatura do ambiente de armazenagem.

---

**Palavras-chave:** microencapsulação, acerola, ácido ascórbico, armazenamento, atomização, secagem.

**Doctoral thesis:** Characterization physical-chemical of the West Indian cherry (*Malpighia puniceifolia*, L.) juice and powder.

**Author:** Rossana Maria Feitosa de Figueirêdo

**Supervisor:** Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Enny Therezinha Martucci

Department of Food Engineering - FEA - UNICAMP

## SUMMARY

An experimental study for encapsulating West Indian cherry juice (*Malpighia puniceifolia*, L.) was conducted. Several formulations with West Indian cherry juice, maltodextrin and arabic gum, were prepared for the encapsulated. The microencapsulation was obtained in a spray dryer with rotating disc (20,000 rpm) and inlet air temperature of 220°C and 90°C for the exhaust. The juice was analysed to pH, soluble solids (°Brix), ascorbic acid, moisture, total solids, total acidity, reducing, no-reducing and total sugars and pulp contents. Formulated suspensions were rheologically characterized in a Haake RV-20 and data adjusted with Casson model. It was verified that lower viscosities resulted in finer particulate with greater number of spherical particulate and higher formation of agglomerates. Moisture of microencapsulated powder ranged with 2.51 to 7.00% wet basis. Ascorbic acid loss due to drying ranged within 1.82 to 4.90%. Moisture adsorption isotherms for the powder were well described by all models of Anderson, GAB, modified BET and Oswin. It was noted that microencapsulated West Indian cherry juice has high higrscopy and can be classified as Type III according to Brunauer. Loss of ascorbic acid in the powder, packed with laminated plastic, after one year, was of 2 to 3%. Instrumental color analysis of the powder showed changes dictated by environmental conditions of the temperature and relative humidity.

---

**Key words:** microencapsulation, West Indian cherry juice, ascorbic acid, storage, spray-drying.

# *Capítulo 1*

## *Introdução*

## 1.1 - INTRODUÇÃO

Tendo em vista o grande desperdício de alimentos no mundo, particularmente de frutas sazonais, existe uma grande necessidade de se otimizar o processamento de alimentos, diminuindo as perdas, viabilizando o transporte e distribuição ao longo do ano. Da escassez de pesquisas sobre microencapsulação de sucos através da secagem por atomização, veio a idéia de se trabalhar com a referida técnica, utilizando-se como material ativo a acerola (*Malpighia puniceifolia*, L.). A secagem por atomização é um método utilizado há muitos anos nas indústrias químicas, farmacêutica-bioquímica e de alimentos. Como exemplo na indústria de alimentos pode-se citar a produção em pó de leite e ovos, bebidas (café, chá e sucos), compostos aromatizantes, carnes, proteínas de fontes vegetais, frutas e vegetais, carboidratos (produtos de milho, glúten de trigo e produtos açucarados).

Em geral, a secagem por atomização é particularmente vantajosa sobre as demais técnicas devido ao seu baixo custo operacional, curto tempo de residência do material na câmara de secagem (altas temperaturas combinadas com curto tempo), onde os danos térmicos causados ao produto são minimizados.

Pós obtidos de sucos de frutas concentrados, com ou sem polpa, representam um mercado interessante. Esta forma física proporciona um produto estável, natural e facilmente reconstituído, o qual pode ser usado para dar cor e sabor aos produtos alimentícios ou farmacêuticos, além do conteúdo nutricional (BHANDARI et al., 1993).

O estudo do fruto acerola (*Malpighia puniceifolia* L.), suas diversas formas de processamento e armazenagem tem sido realizado a vários anos, este interesse é devido principalmente ao seu alto teor de vitamina C. Entretanto, não se tem conhecimento da sua secagem por atomização.

### 1.1.1 - Objetivo geral

O principal objetivo desta pesquisa é obter, a partir do suco de acerola, um produto desidratado, em forma de pó, com baixo teor de umidade e que preserve a qualidade original do produto e caracterizar sob alguns aspectos a matéria-prima e o produto final assim obtido.

#### 1.1.1.1 - Objetivos específicos

Determinar a viscosidade das suspensões e sua influência na morfologia das partículas.

Levantamento das isotermas de adsorção de umidade do pó de acerola em três temperaturas, utilizando o método gravimétrico estático.

Estudar a estabilidade do pó de acerola em embalagem flexível plástica.

Analisar instrumentalmente as alterações de cor do pó de acerola durante a armazenagem.

## 1.2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 1.2.1 - A acerola

A acerola, também conhecida como cereja das Antilhas, é largamente cultivada no oeste das Índias e partes da América do Sul. É nutricionalmente rica, possuindo um alto conteúdo de ácido ascórbico.

A fruta da aceroleira pesa aproximadamente 4 gramas, a cor varia de verde suave, quando a fruta está imatura, para amarelo-alaranjado, ou vermelho escuro brilhante dependendo do estágio de maturidade, variedade da acerola, condições do solo e tipo de fertilizante usado, e aproximadamente 80% do peso da fruta é comestível (ASENJO & MOSCOSO, 1950). Os frutos, quando maduros, deterioram rapidamente, são delicados e qualquer atrito provoca a ruptura da película e a polpa deteriora rapidamente.

Existem muitas variedades de acerola, geralmente classificadas em doces e azedas, de acordo com o sabor da fruta. As azedas possuem maior concentração de ácido ascórbico. No Brasil as variedades ainda não foram padronizadas, por isso existe grande desuniformidade nos plantios.

De acordo com ARAÚJO & MINAMI (1994), o Brasil é o maior produtor e consumidor de acerola do mundo. A região sudeste brasileira consome entre 5 e 6 mil toneladas de frutos por ano, seguida do mercado japonês e europeu, com cerca de 2,5 mil toneladas cada um, além da perspectiva do mercado norte-americano. Os autores sugeriram o uso do ácido ascórbico natural

na complementação, enriquecimento e conservação da alimentação infantil pré-processada. Ressaltaram também a importância da vitamina C como antioxidante, na preservação de frutos secos e congelados. Juntamente com ácido cítrico é efetivo na prevenção do escurecimento que ocorre durante a desidratação e congelamento de muitos frutos, como abacaxi, mamão, pitanga, maracujá, pêra e maçã. Devido a natureza perecível do fruto, não se acredita no valor da comercialização da fruta fresca no mercado.

Os japoneses comercializam um tipo de suco claro de acerola com o argumento de “vitaminas naturais”. Os alemães, principais consumidores europeus, compram o fruto como ingrediente para adicionar às marmeladas e geléias, vendidos nas lojas de produtos dietéticos. Os franceses, tem enriquecido sucos de laranja e iogurtes, inseridos no filão de “produtos para a saúde” (BENSIMON, 1991).

Pequenas quantidades adicionadas aos sucos de frutas com baixa concentração de ácido ascórbico (proporção 1: 9) poderão produzir misturas com conteúdo de ácido ascórbico bem acima da média do suco de laranja, enriquecendo os alimentos sem ter que recorrer ao uso de produtos sintéticos (ASENJO & MOSCOSO, 1950).

A acerola pode ser utilizada para fabricação de sucos (integral, concentrado e liofilizado), refrigerantes, bombons, gomas de mascar, geléias, cápsulas, néctares, compotas e outros.

Na Tabela 1.1 são encontrados os valores de concentração de ácido ascórbico em algumas frutas.

Tabela 1.1 - Concentração de ácido ascórbico em algumas frutas.

| Frutas       | Ác. ascórbico<br>(mg/100 g) | Frutas    | Ác. ascórbico<br>(mg/100 g) |
|--------------|-----------------------------|-----------|-----------------------------|
| Abacate      | 15,0                        | Limão     | 23 - 60                     |
| Abacaxi      | 27,2                        | Maçã      | 5,9 - 8,0                   |
| Acerola      | 1.000 - 4.676               | Manga     | 7,0 - 147                   |
| Amora        | 210,0                       | Mamão     | 36 - 109                    |
| Banana       | 10,0                        | Melão     | 12,5 - 58,7                 |
| Camu-camu    | 2.950                       | Melancia  | 9,0                         |
| Cabeludinha  | 706 - 2.417                 | Morango   | 41 - 81                     |
| Caju         | 147 - 548                   | Pêssego   | 18,7 - 26,8                 |
| Laranja doce | 37 - 80                     | Tangerina | 15 - 56                     |

Fonte: Adaptada de ARAÚJO & MINAMI, 1994; COUCEIRO, 1985; FRANCO, 1992; ANDRADE et al., 1991.

A acerola é preferida como fonte de vitamina C, pois apenas 50% da vitamina C sintética consegue ser absorvida pelo organismo, enquanto que 100% da natural é absorvida (ARAÚJO & MINAMI, 1994).

ITOO et al. (1990) quando compararam a concentração de ácido ascórbico da acerola, colhida em três diferentes regiões do Japão, com três diferentes níveis de maturação, verificaram que as frutas meio-maduras continham concentração de ácido ascórbico muito alta (3200 mg/ 100 g), a qual decresce com a maturação da fruta.

### 1.2.2 - Secagem

Para a secagem de suco de frutas tem-se que considerar a composição inicial, o processamento e a utilização final do pó. A escolha da técnica de secagem e aditivos também estão ligados a fatores econômicos: a liofilização é mais dispendiosa; a secagem em esteira a vácuo tem preço comparável a secagem por atomização e representa uma opção para secar produtos com alta concentração de sólidos - 60% comparado com 30-40% usados na atomização clássica (MALTINI et al., 1986).

O método de secagem de líquidos deve ser selecionado com base nas propriedades físicas e químicas do alimento para obter-se pó de alta qualidade (FURUTA et al., 1994).

#### 1.2.2.1 - Secagem por atomização

A secagem por atomização é por definição a transformação do material no estado líquido para o sólido sob forma de pó, através da dispersão de gotículas do material, contatando com ar aquecido dentro da câmara. O material a ser seco pode estar sob forma de solução, suspensão ou pasta e o resultado será, partículas isoladas, grânulos ou aglomerados; estas formas dependem das propriedades físicas e químicas do material, do projeto e operação do secador (MASTERS, 1972).

A qualidade dos produtos obtidos por atomização depende das características do atomizador e da transferência de calor e massa entre o ar aquecido e as gotículas na câmara de secagem. O líquido é dispersado, através de

alta pressão ou força centrífuga, para aumentar sua área superficial e expor as gotículas de pequeno diâmetro ao ar de secagem a altas temperaturas. Este líquido atomizado geralmente tem diâmetro de 10-200  $\mu\text{m}$  e o tempo de secagem é de 5-30 segundos, sendo muito menor do que em outros sistemas de secagem tais como tambor rotativo, bandeja e secador rotativo. Quando o material a ser seco contém grande quantidade de água (por exemplo, 50-60% base úmida), a temperatura das gotículas durante a secagem não excede 60-70°C (FURUTA et al., 1994).

A dispersão das gotículas na corrente do ar de secagem, constitui um dos processos mais importantes utilizados para secar alimentos sob as formas anteriormente descritas, incluindo produtos lácteos, sucos de frutas e extratos de chá e café. Devido a elevada relação superfície/massa e a alta temperatura de secagem, conseguem-se tempos de secagem muito curtos; o produto assim obtido é um pó, que deve reunir características como facilidade de reconstituição, degradação mínima dos constituintes e sabor agradável (SCHWARTZ, 1989).

Segundo BHANDARI et al. (1993) poucas técnicas de secagem são adequadas para a produção de pós de sucos de frutas sem aditivos. Provavelmente apenas o suco de tomate sem aditivos é seco por atomização, usando baixa temperatura e atomizadores especiais. Para muitos outros frutos, a secagem por atomização requer a adição de dispositivos especiais na câmara do secador (paredes resfriadas, ar secundário de resfriamento e varredura). As temperaturas de entrada e saída do ar são geralmente as principais variáveis que controlam a umidade no pó. Com sucos de frutas, a natureza e a concentração de sólidos no suco e o tipo de aditivo têm que ser também considerados. Os autores salientaram que a presença de substâncias ácidas em materiais a serem secos

parece ser um parâmetro a considerar. Por exemplo suco de laranja ou soro de leite ácido são mais difíceis de secar do que o mesmo material com menor acidez. Os autores ao estudarem a secagem por atomização verificaram que o suco de damasco, o qual possui acidez menor do que o suco de framboesa necessita de menor concentração de aditivo.

Sabe-se que durante este processo, de acordo com as condições de operação e características do produto, pode-se ter perda de aromas. A concentração de sólidos, a viscosidade e a composição química do material líquido utilizado, tem influência significativa no resultado obtido no processo de secagem (SCHWARTZ, 1989).

Uma das qualidades mais importantes do pó obtido dos extratos de café e chá e de sucos de frutas é o aroma retido.

Os ácidos tartárico, cítrico e málico com concentrações superiores a 10% do total de matéria seca causam dificuldades na reconstituição do pó (SENOUSSI, 1991).

#### 1.2.2.2 - Concentração na alimentação do secador

Na secagem por atomização, usualmente o líquido é concentrado, para aumentar a concentração de sólidos para 20-50%, antes da secagem. Mas em alguns alimentos concentrados o valor da viscosidade pode aumentar exponencialmente dificultando a atomização. Em líquidos altamente viscosos o tamanho das gotículas aumenta, podendo ocorrer adesão das partículas úmidas

nas paredes da câmara devido a parede ficar a altas temperaturas (FURUTA et al., 1994).

A viscosidade do líquido está relacionada com a concentração inicial de sólidos, que tem influência sobre a qualidade final do pó, em especial a retenção de aromas. O aumento da concentração de sólidos dissolvidos com a incorporação de maltodextrina traduz-se em diminuição da difusão dos voláteis para o ar de secagem. A formação de película seca em torno da gotícula é tanto mais rápida quanto maior a concentração de sólidos dissolvidos. Devido ao alto coeficiente de transferência de massa, que tem lugar durante o processo, a capa seria formada instantaneamente. A difusão dos componentes voláteis através dessa capa seca externa é muito baixa, contribuindo, portanto, para a retenção dos voláteis (SCHWARTZ, 1989).

A viscosidade é um fator limitante para a seleção do processo de atomização. No caso de líquidos de alta consistência ou pastas, o sistema de atomização por disco é o mais adequado para dispersar o líquido na câmara de secagem. A viscosidade determina o mecanismo de formação das gotas e o tamanho destas (SCHWARTZ et al., 1984).

ALEXANDER & KING (1985) estudando o efeito da concentração da lactose na secagem, verificaram que nas soluções de açúcar de baixo peso molecular existe uma tendência pequena ou nenhuma para desenvolver dobras na superfície das partículas. O aumento na concentração de sólidos do leite desnatado mostrou um decréscimo aparente na largura e profundidade média das dobras superficiais.

### 1.2.3 - Microencapsulação

A microencapsulação é um processo físico de envolvimento de partículas sólidas, de gotículas de líquido ou de gases com uma membrana fina de revestimento (material de parede), que serve para proteger o material ativo de fatores que possam causar deterioração ou para estabilizar e permitir a liberação controlada de componentes do núcleo sob determinadas condições (ROSENBERG et al., 1990). Por exemplo materiais higroscópicos podem ser protegidos da umidade e a estabilidade de produtos voláteis ou sensíveis ao calor, luz e oxidação podem ser mantidos (SHAHIDI & HAN, 1993).

A microencapsulação pode reter os voláteis e o aroma de componentes dos produtos alimentícios. A escolha da técnica de microencapsulação a ser empregada depende das propriedades físicas e químicas do material a ser encapsulado, tamanho desejado das microcápsulas, tipo de aplicação e mecanismo de liberação dos componentes do material ativo (JACKSON & LEE, 1991).

A utilidade geral da microencapsulação é a de manusear líquidos como sólidos, separar componentes numa mistura de sólidos, reduzir a volatilidade do material, proporcionar proteção do ambiente aos componentes do núcleo, alterar as propriedades da superfície, controlar a liberação dos componentes, reduzir a volatilidade ou inflamabilidade de líquidos, e mascarar o sabor amargo de alguns compostos (BAKAN, 1978).

O processo para a microencapsulação de componentes alimentícios envolve inicialmente a mistura do material ativo e do material de parede através de meios mecânicos (TODD, 1970).

Os processos de microencapsulação incluem a secagem por atomização, extrusão, recobrimento em leito fluidizado, secagem com resfriamento, co-cristalização e extrusão centrífuga. Os processos de microencapsulação envolvendo técnicas físicas e químicas são coacervação, envolvimento com lipossomas e encapsulação molecular. A polimerização interfacial é um método químico para envolvimento de componentes de materiais alimentícios (KONDO, 1989).

Vários produtos alimentícios têm sido encapsulados, entre os quais ácidos, bases, aminoácidos, corantes, enzimas, microorganismos, aromas, gorduras, óleos, vitaminas, minerais e adoçantes.

A encapsulação através da secagem por atomização é um dos melhores métodos conhecidos e econômicos de obter microencapsulados a partir de soluções, emulsões e suspensões. Nesse método um gás, líquido ou sólido é uniformemente aprisionado dentro de uma matriz de recobrimento (KING et al., 1976).

De acordo com DZIEZAK (1988), a encapsulação através da secagem por atomização é a técnica mais utilizada na indústria alimentícia.

### 1.2.3.1 - Microcápsulas

As microcápsulas com diâmetro variando de 5 a 5000 $\mu$ , podem ser esféricas, oblongas ou de forma irregular, monolíticas ou agregadas, e podem ter paredes simples ou múltiplas (BALASSA & FANGER, 1971; SPARKS, 1985).

O uso de microcápsulas em alimentos representa geralmente um componente para ser usado em misturas. Existem muitos tipos de substâncias microencapsuladas usadas como aditivos alimentícios, alguns no desenvolvimento e produção de aromas artificiais ou naturais e especiarias. O uso de microcápsulas pode melhorar ou alterar as propriedades sensoriais, nutricionais e aparência dos alimentos, e também pode ser aplicado como preservante (VERSIC, 1988).

A escolha do material de parede depende das propriedades físicas e químicas do material ativo, dos processos usados para formar as microcápsulas e das propriedades desejadas nas microcápsulas. A espessura da parede pode ser controlada para alterar a permeabilidade e estabilidade das microcápsulas. O conteúdo das microcápsulas é liberado através de uma série de métodos, tais como: mecânicos, por exemplo, através da mastigação; fusão, por exposição ao calor ou solubilização quando colocados em solventes (JACKSON & LEE, 1991).

A concentração do material de parede pode variar de 1 a 70% do peso das microcápsulas, mas nas aplicações comerciais normalmente varia de 3 a 30%, o que corresponde a uma espessura da película seca variando de 1-200 $\mu$ ,

dependendo da área superficial do material a ser encapsulado e outras características físicas do sistema (BAKAN, 1973).

#### 1.2.3.1.1 - Caracterização das microcápsulas

A caracterização das microcápsulas pode ser efetuada através de meios químicos, físicos, físico-químicos e sensoriais. A estrutura das microcápsulas pode ser observada diretamente através de várias técnicas (microscopia eletrônica, absorção ultra-sônica, ressonância magnética nuclear, etc.). Cada técnica tem suas vantagens e desvantagens.

Através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) pode-se estudar os efeitos da composição do material de parede e condições de secagem sobre a estrutura das microcápsulas, observar como o núcleo do material está organizado na matriz sólida, verificar a existência de vazios na microcápsula, e como estas microestruturas são afetadas pela concentração de sólidos da emulsão atomizada e pela temperatura do ar de secagem; também pode ser usada para determinar a capacidade de encapsulamento de vários polímeros, através do grau de integridade e porosidade das microcápsulas (SHAHIDI & HAN, 1993).

ROSENBERG et al. (1985) observaram a superfície das microcápsulas através do MEV, na qual a maltodextrina (DE 20) foi utilizada como material de parede para encapsular o metil-lantranilato, e verificaram que as partículas eram muito porosas, apresentando muitas crateras e fendas.

Uma série de experimentos foram feitos para se estudar o efeito da composição de alimentos sobre a morfologia superficial da partícula e verificou-

se que existe uma relação crítica entre componentes de alto e baixo peso molecular acima da qual as partículas com dobras na superfície podem ser obtidas e abaixo da qual superfícies lisas ocorrem (ALEXANDER & KING, 1985).

#### 1.2.4 - Material de parede

Material de cobertura, também referido como cápsula, material de parede ou membrana, são representados por uma grande variedade de polímeros naturais ou películas sintéticas (BAKAN, 1978; SPARKS, 1985).

A alta higroscopicidade e termoplasticidade natural dos pós obtidos de sucos de frutas causam problemas tais como: adesão nas paredes do secador, dificuldade de manuseio, endurecimento, etc. Por isso, o uso de aditivos para facilitar a secagem e melhorar as propriedades para o transporte e armazenagem dos pós é, praticamente, inevitável (BHANDARI et al., 1993).

De acordo com KING et al. (1976) para um material de parede ter desempenho adequado deverá preencher as seguintes condições:

- proteger o núcleo ativo da oxidação, luz e umidade durante a vida de prateleira,
- impedir a perda dos componentes voláteis e
- ter capacidade para envolver o material ativo, resultando um pó de escoamento livre com facilidade de manuseio e incorporação dentro de misturas alimentícias secas.

Para preencher estas condições o material de parede deve ter as seguintes propriedades:

- capacidade para estabilizar a emulsão inicial,
- formação de película,
- baixa higroscopicidade,
- baixa viscosidade,
- capacidade para liberar o núcleo ativo na reconstituição e
- custo relativamente baixo.

Uma das principais variáveis que influenciam a retenção dos voláteis do aroma durante a secagem por atomização é o material de parede (BANGS & REINECCIUS, 1988).

O material de parede geralmente utilizado nos produtos alimentícios são carboidratos (amidos hidrolizados, amidos lipofílicos e exsudato de plantas) e proteínas; podem estar em qualquer estado físico: líquido, sólido, dispersão em líquidos ou emulsões complexas (BAKAN, 1978).

Os que têm como base proteínas apresentam algumas desvantagens: baixa solubilidade em água fria e maior custo. Já os polímeros derivados de carboidratos podem superar estes atributos negativos. Os amidos simples hidrolizados tem sido usado extensivamente para produzir microcápsulas de aromatizantes secos. De baixo custo, funcionais, os amidos dextrinizados lamentavelmente exibem uma deficiência maior: a incapacidade para formar uma emulsão aquosa estável na incorporação do aroma. Este defeito tem sido superado através do desenvolvimento dos amidos lipofílicos (BANGS & REINECCIUS, 1988).

Nenhum dos materiais de parede citados apresentam todas as características desejáveis. Isoladamente apresentam vantagens e desvantagens, sendo geralmente utilizadas misturas dos mesmos.

Tabela 1.2 - Material de parede

---

Carboidratos: amidos, maltodextrinas, xaropes de milho, dextranas, sacarose e ciclodextrinas

---

Celuloses: carboximetilcelulose, metilcelulose, etilcelulose, nitrocelulose, acetilcelulose, celulose acetato-ftalato, celulose acetato- butilato-ftalato

---

Gomas: goma acácia, agar, alginato de sódio, carragena

---

Lipídios: ceras, parafina, cera de abelha, diglicerídeos, monoglicerídeos, óleos e gorduras

---

Proteínas: glúten, caseínas, gelatinas, albuminas, hemoglobinas, peptídios

---

Fonte: SHAHIDI & HAN (1993).

#### 1.2.4.1 - Goma arábica

Goma acácia, comumente chamada goma arábica, é um colóide vegetal obtido da exsudação dos troncos e ramos de uma planta leguminosa da família Acácia (THEVENET, 1988).

A goma acácia é um polímero composto principalmente de ácido D-glucurônico, L-raminose, D-galactose e L-arabinose, com cerca de 5% de proteína responsável pela propriedade emulsificante da goma. Uma propriedade interessante e única desta goma é sua baixa viscosidade em soluções aquosas. Muitas outras gomas produzem soluções com alta viscosidade em concentrações

tão baixas como 1%. Embora os amidos modificados sejam superiores a goma acácia na estabilidade da emulsão, esta serve para produzir emulsões mais ou menos estáveis. Comparada com a maltodextrina, a goma acácia dá retenção de aromas superior durante a secagem. A proteção contra a oxidação dos aromas através da goma acácia varia de acordo com a sua fonte (SHAHIDI & HAN, 1993).

Embora este polissacarídeo tenha sido historicamente usado como o material de parede preferencial, devido as flutuações na sua eficácia e aumento nos custos, escolhas alternativas têm sido examinadas (KING et al., 1976).

A goma acácia não é tão eficaz quanto a mistura amido modificado/sólido de xarope de milho e inferior as misturas das gomas West African (REINECCIUS, 1991).

Nas indústrias de aromas as gomas arábicas são usadas como estabilizantes e emulsificantes para preparar concentrados para bebidas e como agente de encapsulação para produzir aromas sob forma de pó, garantindo efetiva proteção contra oxidação, hidrólise e outras reações químicas induzidas pela temperatura, pH, etc. As vantagens da goma arábica com relação as suas propriedades físicas são: alta solubilidade em água (acima de 50%), estabilidade em acidez média ( $\text{pH} > 3$ ), adesividade e formação de película (THEVENET, 1988).

#### 1.2.4.2 - Maltodextrinas

O FDA (Food and Drug Administration) estabelece a fórmula da maltodextrina  $((C_6H_{12}O_5)_n H_2O)$  como um polímero sacarídeo nutritivo não doce que consiste de unidades D-glicose ligadas principalmente a cadeias  $\alpha$  1-4, apresenta-se em forma de pó branco ou solução concentrada e é produzido pela hidrólise parcial do amido de milho com ácidos e/ou enzimas. É definido pela dextrose equivalente (DE), que é a medida do grau de hidrólise da molécula de amido. Depois da hidrólise o material é filtrado para remover insolúveis e seco (KENYON & ANDERSON, 1988).

Quando o amido hidrolizado tem dextrose equivalente (DE) com um valor menor do que 20, é chamado de maltodextrina. Se a DE é igual ou maior do que 20, é chamado de sólido de xarope de milho. Estes dois derivados aumentam a viscosidade da emulsão com alta concentração de sólidos (REINECCIUS, 1991).

De acordo com KENYON & ANDERSON (1988) as propriedades funcionais da maltodextrina são:

**Estabilização da emulsão** - Maltodextrinas e sólidos de xarope de milho não têm uma capacidade emulsificante (propriedades lipofílicas e hidrofílicas), por isso são usualmente combinados com outros materiais emulsificantes, tais como a goma arábica ou amidos especialmente modificados para obter a necessária estabilidade da emulsão. A concentração do agente emulsificante variará em função de sua capacidade emulsificante, da concentração de material ativo a ser encapsulado, do processo de produção usado e da estabilidade desejada.

**Propriedade de formação de película** - Na encapsulação a qualidade do produto final é afetada pela capacidade do material de parede formar película em torno do material ativo e de sua capacidade para protegê-lo.

**Higroscopicidade** - Maltodextrinas com DE baixo não são muito higroscópicas, mas o custo é maior; materiais encapsulados com estes produtos dão pós com escoamento livre. A higroscopicidade aumenta com o aumento da DE.

**Viscosidade** - A viscosidade e a solubilidade podem ser as duas mais importantes características de um material encapsulante. O aumento dos sólidos na alimentação do secador com relação constante sólidos/produto pode aumentar a eficiência econômica da operação. A viscosidade das soluções com maltodextrinas e dos sólidos de xarope de milho é baixa e decresce com o aumento da DE.

**Liberção do aroma** - Aromas encapsulados encontram aplicação em toda a indústria de alimentos. Maltodextrinas e sólidos de xarope de milho tem excelente solubilidade em água fria e seu uso no encapsulamento de aromas proporciona uma rápida liberação dos mesmos, principalmente quando aplicados para bebidas.

**Baixo custo** - Maltodextrinas e sólidos de xarope de milho custam menos do que quase todos os outros materiais encapsulantes.

Quando a emulsão com maltodextrina e óleo de laranja é seca por atomização a retenção dos compostos voláteis geralmente varia de 70 a 85%, dependendo dos parâmetros de operação do secador. Os sólidos de xarope de

milho tem desempenho menor e o nível de retenção mais freqüente está entre 65 e 80%. A razão para a menor retenção destes dois agentes de encapsulação é freqüentemente citada como a pequena capacidade de formação de película. O material de parede deve formar uma película em torno das góticulas e efetivamente reter o aroma do óleo durante o processo de secagem enquanto a água evapora (REINECCIUS, 1991).

A relação máxima suco de fruta/maltodextrina varia de acordo com cada tipo de suco, pois é função da estrutura química dos carboidratos presentes nos sucos. Em estudos comparativos observaram-se diferentes comportamentos para diferentes carboidratos: uma proporção de no mínimo 50% de maltodextrina com DE 12 foi requerida para secagem de frutose, 35% para glicose e nenhum para sacarose (BHANDARI et al., 1993).

A maltodextrina é muito usada na microencapsulação por ter baixo custo, baixa higroscopicidade e ser muito estável quando possui alta dextrose equivalente (DE), garantindo um tempo longo de armazenagem sem necessidade da adição de antioxidantes. Mas possui desvantagens tais como: pobre capacidade para formar filme e pobre retenção dos voláteis (ANANDARAMAN & REINECCIUS, 1986).

REINECCIUS (1991) avaliou combinações de maltodextrina e goma arábica e verificou que misturas contendo 60% de maltodextrina e 40% de goma arábica podem ser usadas para encapsular aromas e oferecer excelente estabilidade contra a oxidação. Esse tipo de mistura, além de oferecer um custo menor, possui as propriedades desejáveis da goma arábica.

#### 1.2.4.3 - Capsul

De acordo com REINECCIUS (1991), o amido hidrolizado não oferece propriedade emulsificante, para tal deve conter os grupamentos lipofílicos e hidrofílicos, mas o amido é apenas hidrofílico. Diante deste fato foram realizadas pesquisas para modificar quimicamente os amidos incorporando um componente lipofílico.

A National Starch e a Chemical Corporation trabalharam durante anos com amidos modificados para substituir a goma arábica, mas a principal inovação veio da National Starch quando reagiu o amido polimérico com um grupamento lipofílico. O amido modificado resultante desta pesquisa, denominado comercialmente Capsul, tem excelente propriedade emulsificante, para os óleos cítricos, óleos vegetais e uma grande variedade de misturas com aromatizantes, estabilizando-as para uma secagem eficiente por atomização (KING et al., 1976).

O amido modificado proporciona excelente retenção de componentes voláteis durante a secagem por atomização e pode ser usado com alta concentração de sólidos; a solução é substancialmente menos viscosa do que a da goma arábica e desta forma pode ser usado em concentrações maiores de sólidos no alimento. O uso da goma arábica é geralmente limitado em cerca de 35% da concentração de sólidos do alimento, enquanto que os amidos modificados podem tipicamente ser usados em concentrações de aproximadamente 50% (REINECCIUS, 1991).

O Capsul tem capacidade para formar mistura com baixa consistência, e a união, aglomeração e localização na superfície (formando película) da fase

insolúvel em água, antes da secagem, serão evitadas. A maior estabilização da mistura e a formação de crosta na secagem são as propriedades particularmente vantajosas do Capsul na maximização de componentes do núcleo e minimização deste na superfície, durante a secagem por atomização (KING et al., 1976).

O principal defeito do amido modificado é a falta de proteção contra a oxidação durante a armazenagem.

## 1.3 - MATERIAL E MÉTODOS

### 1.3.1 - Matéria-prima

Foram utilizados como matérias-primas para compor as formulações a serem secas o suco de acerola comercial (Dafruta), maltodextrina com DE 20 (MOR-REX<sup>®</sup> 1920 - Refinações Milho Brasil Ltda.) e goma arábica em pó pura (Synth).

### 1.3.2 - Formulações

Testes preliminares foram realizados para definir o suco de acerola, material de parede e temperaturas a serem utilizadas. Testes usando suco de acerola concentrado foram realizados sem sucesso, também estudou-se combinações de temperatura na entrada e saída da câmara de secador. Formulações incorporando capsul foram elaboradas, mas análise sensorial preliminar desaprovou o uso deste material de parede, pois alterou o sabor e aroma.

Baseado nos resultados dos testes preliminares três formulações foram elaboradas variando-se as concentrações dos materiais encapsulantes. Na Tabela 1.3 encontram-se as concentrações do suco de acerola e materiais de parede (maltodextrina e goma arábica) utilizadas para compor as suspensões e conseqüentemente a obtenção das microcápsulas.

### 1.3.3 - Preparo das suspensões

As suspensões foram preparadas através da homogeneização dos componentes até completa dissolução do material de parede utilizando-se um agitador mecânico (Fisaton-80W) na velocidade máxima.

Tabela 1.3 - Formulações utilizadas para o estudo da matéria-prima e produção do suco de acerola em pó.

| Formulação<br>(nº) | Concentração (%) |               |              |
|--------------------|------------------|---------------|--------------|
|                    | Suco de acerola  | Maltodextrina | Goma arábica |
| 1                  | 80,0             | 15,0          | 5,0          |
| 2                  | 82,5             | 15,0          | 2,5          |
| 3                  | 90,0             | 7,5           | 2,5          |

#### 1.3.4 - Processamento

Na Figura 1.1 é mostrado o fluxograma das operações utilizadas no processamento.

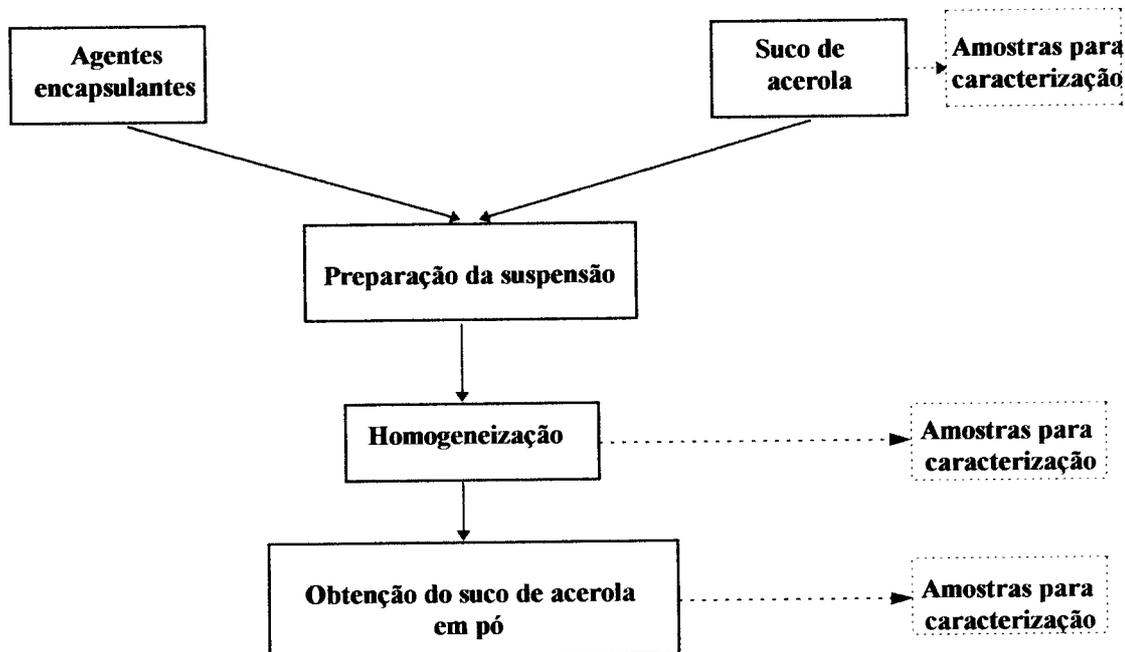


Figura 1.1 - Fluxograma das etapas realizadas para obtenção do suco de acerola em pó.

## 1.3.5 - Secagem

As secagens das formulações foram realizadas usando o secador por atomização (NIRO-ATOMIZER) esquematizado na Figura 1.2. Este secador consiste de uma parte superior cilíndrica com diâmetro de 1.320 mm e altura de 1.000 mm; uma parte inferior tronco cônica com altura de 820 mm, diâmetro inferior de 300 mm e ângulo de 60°. Foi utilizado disco rotativo a uma rotação de 20.000 rpm e temperaturas do ar de secagem de 220°C e 90°C, na entrada e saída do equipamento, respectivamente.

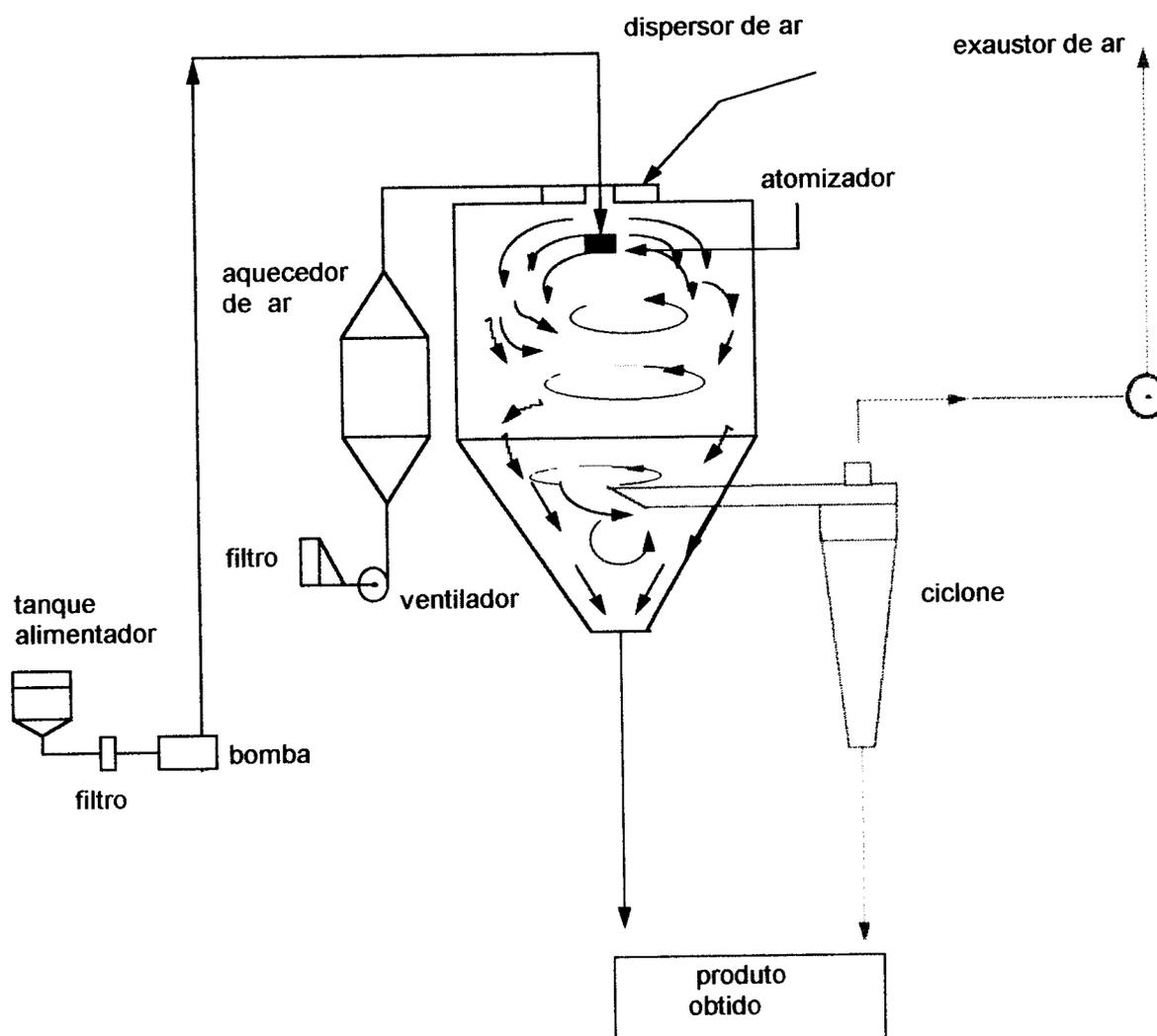


Figura 1.2 - Diagrama esquemático de um secador por atomização com disco centrífugo (MASTERS, 1972)

### 1.3.6 - Caracterização do suco de acerola (matéria-prima)

#### 1.3.6.1 - pH

O pH foi determinado por meio de um potenciômetro (TE-902 DIGIMED), previamente calibrado com soluções de pH 7,0 e 4,0, de acordo com a temperatura dos padrões e amostras.

#### 1.3.6.2 - Sólidos solúveis (°Brix)

O °Brix foi determinado através da leitura direta no refratômetro tipo Abbe.

#### 1.3.6.3 - Ácido ascórbico

Segundo o método nº 43.065 da A.O.A.C. (1984) modificado por BENASSI (1990), onde substitui-se o ácido metafosfórico por ácido oxálico.

#### 1.3.6.4 - Umidade e Sólidos totais

Método nº 13.6.4 do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (LARA et al., 1976). Os resultados foram expressos em porcentagem (p/p).

#### 1.3.6.5 - Acidez total titulável

Método nº 22.038 da A.O.A.C. (1984). Os resultados foram expressos em porcentagem de ácido málico (v/v).

#### 1.3.6.6 - Açúcares redutores e não redutores

Método descrito pela A.O.A.C. (1984). Os resultados foram expressos em porcentagem (p/p).

#### 1.3.6.7 - Açúcares totais

Soma dos redutores e não redutores. O resultado foi expresso em porcentagem (p/p).

#### 1.3.6.8 - Teor de polpa

O teor de polpa foi determinado em triplicata utilizando uma centrífuga refrigerada, modelo Spin VI - Incibrás, à 20°C durante quinze minutos a 5.000 rpm (REDD et al., 1986). O resultado foi expresso em porcentagem (p/p).

#### 1.3.7 - Caracterização da suspensão

##### 1.3.7.1 - Reologia

Apresentada no Capítulo 2.

#### 1.3.8 - Caracterização do suco de acerola em pó

##### 1.3.8.1 - Umidade

Foi determinada pela desidratação da amostra (1-2 g) em estufa a vácuo ( $70 \pm 1^\circ\text{C}$ ) até peso constante.

#### 1.3.8.2 - Ácido ascórbico

Foi determinado na amostra reconstituída de acordo com o Método nº 43.065 (A.O.A.C., 1984) modificado por BENASSI (1990), onde substitui-se o ácido metafosfórico por ácido oxálico.

#### 1.3.8.3 - Morfologia

Apresentada no Capítulo 2.

#### 1.3.8.4 - Isotermas de adsorção

Apresentada no Capítulo 3.

#### 1.3.8.5 - Armazenamento

Apresentado no Capítulo 4.

#### 1.3.8.6 - Análise instrumental da cor

Apresentada no Capítulo 5.

## 1.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 1.4.1 - Caracterização do suco de acerola (matéria-prima)

Quando se trabalha com frutas ou produtos de frutas é esperado encontrar variações na sua composição química e física, pois vários fatores interferem nos seus valores, tais como: condições climáticas, maturação, processamento e armazenagem.

Na Tabela 1.4 são apresentados os valores médios, obtidos a partir de três repetições, das análises químicas e físicas do suco de acerola utilizado neste trabalho.

Tabela 1.4 - Caracterização do suco de acerola (valores médios).

| Suco de acerola                 |         |
|---------------------------------|---------|
| pH                              | 3,5     |
| Sólidos solúveis (°Brix)        | 5,4     |
| Densidade (kg/m <sup>3</sup> )  | 1.022,3 |
| Teor de polpa (%)               | 64,98   |
| Açúcares totais (%)             | 2,53    |
| Açúcares redutores (%)          | 1,89    |
| Açúcares não redutores (%)      | 0,64    |
| Ác. ascórbico (mg/100g de suco) | 745,87  |
| Acidez total (%)                | 1,07    |
| Umidade (% B.U.)                | 92,9    |
| Sólidos totais (%)              | 7,1     |

Os dados da Tabela 1.4 estão próximos dos valores encontrados por diversos autores (MATSUURA, 1994; OLIVA, 1995).

Antes de cada secagem foram determinados os valores médios do ácido ascórbico, a fim de determinar a perda deste elemento durante o processo (Tabela 1.5).

Tabela 1.5 - Valores médios do ácido ascórbico do suco de acerola determinados antes da secagem (\*).

| Formulação<br>(nº) | Ácido ascórbico<br>(mg/100 g de suco) |
|--------------------|---------------------------------------|
| 1                  | 721,48                                |
| 2                  | 724,12                                |
| 3                  | 792,01                                |

(\*). média de três repetições.

#### 1.4.2 - Caracterização do suco de acerola em pó

Na Tabela 1.6 são mostrados os valores médios iniciais da umidade e ácido ascórbico do pó de acerola produzido das diferentes formulações. Também são apresentadas a concentração de acerola por cem gramas de pó e a porcentagem de perda de ácido ascórbico, devido ao processo de secagem.

Observa-se na Tabela 1.6 que quanto maior a quantidade de material de parede incorporado às formulações, menor é a umidade do pó produzido. Este tipo de comportamento era esperado uma vez que com o aumento da concentração de sólidos, a umidade inicial da suspensão é menor e

consequentemente a umidade no pó também será menor. Com relação ao ácido ascórbico verifica-se que, numericamente, quanto maior a quantidade de material de parede menor a quantidade de ácido ascórbico, mas a relação entre a quantidade de ácido ascórbico em 100 gramas de pó e a concentração de acerola são equivalentes. Então, baseado nos valores de perda de ácido ascórbico observa-se que quanto maior a quantidade de material de parede incorporado as formulações maior a proteção dada ao material ativo.

Tabela 1.6 - Caracterização inicial do pó de acerola para as diferentes formulações.

| Formulação<br>(nº) | Umidade<br>(% B.U.) | Ácido ascórbico<br>(mg/100 g de pó) | Concentração de<br>acerola<br>(g/100 g de pó) | Perda de ácido<br>ascórbico<br>(%) |
|--------------------|---------------------|-------------------------------------|---|------------------------------------|
| 1                  | 2,51                | 2.207                               | 22,12   | 1,82                               |
| 2                  | 3,13                | 2.480                               | 25,09   | 3,09                               |
| 3                  | 7,00                | 4.136                               | 38,99   | 4,90                               |

# *Capítulo 2*

*Influência da viscosidade das suspensões na  
morfologia do particulado de suco de  
acerola em pó*

## 2.1 - INTRODUÇÃO

Vários pesquisadores microencapsularam diversos materiais, como óleo essencial de laranja com solução de maltodextrina, verificando a importância da viscosidade da emulsão e solução na formação das gotículas e morfologia das partículas (CHUMPITAZ, 1995; RÉ & HIGA, 1995; ASCHERI, 1997).

As microcápsulas com diâmetro variando de 5 a 5000 $\mu$ , podem ser esféricas, oblongas ou de forma irregular, monolíticas ou agregadas, e podem ter paredes simples ou múltiplas (BALASSA & FANGER, 1971; SPARKS, 1985).

A retenção dos voláteis e a proteção de um produto microencapsulado está relacionado com a porosidade e grau de integridade das microcápsulas e por sua vez as propriedades de escoamento das microcápsulas estão ligadas à estrutura e à morfologia externa das partículas (ROSEMBERG et al., 1985).

A reologia é a ciência que estuda a relação entre a deformação de um fluido e a força nele aplicada (VAN WAZER et al., 1963). Segundo CÁNOVAS (1996) é o estudo da maneira pela qual certos materiais respondem a uma força ou tensão sobre eles aplicada.

As propriedades reológicas são muito importantes na engenharia de processos de alimentos, sendo essenciais nos projetos de plantas industriais, envolvendo dimensionamento de bombas, tubulações, válvulas, operações de misturas e nos cálculos de transferência de calor, massa e movimento (SZCZESNIAK, 1977).

São também usadas na caracterização e composição de alimentos, na análise de mudanças estruturais ocorridas antes, durante e após o processamento, bem como no controle de qualidade destes materiais (CÁNOVAS, 1996; ESCHER, 1983).

### 2.1.1 - Objetivo

O objetivo deste capítulo foi determinar a viscosidade das três diferentes suspensões utilizadas nos experimentos e observar a sua influência na morfologia das partículas após a secagem por atomização.

## 2.2 - REVISÃO DE LITERATURA

O campo da reologia estende-se desde a mecânica de fluidos newtonianos até a elasticidade de Hooke, ou seja, a região que compreende este campo é a deformação e o escoamento de todos os materiais pastosos e suspensões (BIRD et al., 1960). Dentro de uma classificação reológica mais ampla, os fluidos são usualmente subdivididos em:

**Newtonianos** - são os fluidos que apresentam uma relação linear entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento, ou seja, a viscosidade é constante e a equação matemática que descreve seu comportamento é dada por:

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (2.1)$$

Onde:

$\tau$  = Tensão de cisalhamento (N.m<sup>-2</sup> = Pa)

$\dot{\gamma}$  = Taxa de deformação (s<sup>-1</sup>)

$\eta$  = Viscosidade absoluta (Pa.s)

**Não-newtonianos** - todos os fluidos que não exibem o comportamento descrito pela Equação 2.1 são chamados de não-newtonianos. A relação entre a taxa de deformação e tensão de cisalhamento pode não ser constante, dependendo do tempo de observação ou de forças de recuperação elástica.

Dentre os fatores que afetam as propriedades de escoamento dos fluidos alimentícios podem ser citados:

- Efeitos químicos
- Efeitos físico-químicos (o pH influencia a viscosidade)
- Efeitos físicos (temperatura - a viscosidade diminui com o aumento da temperatura; teor de sólidos - o aumento do teor de sólidos e diminuição da fase líquida resulta num aumento do valor residual mínimo; distribuição do tamanho da partícula - se a temperatura e a relação sólido/líquido são mantidas constantes, pode-se observar que a distribuição do tamanho da partícula tem efeito importante nas propriedades de escoamento; umidade).
- Degradação enzimática

A viscosidade de materiais fluidos pode ser significativamente afetada por variáveis como taxa de deformação, temperatura, concentração, pressão e tempo de cisalhamento (BARNES et al., 1989).

O efeito da temperatura sobre a viscosidade foi verificado por SÁENZ & COSTELL (1986) ao estudar suco de limão clarificado, não clarificado e triturado, onde concluíram que a consistência e o grau de fluidez destes sucos diminuem com a temperatura.

SARAVACOS et al. (1970) fizeram medidas em sucos e purês de frutas na faixa de temperatura de 20 a 70°C. Para suco de maçã despectinizado observaram comportamento newtoniano em todas as concentrações estudadas e os valores de viscosidade decrescem consideravelmente a altas temperaturas. Sucos de maçã não clarificado e de laranja, passaram de comportamento

newtoniano para pseudoplástico em concentrações maiores do que 50 e 20 °Brix, respectivamente. A temperatura tem menor efeito na viscosidade de sucos não clarificados do que em sucos clarificados. A viscosidade aparente de purês de frutas (fluidos pseudoplásticos) decresceu ligeiramente a altas temperaturas.

A viscosidade de alimentos fluidos aumenta com a concentração de sólidos solúveis

### 2.2.1 - Modelos reológicos

Os modelos reológicos são úteis para relacionar propriedades reológicas de um fluido com grandezas práticas como concentração, temperatura, pH, índice de maturação, etc. (BEZERRA, 1997).

Numerosas equações empíricas ou modelos têm sido propostos para expressar a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Entre os modelos existentes o de Casson, Herschel-Bulkley e Mizrahi-Berk freqüentemente são utilizados com sucesso para diversos tipos de sucos e purês. Na Tabela 2.1 estão relacionados alguns trabalhos utilizando estes modelos.

Tabela 2.1 - Referências utilizando modelos reológicos de Casson, Herschel-Bulkley e Mizrahi-Berk.

| PRODUTO                  | MODELO           | R <sup>2</sup> | REFERÊNCIA               |
|--------------------------|------------------|----------------|--------------------------|
| Suco conc. de laranja    |                  | 0,97-0,99      |                          |
| Suco conc. de maracujá   | Casson           | 0,99           | GEHRKE (1996)            |
| Suco conc. de caju       |                  | 0,99           |                          |
| Suco conc. de limão      |                  | 0,99           |                          |
| Suco conc. de laranja    |                  |                |                          |
| Suco conc. de maracujá   | Herschel-Bulkley | 0,99           | GEHRKE (1996)            |
| Suco conc. de caju       |                  |                |                          |
| Suco conc. de limão      |                  |                |                          |
| Suco conc. de laranja    |                  |                | BRANCO (1995)            |
| Suco integral de manga   | Mizrahi-Berk     | 0,99           | BEZERRA (1997)           |
| Suco integral de abacaxi |                  |                | QUEIROZ et al.<br>(1996) |

Modelo de Casson (CASSON, 1959)

$$\tau^{1/2} = K_{oc} + K_c \dot{\gamma}^{1/2}$$

onde:

$\dot{\gamma}$  = Taxa de deformação (s<sup>-1</sup>)

$\tau$  = Tensão de cisalhamento (N.m<sup>-2</sup> = Pa)

$K_{oc}^2 = \tau_{oc}$  = Tensão de cisalhamento inicial (N.m<sup>-2</sup> = Pa)

$K_c^2$  = Viscosidade plástica de Casson (Pa.s<sup>n</sup>)

Este modelo foi desenvolvido para uma suspensão de partículas interagindo em um meio newtoniano. Os dois parâmetros ( $K_{OC}$  e  $K_C$ ) deste modelo caracterizam o escoamento da suspensão. Os parâmetros podem ser determinados através de uma regressão linear da raiz quadrada da tensão de cisalhamento em função da raiz quadrada da taxa de deformação. Tem sido utilizado para estimar a tensão de cisalhamento inicial de alimentos (VITALI & RAO, 1984).

Modelo de Herschel-Bulkley (HERSCHEL & BULKLEY, 1926)

$$\tau - \tau_{0H} = K_H \dot{\gamma}^{n_H}$$

onde:

$\tau$  = Tensão de cisalhamento ( $N.m^{-2} = Pa$ )

$\tau_{0H}$  = Tensão de cisalhamento inicial ( $N.m^{-2} = Pa$ )

$K_H$  = Índice de consistência ( $Pa.s^n$ )

$n_H$  = Índice de comportamento do fluido (adimensional)

$\dot{\gamma}$  = Taxa de deformação ( $s^{-1}$ )

Este é o modelo da Lei da Potência (Ostwald-de-Waele) incluindo o termo de tensão inicial.

De acordo com BRANCO (1995) quando o valor da tensão de cisalhamento inicial é conhecido o ajuste dessa equação poderá ser feito através de regressão linear.

Modelo de Mizrahi-Berk (MIZRAHI & BERK, 1972)

$$\tau^{1/2} - K_{0M} = K_M \dot{\gamma}^{n_M}$$

onde:

$\tau$  = Tensão de cisalhamento (Pa)

$\dot{\gamma}$  = Taxa de deformação ( $s^{-1}$ )

$K_M$  = Índice de consistência ( $Pa \cdot s^n$ )

$n_M$  = Índice de comportamento do fluido (adimensional)

$K_{0M}$  = Raiz quadrada da tensão inicial (Pa)

Baseado no modelo de uma suspensão de partículas interagindo em um solvente pseudoplástico, o modelo de Mizrahi-Berk é uma modificação do modelo de Casson e equivale a este quando  $n=0,5$ .

Este modelo representa melhor o comportamento do suco de laranja concentrado do que os modelos de Casson ou de Herschel-Bulkley (MIZRAHI & BERK, 1972).

## **2.3 - MATERIAL E MÉTODOS**

### 2.3.1 - Formulações

Na Tabela 1.1 (Capítulo 1) encontram-se as concentrações do suco de acerola e material de parede utilizados para compor as suspensões e conseqüentemente a obtenção das microcápsulas.

### 2.3.2- Reologia

As medidas reológicas das suspensões foram realizadas utilizando o reômetro Haake Rotovisco modelo RV-20, com sistema de cilindros concêntricos. Os experimentos foram feitos em triplicata a 25°C, utilizando-se uma amostra nova a cada medida.

As curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação foram ajustadas pelo modelo de CASSON (1959).

Os parâmetros da Equação 3.1 foram obtidos, através da técnica de regressão não-linear, com o auxílio do software ORIGIN 3.5.

### 2.3.3 - Morfologia

As partículas das três formulações foram metalizadas com ouro em alto vácuo (“Sputter Coater SCD 050”- Balzers), levadas ao microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM -T300), observadas e fotografadas utilizando-se uma aceleração de voltagem de 15 kV . O diâmetro das microcápsulas foi medido diretamente nas micrografias.

## 2.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 2.4.1 - Reologia

Na Figura 2.1 é apresentado o reograma experimental das suspensões estudadas. Observa-se que o modelo de Casson se ajusta bem aos dados experimentais. Os dados da Formulação 1 e 2 são muito parecidos e se afastam da Formulação 3. Observando-se a concentração do material de parede nas formulações, percebe-se que a maltodextrina foi o componente que mais influenciou no aumento da tensão de cisalhamento.

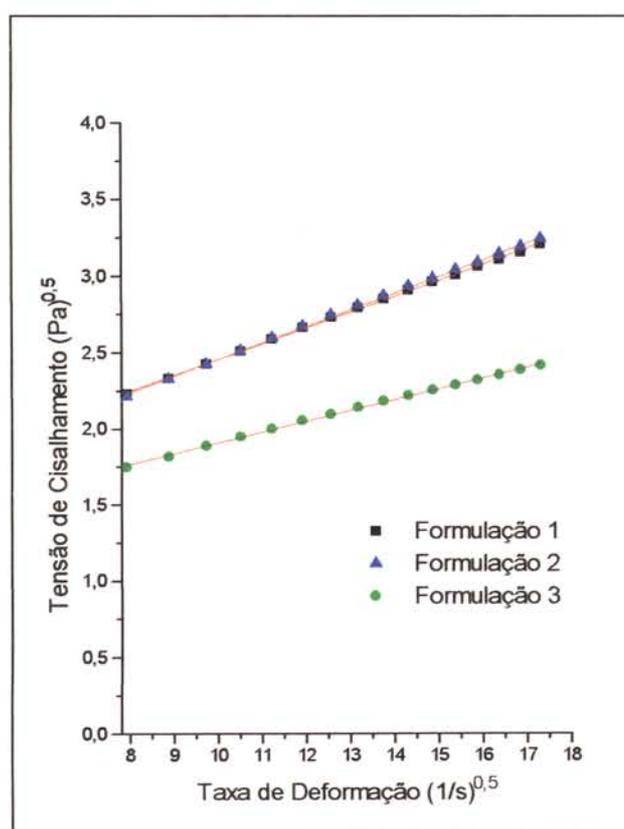


Figura 2.1 - Relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação pelo modelo de Casson a 25°C.

Na Tabela 2.2 encontram-se os valores dos parâmetros do modelo de Casson e os parâmetros estatísticos dos ajustes.

Analisando-se a Tabela 2.2 observa-se que para todas as formulações os valores dos coeficientes de regressão ( $R^2$ ) e correlação (R) estão próximos de um e os valores da distribuição qui quadrado ( $\chi^2$ ) e soma dos quadrados dos desvios (SSR) estão próximos de zero indicando desta forma que o modelo de Casson se ajustou bem aos dados experimentais. Ainda com relação à Tabela 2.2 pode-se verificar que os valores dos parâmetros  $K_{oc}$ ,  $R^2$  e R aumentam com o aumento da quantidade de material de parede adicionados à formulação. Os erros dos parâmetros estão próximos de zero e também são menores de acordo com a maior quantidade de material de parede na formulação.

Tabela 2.2 - Parâmetros do modelo de Casson.

|                             | Formulação<br>1 | Formulação<br>2 | Formulação<br>3 |
|-----------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| $K_{oc} \text{ (Pa)}^{1/2}$ | 1,41395         | 1,36274         | 1,19423         |
| Erro $K_{oc}$               | 0,00855         | 0,00992         | 0,01006         |
| $K_c \text{ (Pa.s)}^{1/2}$  | 0,10396         | 0,10902         | 0,07127         |
| Erro $K_c$                  | 0,00063         | 0,00074         | 0,00075         |
| $\chi^2$                    | 0,00005         | 0,00007         | 0,00007         |
| SSR                         | 0,00072         | 0,00097         | 0,001           |
| $R^2$                       | 0,99948         | 0,99936         | 0,99846         |
| R                           | 0,99974         | 0,99968         | 0,99923         |

SSR - soma dos quadrados dos desvios;  $R^2$  - coeficiente de regressão; R - coef. de correlação.

Como as curvas de ajuste tiveram resultados satisfatórios, recomenda-se o uso do modelo de Casson para prever o comportamento reológico das

suspensões produzidas à base do suco de acerola, pois trata-se de um modelo simples com apenas dois parâmetros de fácil resolução e muito utilizado para alimentos.

Com base nos valores dos parâmetros encontrados para o modelo de Casson, verifica-se que a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação, mostrando o comportamento pseudoplástico das suspensões estudadas a temperatura de 25°C. Este comportamento reológico também foi verificado por MATSUURA (1994) para o suco integral de acerola.

Os valores da viscosidade aparente para as três formulações foram calculados a partir dos parâmetros determinados do modelo de Casson, a uma taxa de deformação de  $289 \text{ s}^{-1}$ , e encontram-se na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 - Valores da viscosidade aparente das suspensões

| Formulações<br>(nº) | Viscosidade aparente<br>(mPa.s) |
|---------------------|---------------------------------|
| 1                   | 35,02                           |
| 2                   | 35,79                           |
| 3                   | 20,03                           |

A duplicação da concentração do material de parede (maltodextrina + goma arábica) da Formulação 3 com relação à Formulação 1 correspondeu a um aumento da viscosidade aparente de 75%. RÉ & HIGA (1995) verificaram que o aumento da concentração da solução de maltodextrina acarreta um aumento exponencial da viscosidade aparente.

## 2.4.2 - Morfologia

As Figuras 2.2, 2.3 e 2.4, apresentam as micrografias realizadas no microscópio eletrônico de varredura.

Os diâmetros obtidos através das micrografias são os seguintes:

### **Formulação 1**

$2,0 \mu\text{m} < \text{diâmetro} < 48,0 \mu\text{m}$

### **Formulação 2**

$2,0 \mu\text{m} < \text{diâmetro} < 58,0 \mu\text{m}$

### **Formulação 3**

$2,0 \mu\text{m} < \text{diâmetro} < 29,4 \mu\text{m}$

Nas Figuras 2.2 e 2.3, as microcápsulas apresentam superfície irregular, enrugamentos, fissuras, depressões, orifícios, crateras e algumas partículas esféricas.

A variação na concentração do material de parede acarretou uma variação correspondente nos valores do diâmetro das partículas, onde o valor máximo deste diâmetro para a Formulação 3 é de 29,4  $\mu\text{m}$ , enquanto que para a Formulação 1 é de 48,0  $\mu\text{m}$ , correspondendo a uma diferença de 63% no valor do diâmetro máximo. Este fato pode ser explicado observando-se os valores da viscosidade aparente das formulações na Tabela 2.3, onde se verifica que o aumento da viscosidade aparente acarretou aumento no diâmetro das partículas.

Pesquisadores, microencapsulando óleo essencial de laranja, eugenol, acetato de linalil e soluções aquosas de maltodextrina também obtiveram resultados semelhantes (SILVA & RÉ, 1996; CHUMPITAZ, 1995).

A forma das partículas depende de como as gotículas são formadas durante a atomização e como comporta-se a gotícula/partícula durante a secagem. De acordo com MASTERS (1972) a desintegração do líquido em gotículas por um disco rotativo é governado pela viscosidade, entre outros fatores. A viscosidade determina o mecanismo de formação das gotas e o seu tamanho, influenciando significativamente no resultado obtido no processo de secagem. O aumento da viscosidade através da adição de sólidos produz partículas maiores na atomização.

BHANDARI et al. (1992) concluíram que emulsões muito viscosas produzem partículas maiores e mais irregulares. Observando-se as partículas da Formulação 1 (Fig. 2.2), verifica-se o mesmo, além de demonstrar menor tendência à aglomeração.

Na Figura 2.4 (Formulação 3), observa-se que as partículas pequenas apresentam uma tendência à aglomeração entre si e ao redor das partículas maiores. O diâmetro máximo encontrado foi inferior as demais formulações, estando de acordo com RÉ & HIGA (1995), que verificaram que a diminuição da concentração de maltodextrina produz partículas menores. Analisando ainda a Figura 2.4 verifica-se que as partículas com enrugamento aparecem numa quantidade menor do que nas outras formulações; o número de partículas esféricas sem enrugamento e pequenas é superior a Formulação 1 e Formulação 2.

Nas Figuras 2.2, 2.3 e 2.4, não são observados poros nas microcápsulas e, apesar das irregularidades, o número de partículas com rachaduras é pequeno. Estas características observadas demonstram que o material de parede deve estar protegendo razoavelmente os voláteis e o material ativo.

As irregularidades observadas nas microcápsulas podem ter sido formadas pelo encolhimento das partículas durante a secagem e resfriamento, possivelmente resultantes da formação de bolhas de vapor no interior das microcápsulas.

A Formulação 3, apesar de apresentar uma quantidade maior de partículas esféricas, sem enrugamentos, não deve prevalecer sobre as demais formulações na hora da escolha, pois a aglomeração observada tem um efeito adverso nas propriedades de escoamento das microcápsulas.

Vários pesquisadores já haviam concluído sobre a influência da viscosidade aparente na morfologia de microcápsulas, mas nenhum deles verificou tal importância a um nível de viscosidade aparente tão baixo.

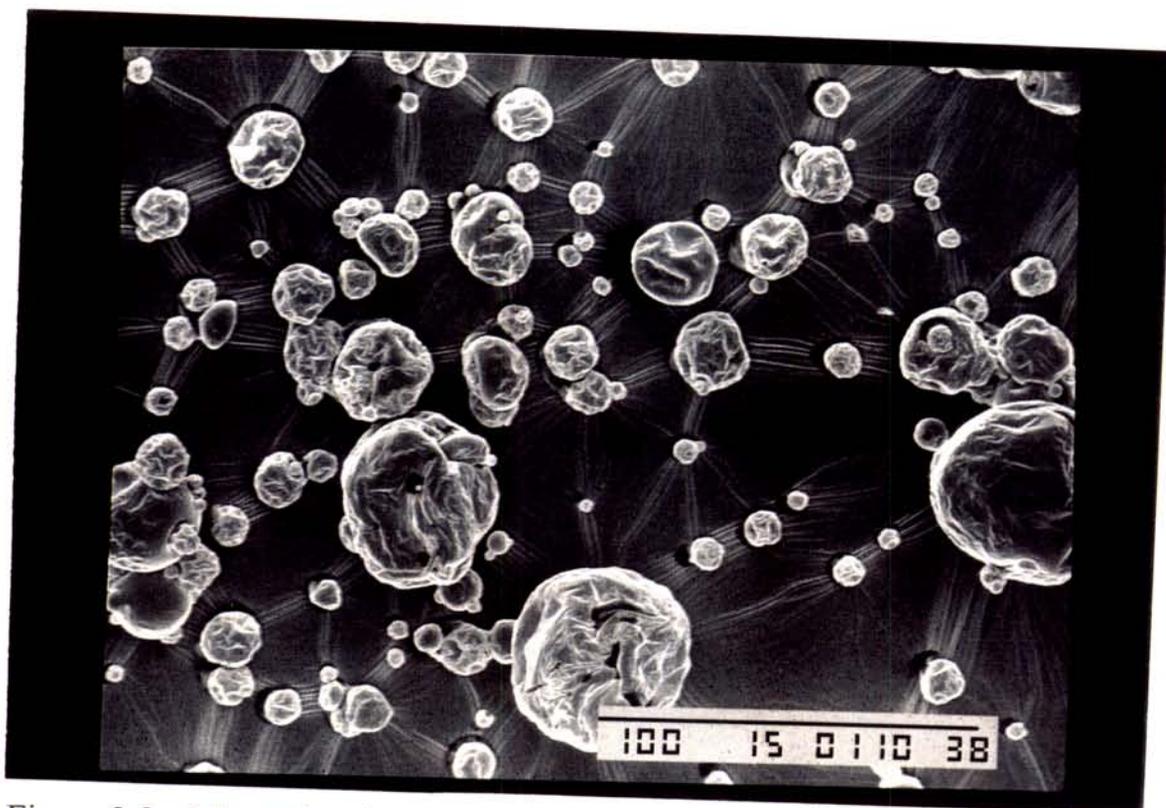


Figura 2.2 - Microcápsulas da Formulação 1 fotografadas no microscópio eletrônico de varredura, aumento 500 x.

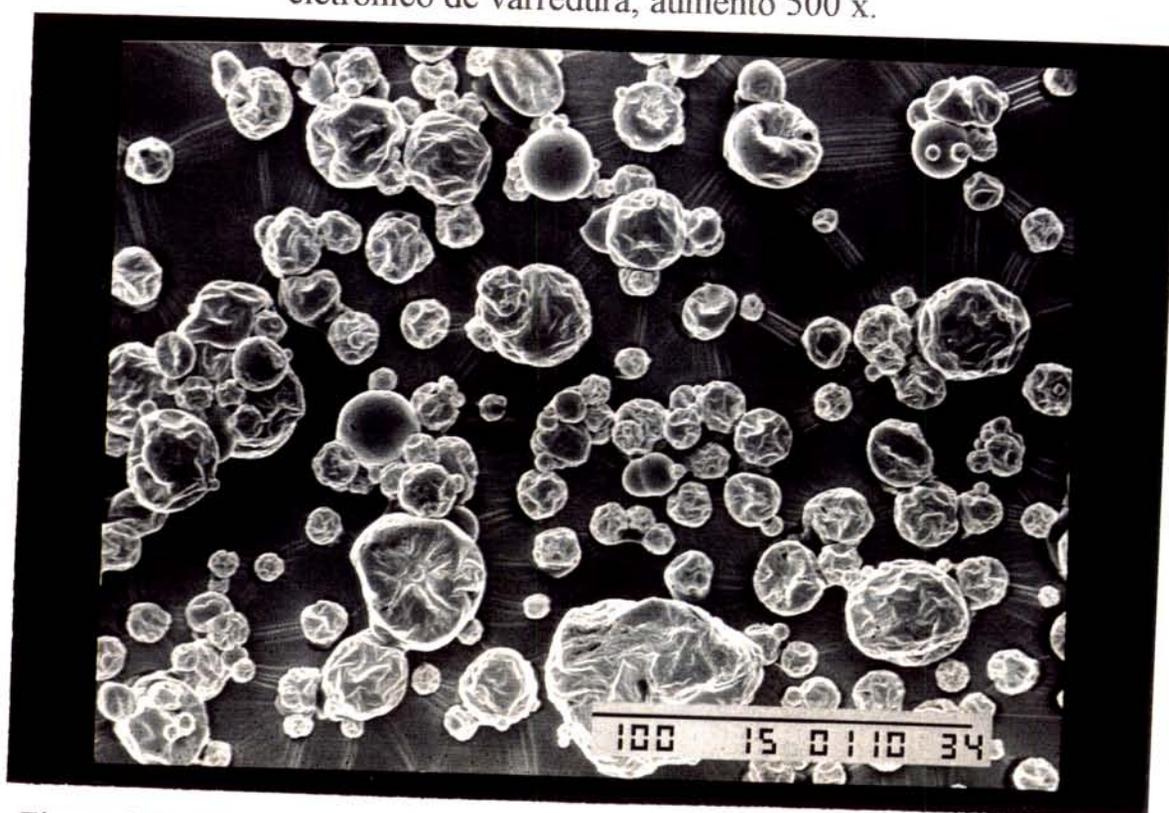


Figura 2.3 - Microcápsulas da Formulação 2 fotografadas no microscópio eletrônico de varredura, aumento 500 x.

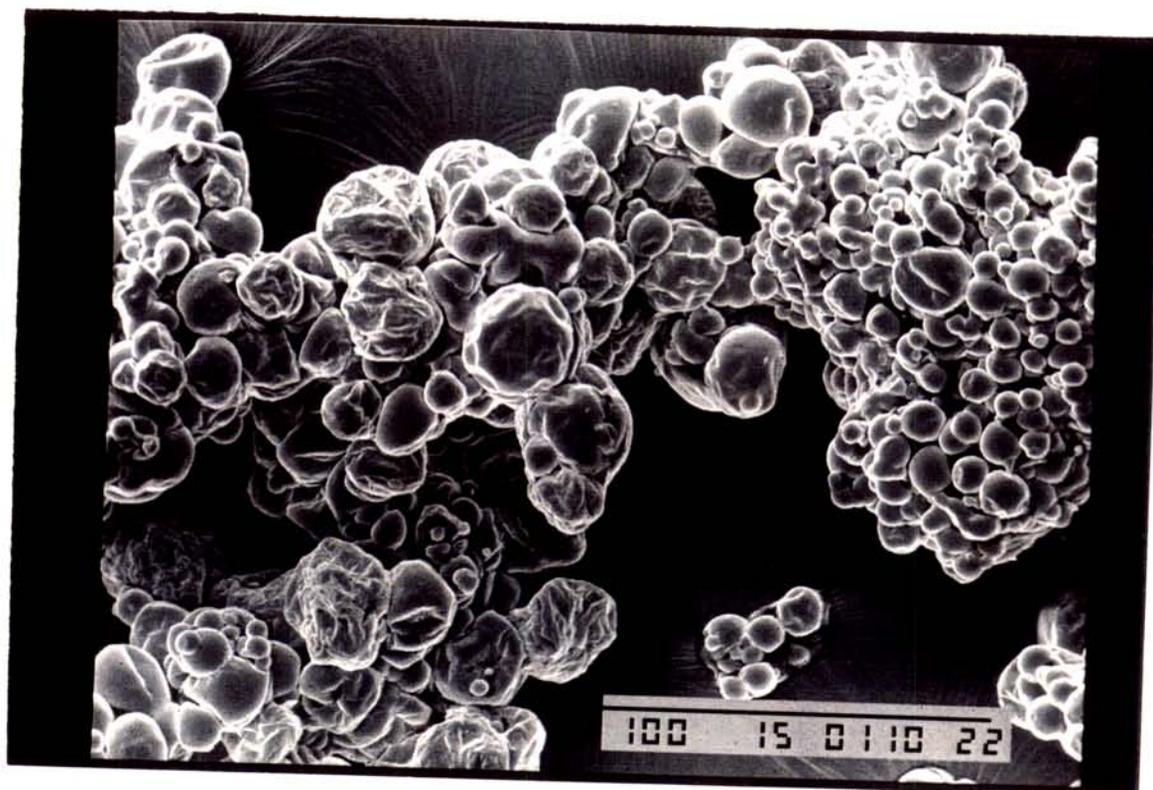


Figura 2.4 - Microcápsulas da Formulação 3 fotografadas no microscópio eletrônico de varredura, aumento 500 x.

## **2.5 - CONCLUSÕES**

- O diâmetro das microcápsulas formadas no processo de secagem foi influenciado pela viscosidade aparente das suspensões.
- A redução da viscosidade aparente das suspensões diminuiu o tamanho das partículas formadas, aumentou o número de partículas esféricas e aumentou a formação de aglomerados.
- A superfície das microcápsulas não possuía poros ou rachaduras que permitissem a transferência de massa para fora das mesmas.
- As concentrações de material de parede utilizadas nas formulações não influenciaram no tipo de comportamento reológico do suco de acerola.

# *Capítulo 3*

*Isotermas de adsorção de  
umidade*

### 3.1 - INTRODUÇÃO

A isoterma de sorção de umidade constitui uma representação gráfica da umidade e a correspondente atividade de água ( $a_w$ ) de um material dentro de uma faixa de valores em uma temperatura constante. A  $a_w$  caracteriza o estado da água nos alimentos, isto é, sua disponibilidade para mudanças físicas, químicas e biológicas, visto que a umidade indica meramente a quantidade desta (GAL, 1975). Pode-se dizer que a atividade de água exprime o teor de água livre, isto é, água fracamente ligada ao substrato. É definida como sendo a relação entre pressão de vapor de água em equilíbrio sobre o alimento ( $p$ ) e a pressão de vapor de água pura ( $p_0$ ), nas mesmas condições de temperatura. Quantitativamente pode ser representada como sendo proporcional a umidade relativa do ar de equilíbrio (URE) com o alimento como mostra a Equação 3.1 (LABUZA, 1968).

$$a_w = \frac{p}{p_0} = \frac{\text{URE}}{100\%} \quad (3.1)$$

As isotermas de sorção podem ser de adsorção e dessorção dependendo do processo ser de umidificação ou de secagem, respectivamente. O conhecimento de isotermas de sorção de umidade tem se tornado cada vez mais importante, proporcionando respostas e discussões a diversas questões. Entre as muitas utilidades da isoterma de sorção de umidade em alimentos, pode-se citar:

- na concentração e desidratação de alimentos no que diz respeito ao projeto de equipamentos e desenvolvimento do processo, uma vez que a maior ou menor facilidade para retirar água esta relacionada com a pressão parcial de vapor de água e com a energia de ligação água-alimento;

- determinação do valor da monocamada de água ligada aos alimentos, pois a retirada de água do alimento em níveis inferiores aos valores da monocamada propicia uma série de reações químicas de deterioração, além de representar o ponto de maior dispêndio de energia para a eliminação desta água;
- projetos de embalagens permeáveis apropriadas a melhor conservação do alimento, pois os diferentes níveis de atividade de água dependem do teor de umidade, que delimita as transformações físicas e químicas e proliferação de microrganismos;
- predição e controle da qualidade, estabilidade e vida-de-prateleira, pois tendo conhecimento da isoterma de adsorção de umidade é possível estabelecer o teor de umidade;
- estimar o tempo de secagem;
- elaboração de produtos constituídos de misturas de diferentes materiais, como bala recheada e sopa desidratada, uma vez que há uma migração de umidade de um componente para outro até que o equilíbrio seja atingido e definir a porcentagem de umidade da mistura;
- e determinar o conteúdo de umidade mínimo que pode ser teoricamente removido do material pelo agente de secagem em dadas condições (STRUMILLO & KUDRA, 1986; TEIXEIRA NETO, 1987).

### 3.1.1 - Objetivo

O objetivo deste capítulo é o levantamento das isotermas de adsorção de água do suco de acerola microencapsulado, em três diferentes temperaturas, utilizando o método gravimétrico estático com soluções saturadas de sais e ajustar os modelos de Anderson, BET modificado, GAB e Oswin aos dados experimentais. Foram utilizadas amostras de acerola em pó, obtidas através da secagem por atomização de suco comercial.

## 3.2 - REVISÃO DE LITERATURA

### 3.2.1 - Isotermas de sorção de água

BRUNAUER et al. (1940) (citado por RIZVI, 1986), classificaram as isotermas de adsorção em cinco tipos gerais (Fig. 3.1):

- o tipo I é o Langmuir,
- o tipo II é o sigmóide e
- os outros três tipos não possuem nenhum nome especial.

As isotermas de sorção de umidade de muitos alimentos são não-lineares, geralmente apresentam forma sigmóide, e tem sido classificadas como isotermas do tipo II. Alimentos ricos em componentes solúveis, açúcares, arroz, café e ácido cítrico cristalino geralmente são do tipo III (JAAFAR & MICHALOWSKI, 1990). As isotermas do tipo I, IV e V não apresentam interesse maior no caso de alimentos.

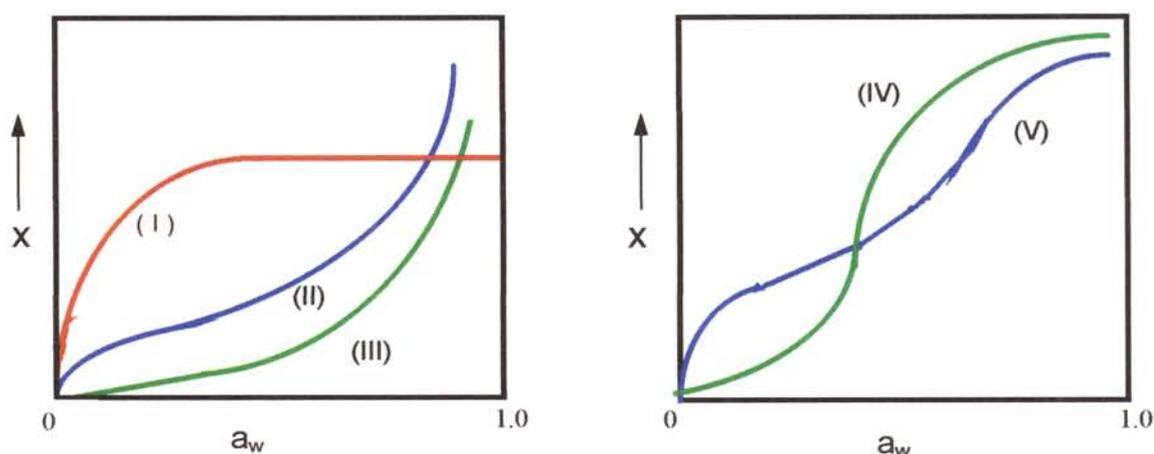


Figura 3.1 - Os cinco tipos de isotermas de adsorção, BRUNAUER et al. (1940) (citado por RIZVI, 1986).

GAL (1975) ao revisar a literatura fez uma classificação das técnicas para medição das isotermas de sorção de materiais sólidos de toda espécie (Quadro 3.1). As isotermas de sorção podem ser determinadas de acordo com dois princípios básicos: o gravimétrico e o manométrico ou higrométrico. Contudo, a adição de um terceiro grupo suplementar se faz necessário para acomodar métodos especiais aplicáveis sob condições extremas (alta atividade de água), os quais usualmente não se ajustam com a classificação dos outros dois grupos.

O princípio do método gravimétrico é a determinação de variações no peso das amostras em equilíbrio com diferentes pressões de vapor d'água.

Numerosos laboratórios tem usado o método gravimétrico estático por ser a técnica mais simples, embora mais demorada. A umidade de equilíbrio entre o produto e a atmosfera circundante é atingida sem movimentação do ar. No método dinâmico o ar ou o produto é movimentado até que o equilíbrio seja atingido.

Quadro 3.1 - Métodos para determinação das isotermas de sorção

|   |
|---|
| <b>A. Métodos gravimétricos</b>                           |
| A.1. Métodos com registro contínuo de mudanças no peso    |
| (a) Sistemas à vácuo                                      |
| (b) Sistemas dinâmicos                                    |
| A.2. Métodos com registro descontínuo de mudanças no peso |
| (a) Sistemas estáticos                                    |
| (b) Sistemas dinâmicos                                    |
| (c) Sistemas à vácuo                                      |
| <b>B. Métodos manométricos e higrométricos</b>            |
| B.1. Métodos manométricos                                 |
| B.2. Métodos higrométricos                                |
| <b>C. Métodos especiais</b>                               |

Fonte: GAL (1981)

Existe um grande número de modelos matemáticos disponíveis na literatura para descrição das isotermas de sorção de água em alimentos. A escolha de um modelo de sorção depende do objetivo do seu uso, segundo LABUZA (1968) no caso da estimativa do tempo de secagem ou vida-de-prateleira de alimentos secos embalados, o modelo deve ajustar-se tão rigorosamente quanto possível aos dados experimentais; outro fator importante na seleção de um modelo é o número de parâmetros, o qual pode aumentar o seu uso nos cálculos de engenharia.

**GAB** - A equação de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) é uma equação com três parâmetros, derivada independentemente por Guggenheim (1966), Anderson (1946) e de Boer (1953), tem sido sugerida como o modelo de sorção mais

versátil encontrado na literatura. É considerado uma extensão do modelo de BET, levando em conta as propriedades modificadas na região multicamada (SCHAR & RUEGG, 1985).

As principais vantagens do modelo GAB são segundo VAN DEN BERG (1984), (citado por RIZVI, 1986):

- Fundamentação teórica;
- Descrição do comportamento da sorção de água da maioria dos alimentos na faixa de  $0 < a_w < 0,9$ ;
- Simplicidade de um modelo matemático com apenas três parâmetros, sendo muito aplicado para cálculos de engenharia;
- Parâmetros com significado físico em termos do processo de sorção, capaz de descrever alguns efeitos da temperatura sobre as isotermas por meio da equação de Arrhenius.

WEISSER (1985) observou que a equação de GAB com seu parâmetro dependente da temperatura foi adequado para descrever o efeito da temperatura sobre o comportamento de sorção de vários componentes alimentícios (pectina de maçã, proteína de soja e caseinato de sódio) na faixa de temperatura de 25 a 80°C. LABUZA et al. (1985) aplicaram a equação de GAB para determinação das isotermas de sorção de umidade para farinha de peixe na faixa de  $0,1 < a_w < 0,9$ , em temperaturas de 25 a 65°C obtendo excelente ajuste.

**BET modificada** - A equação BET modificada tem uma forma matemática similar a da equação de GAB, diferenças distintas nestas equações são observadas na região de alta atividade de água. Esta equação de sorção contém três parâmetros ( $C$ ,  $X_m$  e  $k$ ), os quais tem sentido físico. A constante  $X_m$  é a

umidade correspondente a superfície coberta com um adsorvente na monocamada,  $C$  está relacionado com o efeito térmico de adsorção e  $k$  introduz uma informação adicional em relação ao efeito térmico: para  $k < 1$  o calor de condensação é atingido em umidades menores do que na camada monomolecular,  $k > 1$  pontos revelam que o efeito térmico de adsorção será igual ao calor de condensação apenas após a camada multimolecular ser formada (JAAFAR & MICHALOWSKI, 1990). BRUNAUER (1945) (citado por RIZVI, 1986) propõe que o raio dos capilares estruturais do material define o limite superior do número de camadas de água que pode ser restabelecido após a reidratação. A concentração de umidade da monocamada de muitos alimentos tem sido utilizada para estimar a estabilidade física e química de alimentos desidratados.

**OSWIN** - Equação empírica fundamentada na expansão da série de Pearson para curvas com forma sigmoidal, se ajusta muito bem entre  $0,0 < a_w < 1,0$ . Esta equação foi usada por BOQUET et al. (1978) para trinta e nove produtos sendo adequada para alimentos com alto conteúdo de amido e considerada uma das mais versáteis equações de dois parâmetros testadas.

**Anderson** - Equação de três parâmetros. Tem sido empregada com sucesso em isotermas de sorção do Tipo III (guaraná em pó e farinha d'água) (CARVALHO & RIBEIRO, 1996; PENA et al., 1996).

Tabela 3.1 - Equações para ajustar isotermas de sorção de água de materiais biológicos.

| MODELO               | FONTE                             | EQUAÇÃO  |
|----------------------|-----------------------------------|--|
| Anderson             | BOQUET et alii<br>(1980)          | $X = \frac{k \cdot C \cdot X_m \cdot a_w}{[1 + (C - 2)k \cdot a_w + (1 - C)k^2 \cdot a_w^2]}$          |
| B.E.T.<br>modificada | JAAFAR &<br>MICHALOWSKI<br>(1990) | $X = \frac{X_m \cdot C \cdot a_w}{[(1 - k \cdot a_w)(1 + (C - k) \cdot a_w)]}$                         |
| G.A.B                | SCHAR & RUEGG<br>(1985)           | $X = \frac{X_m \cdot C \cdot k \cdot a_w}{[(1 - k \cdot a_w)(1 - k \cdot a_w + C \cdot k \cdot a_w)]}$ |
| Oswin                | LOMAURO et alii<br>(1985)         | $X = X_m \left( \frac{a_w}{1 - a_w} \right)^k$   |

onde:

$X$  = umidade de equilíbrio do material (% base seca)

$a_w$  = atividade de água

$X_m$  = umidade na monocamada do material adsorvente (% base seca)

$C$  = constante de Guggenheim

$k$  = constante de correção das propriedades das moléculas na multicamada  
com relação ao volume do líquido

### 3.3 - MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.3.1 - Matéria-prima

Foram utilizadas três amostras diferentes de suco de acerola em pó produzidas de acordo com as Formulações mostradas na Tabela 1.3 (Capítulo 1).

#### 3.3.2 - Equipamentos

- estufa de secagem e esterilização com termostato e circulação forçada de ar (Fanem - modelo 320 - SE)
- balança analítica (BOSCH - modelo SAE 200)
- estufa a vácuo
- estufa incubadora para BOD modelo TN - 705 (Nova Técnica) com controle de temperatura na faixa de  $-5^{\circ}\text{C}$  a  $60^{\circ}\text{C}$ .

#### 3.3.3 - Métodos

As isotermas de adsorção de água das três diferentes formulações foram determinadas através do método gravimétrico estático, utilizando-se soluções saturadas de diferentes sais nas temperaturas de  $15^{\circ}\text{C}$ ,  $25^{\circ}\text{C}$  e  $35^{\circ}\text{C}$ , indicadas na Tabela 3.2.

As soluções saturadas dos sais foram preparadas e colocadas em recipientes de vidro herméticos. A seguir três cadinhos eram colocados em cada recipiente contendo cerca de 1 grama da amostra. As amostras permaneceram nesses ambientes até atingirem o equilíbrio, ou seja, até que as variações de

massa se tornassem insignificantes, detectadas através de pesagem em balança analítica.

O processo foi acompanhado por pesagens das amostras a cada cinco dias e observação visual das alterações ocorridas. Em média cada isoterma foi acompanhada por um período de 30 dias.

Tabela 3.2 - Umidade relativa de equilíbrio (%) das soluções saturadas de sais nas três temperaturas usadas no experimento.

| Sal   | Temperatura (°C) |       |       |
|---|------------------|-------|-------|
|   | 15               | 25    | 35    |
| MgCl <sub>2</sub>                               | 33,30            | 32,78 | 32,05 |
| K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                  | 43,15            | 43,16 | 43,17 |
| Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | 55,87            | 52,89 | 49,91 |
| KI  | 70,98            | 68,86 | 66,96 |
| Na(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | 76,46            | 74,25 | 72,06 |
| NaCl  | 75,61            | 75,29 | 74,87 |
| (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 81,70            | 80,99 | 80,27 |
| KCl   | 85,92            | 84,34 | 82,95 |

Fonte: GREENSPAN (1977)

### 3.3.4 - Umidade de equilíbrio

Os valores das umidades de equilíbrio foram calculados em base seca (% B.S), da seguinte forma:

$$UE = \frac{m_{\text{água}}}{m_{\text{seca}}} \cdot 100 \quad (3.2)$$

onde:  $m_{\text{água}}$  = massa de água adsorvida pela amostra de acerola em pó;

$m_{\text{seca}}$  = massa seca da amostra de acerola em pó.

A massa seca foi determinada em estufa a vácuo à 60° C até peso constante. A massa de água foi obtida pela diferença entre a massa inicial e a massa seca. Os cálculos dos valores da umidade de equilíbrio foram feitos para cada cadinho e por último obtida a média aritmética das três repetições para cada sal.

### 3.3.5 - Ajuste dos modelos

O ajuste matemático das isotermas de adsorção foi efetuado utilizando-se as equações de Anderson, BET modificado, GAB e Oswin, resolvidas pelo processador matemático STATISTICA 5.0, através de regressão não-linear estimados pelo método Quasi-Newton e critério de convergência de 0,0001.

### 3.3.6 - Erros experimentais

O critério utilizado para avaliar o ajuste de cada equação aos dados experimentais foi o erro relativo ( $\epsilon$ ), calculado pela Equação 3.3 para valores de umidade de equilíbrio do produto correspondente a diferentes valores de atividade de água e o desvio percentual médio (P), calculado pela Equação 3.4. De acordo com LOMAURO et al. (1985) um valor de P menor do que cinco é considerado um bom ajuste da equação aos dados experimentais.

$$\varepsilon = \frac{x(\text{experimental}) - x(\text{teorico})}{x(\text{experimental})} \quad (3.3)$$

$$P = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|x(\text{experimental}) - x(\text{teorico})|}{x(\text{experimental})} \quad (3.4)$$

onde:

n = número de observações

x = umidade do material

### 3.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nas Tabelas 3.3 a 3.5 encontram-se os valores experimentais da umidade de equilíbrio das amostras das três formulações estudadas. Verifica-se que as umidades de equilíbrio a 15°C, obtidas em cada um dos sais, são menores na Formulação 1 quando comparadas com as Formulações 2 e 3. Comportamento semelhante também ocorreu nas temperaturas de 25°C e 35°C. Isto significa que a Formulação 1 é menos higroscópica que as demais. Pode-se concluir que para a faixa de concentração de material de parede estudada, quanto maior a quantidade de material de parede nas formulações menor é a higroscopicidade do produto final.

Tabela 3.3 - Umidade de equilíbrio da Formulação 1.

| Sal   | Umidade de equilíbrio (% B.S.) |       |       |
|---|--------------------------------|-------|-------|
|   | 15°C                           | 25°C  | 35°C  |
| MgCl <sub>2</sub>                               | 4,30                           | 4,25  | 3,49  |
| K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                  | 6,70                           | 7,27  | 6,47  |
| Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | 10,36                          | 8,96  | 8,25  |
| KI  | 18,40                          | 16,60 | 17,41 |
| NaNO <sub>3</sub>                               | 21,89                          | 20,17 | 20,56 |
| NaCl  | 23,14                          | 20,61 | 24,71 |
| (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 29,09                          | 26,64 | 31,46 |
| KCl   | 37,28                          | 32,84 | 41,19 |

Tabela 3.4 - Umidade de equilíbrio da Formulação 2.

| Sal   | Umidade de equilíbrio (% B.S.) |       |       |
|---|--------------------------------|-------|-------|
|   | 15°C                           | 25°C  | 35°C  |
| MgCl <sub>2</sub>                               | 5,12                           | 4,81  | 4,34  |
| K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                  | 7,38                           | 6,99  | 7,20  |
| Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | 11,22                          | 9,77  | 8,55  |
| KI  | 18,99                          | 16,86 | 18,09 |
| NaNO <sub>3</sub>                               | 22,43                          | 21,24 | 21,59 |
| NaCl  | 25,03                          | 22,42 | 26,06 |
| (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 28,84                          | 27,59 | 32,73 |
| KCl   | 38,61                          | 35,23 | 41,73 |

Tabela 3.5 - Umidade de equilíbrio da Formulação 3.

| Sal   | Umidade de equilíbrio (% B.S.) |       |       |
|---|--------------------------------|-------|-------|
|   | 15°C                           | 25°C  | 35°C  |
| MgCl <sub>2</sub>                               | 5,76                           | 4,92  | 5,18  |
| K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                  | 8,72                           | 7,96  | 7,92  |
| Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>               | 12,92                          | 11,18 | 9,86  |
| KI  | 21,93                          | 18,62 | 18,79 |
| NaNO <sub>3</sub>                               | 25,34                          | 23,29 | 22,82 |
| NaCl  | 25,88                          | 24,08 | 26,21 |
| (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 32,10                          | 30,63 | 40,73 |
| KCl   | 41,27                          | 37,46 | 51,05 |

Nas Tabelas 3.6 a 3.8 são mostrados os valores dos parâmetros estimados, coeficiente de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) obtidos com as equações Anderson, GAB, BET modificada e Oswin para as diferentes amostras e temperaturas. Observa-se nestas tabelas que os valores de  $R^2$  para todas as amostras e condições estudadas são maiores que 0,99. Nota-se também a igualdade nos valores de  $R^2$  e P e nos valores dos parâmetros  $X_m$  e k entre os modelos de Anderson, BET modificado e GAB quando analisamos uma determinada condição de estudo. Esta equivalência pode ser explicada por serem, os três modelos, modificações simples da equação BET. Os valores do parâmetro C são iguais nas equações de Anderson e GAB. Os valores dos parâmetros das equações de GAB e Anderson só diferem da equação BET modificada com relação a constante C, mas esta constante encontra-se em proporção de  $C_{GAB}=C_{BETmod}/k$  como verificado por JAAFAR & MICHALOWSKI (1990) e ASCHERI & MARTUCCI (1996).

O modelo de Oswin apresenta valores de P superiores aos demais modelos em todas as condições de estudo, exceto nas Tabelas 3.6 e 3.7 na temperatura de 35°C. Esta indicação de um ajuste aos dados experimentais inferior aos outros modelos pode ser explicado pela simplicidade desta equação que possui apenas dois parâmetros, mas apesar disso de acordo com LOMAURO et al. (1985) uma equação ajusta-se bem aos dados experimentais quando o valor de P é inferior a 5, ou seja a equação de Oswin também pode representar os dados de adsorção de umidade com boa precisão, exceto para a Formulação 3 na temperatura de 35°C onde o valor de P=10,96%.

Na Tabelas 3.6 verifica-se que os valores de  $R^2$  diminuem com o aumento da temperatura e os valores de P aumentam.

Analisando-se os valores das umidades de equilíbrio na camada monomolecular ( $X_m$ ) nota-se que existe uma variação dos mesmos com a temperatura. De acordo com IGLESIAS & CHIRIFE (1976), esta variação pode ser devido à redução do número total de sítios ativos, provocada pelas variações físicas e/ou químicas no produto seco, induzidas pela temperatura.

Examinando os valores de  $R^2$  e P nas Tabelas 3.6 a 3.8 constata-se que a utilização de qualquer uma das quatro equações ajustadas é satisfatória para representar as isotermas de adsorção de umidade das formulações estudadas, exceto o uso da equação de Oswin para representar a Formulação 3 na temperatura de 35°C.

Tabela 3.6 - Parâmetros das equações ajustadas e coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) da Formulação 1.

| Temperatura.<br>(°C) | Modelos  | Parâmetros |       |       | $R^2$   | P<br>(%) |
|----------------------|----------|------------|-------|-------|---------|----------|
|                      |          | $X_m$      | C     | k     |         |          |
| 15                   | Anderson | 8,214      | 1,317 | 0,945 | 0,99963 | 1,40     |
|                      | BET mod. | 8,214      | 1,244 | 0,945 | 0,99963 | 1,40     |
|                      | GAB      | 8,214      | 1,317 | 0,945 | 0,99963 | 1,40     |
|                      | Oswin    | 8,722      |       | 0,808 | 0,99867 | 3,56     |
| 25                   | Anderson | 6,994      | 1,839 | 0,960 | 0,99816 | 3,61     |
|                      | BET mod. | 6,994      | 1,765 | 0,960 | 0,99816 | 3,61     |
|                      | GAB      | 6,994      | 1,839 | 0,960 | 0,99816 | 3,61     |
|                      | Oswin    | 8,532      |       | 0,798 | 0,99812 | 3,88     |
| 35                   | Anderson | 6,854      | 1,400 | 1,024 | 0,99502 | 4,66     |
|                      | BET mod. | 6,854      | 1,433 | 1,024 | 0,99502 | 4,66     |
|                      | GAB      | 6,854      | 1,400 | 1,024 | 0,99502 | 4,66     |
|                      | Oswin    | 8,140      |       | 1,005 | 0,99455 | 4,22     |

Tabela 3.7 - Parâmetros das equações ajustadas e coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) da Formulação 2.

| Temperatura<br>(°C) | Modelos  | Parâmetros |       |       | $R^2$   | P<br>(%) |
|---------------------|----------|------------|-------|-------|---------|----------|
|                     |          | $X_m$      | C     | k     |         |          |
| 15                  | Anderson | 7,560      | 1,939 | 0,956 | 0,99540 | 2,16     |
|                     | BET mod. | 7,560      | 1,855 | 0,956 | 0,99540 | 2,16     |
|                     | GAB      | 7,560      | 1,939 | 0,956 | 0,99540 | 2,16     |
|                     | Oswin    | 9,404      |       | 0,778 | 0,99538 | 2,92     |
| 25                  | Anderson | 6,992      | 1,977 | 0,971 | 0,99742 | 1,69     |
|                     | BET mod. | 6,992      | 1,919 | 0,971 | 0,99742 | 1,69     |
|                     | GAB      | 6,992      | 1,977 | 0,971 | 0,99742 | 1,69     |
|                     | Oswin    | 8,865      |       | 0,811 | 0,99752 | 1,76     |
| 35                  | Anderson | 7,451      | 1,459 | 1,012 | 0,99637 | 3,42     |
|                     | BET mod. | 7,451      | 1,476 | 1,012 | 0,99637 | 3,42     |
|                     | GAB      | 7,451      | 1,459 | 1,012 | 0,99637 | 3,42     |
|                     | Oswin    | 8,889      |       | 0,962 | 0,99616 | 3,08     |

Tabela 3.8 - Parâmetros das equações ajustadas e coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvio percentual médio (P) da Formulação 3.

| Temperatura<br>(°C) | Modelos  | Parâmetros |       |       | $R^2$   | P<br>(%) |
|---------------------|----------|------------|-------|-------|---------|----------|
|                     |          | $X_m$      | C     | k     |         |          |
| 15                  | Anderson | 8,705      | 2,085 | 0,941 | 0,99833 | 2,22     |
|                     | BET mod. | 8,705      | 1,962 | 0,941 | 0,99833 | 2,22     |
|                     | GAB      | 8,705      | 2,085 | 0,941 | 0,99833 | 2,22     |
|                     | Oswin    | 10,878     |       | 0,737 | 0,99809 | 2,84     |
| 25                  | Anderson | 8,356      | 1,769 | 0,952 | 0,99904 | 2,36     |
|                     | BET mod. | 8,356      | 1,684 | 0,952 | 0,99904 | 2,36     |
|                     | GAB      | 8,357      | 1,769 | 0,952 | 0,99904 | 2,36     |
|                     | Oswin    | 9,942      |       | 0,787 | 0,99882 | 2,81     |
| 35                  | Anderson | 5,608      | 3,346 | 1,078 | 0,99865 | 2,57     |
|                     | BET mod. | 5,608      | 3,608 | 1,078 | 0,99865 | 2,57     |
|                     | GAB      | 5,608      | 3,346 | 1,078 | 0,99865 | 2,57     |
|                     | Oswin    | 8,398      |       | 1,123 | 0,99029 | 10,96    |

Devido ao grande número de isotermas analisadas e como a equação de GAB nos últimos anos tem sido largamente utilizada e é recomendada pelo projeto europeu COST 90 (sobre propriedades físicas de alimentos) (WOLF et al., 1984) para descrever o comportamento de sorção de alimentos, são mostrados no Apêndice A (Tabelas A.1 a A.6), apenas para a equação de GAB, os valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio e erro relativo ( $\epsilon$ ), em várias temperaturas, do suco de acerola microencapsulado, para as amostras das três formulações.

De acordo com as Tabelas no Apêndice A, os valores do erro relativo ( $\epsilon$ ) são relativamente pequenos, excepcionalmente na Formulação 1 ( $T=35^{\circ}\text{C}$  e  $a_w=0,3205$ ) o valor foi em torno de 18%, mas os demais foram menores que 9%.

Nas Figuras 3.2 a 3.6 são apresentadas as isotermas de adsorção de água do suco de acerola microencapsulado para as diferentes amostras e temperaturas. Verifica-se que todas as isotermas apresentam formas similares e são do Tipo III, segundo a classificação de BRUNAUER et al. (1938). Observa-se nestas figuras que a baixos valores de  $a_w$  as amostras adsorvem pequenas quantidades de água e com o aumento dos valores de  $a_w$  aumenta a adsorção. Esse tipo de isoterma é característico de alimentos ricos em componentes solúveis, tais como açúcares e produtos de alta higroscopicidade, pois apresenta concavidade voltada para o eixo da abscissa até valores intermediários de  $a_w$ , passando a uma forma quase exponencial em regiões de alta  $a_w$  (SALWIN, 1963). A baixos valores de  $a_w$  a adsorção se deve principalmente aos biopolímeros e a altos valores o aumento no teor de umidade se deve, em sua maioria, a dissolução dos açúcares (HUBINGER et al., 1992).

Vários pesquisadores ao levantar as isotermas de adsorção de umidade em diversos produtos secos, através da secagem por atomização, observaram a forma do Tipo III, entre os quais está o pó de marapuama, de guaraná e de abacate, tendo um componente comum em suas formulações a maltodextrina (TOSTES et al., 1996; PENA et al., 1995; SANTOS, 1983),

Observa-se na Figura 3.2 (a) (Formulação 1) e (b) (Formulação 2) que para valores de  $a_w$  menores que 0,6 as isotermas de adsorção nas três temperaturas de estudo coincidem e para valores de  $a_w$  maiores que 0,6 a isoterma a 35°C, para um mesmo valor de  $a_w$ , possui teor de umidade de equilíbrio superior as demais.

De acordo com a Figura 3.2 (c) (Formulação 3) para valores de  $a_w$  menores que 0,69 as isotermas a 25°C e 35°C são idênticas e a isoterma a 15°C fica diferenciada das demais para valores de  $a_w$  entre 0,3 e 0,69. A partir de valores da  $a_w$  0,69 ocorre uma mudança no comportamento das isotermas, isto é, as isotermas a 15°C e 25°C passam a ser idênticas e a isoterma a 35°C ocupa lugar de destaque localizando-se na parte superior da figura. Esta inversão no comportamento das isotermas quanto ao efeito da temperatura tem sido observada por vários pesquisadores para diversos produtos (PENA et al., 1996; ASCHERI & MARTUCCI, 1996).

De acordo com SARAVACOS et al. (1986) e TSAMI et al. (1990) este comportamento é característico de produtos ricos em açúcares ou que contenham açúcar e amido, tais como: uva, groselha, figo, ameixa e damasco secos. Deve-se salientar que o ponto de inversão do efeito da temperatura ocorre em níveis de valores de  $a_w$  diferentes e varia de acordo com o produto e seu teor de açúcares.

Na Figura 3.3 pode-se observar a influência da concentração dos componentes nas formulações nas isotermas de adsorção à temperatura constante. Verifica-se que para todas as temperaturas de estudo quanto maior a quantidade de material de parede utilizado nas formulações menor é a umidade de equilíbrio a um valor de  $a_w$  constante.

Nas Figuras 3.4 a 3.6 encontram-se as isotermas de adsorção de umidade das formulações estudadas ajustadas com as equações de Anderson, BET modificada, GAB e Oswin em todas as temperaturas dos experimentos.

Nas Figuras 3.4 e 3.5 observa-se que todas as equações ajustaram bem os dados experimentais em todas as temperaturas de estudo.

Na Figura 3.6 as equações ajustaram bem os dados experimentais da Formulação 3 nas temperaturas de 15°C e 25°C. Na temperatura de 35°C a equação de Oswin não ajustou os dados experimentais tão bem quanto as demais equações. Este fato é facilmente percebido através do valor do parâmetro P.

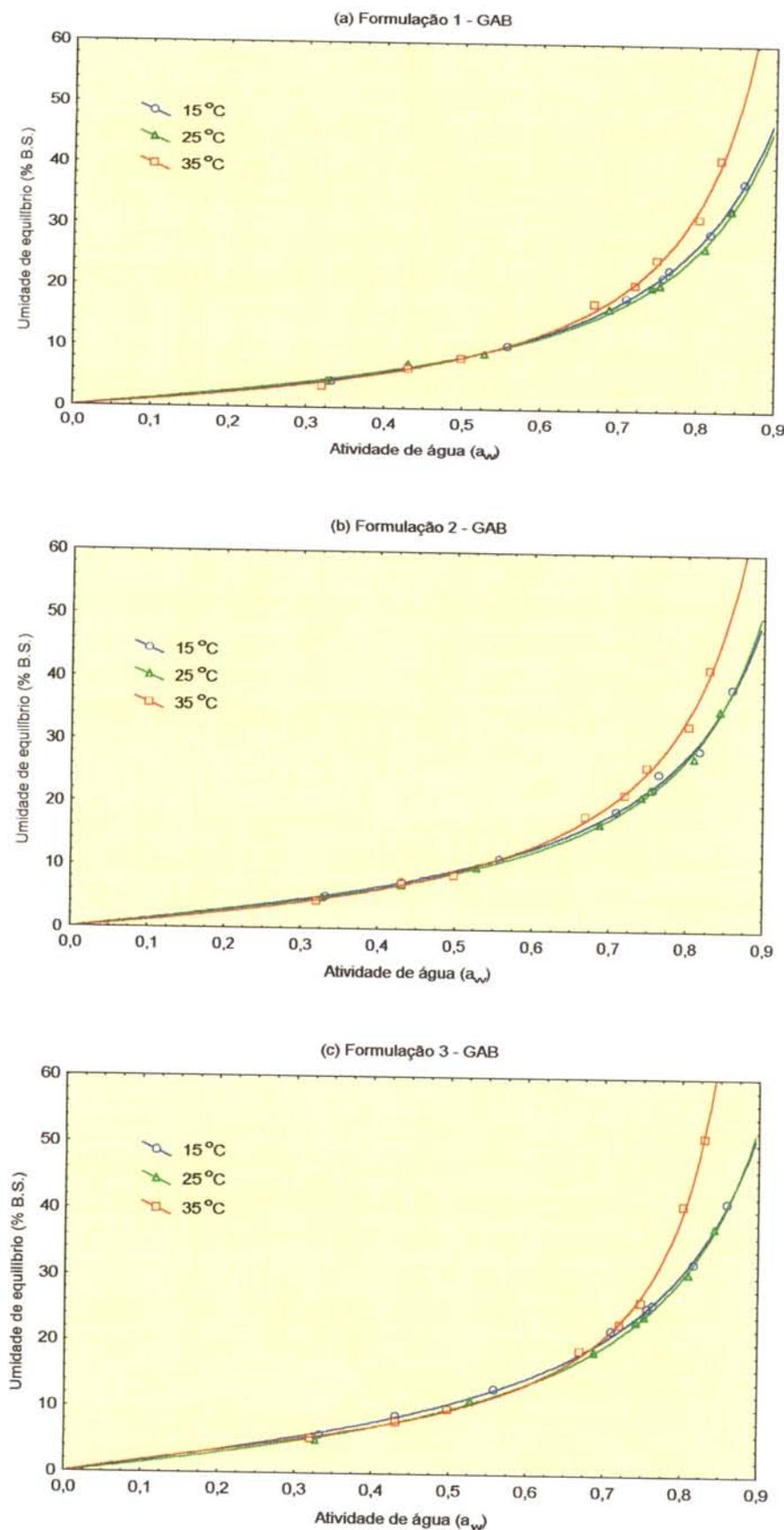


Figura 3.2 - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola em pó para as diferentes formulações ajustadas com a equação de GAB.

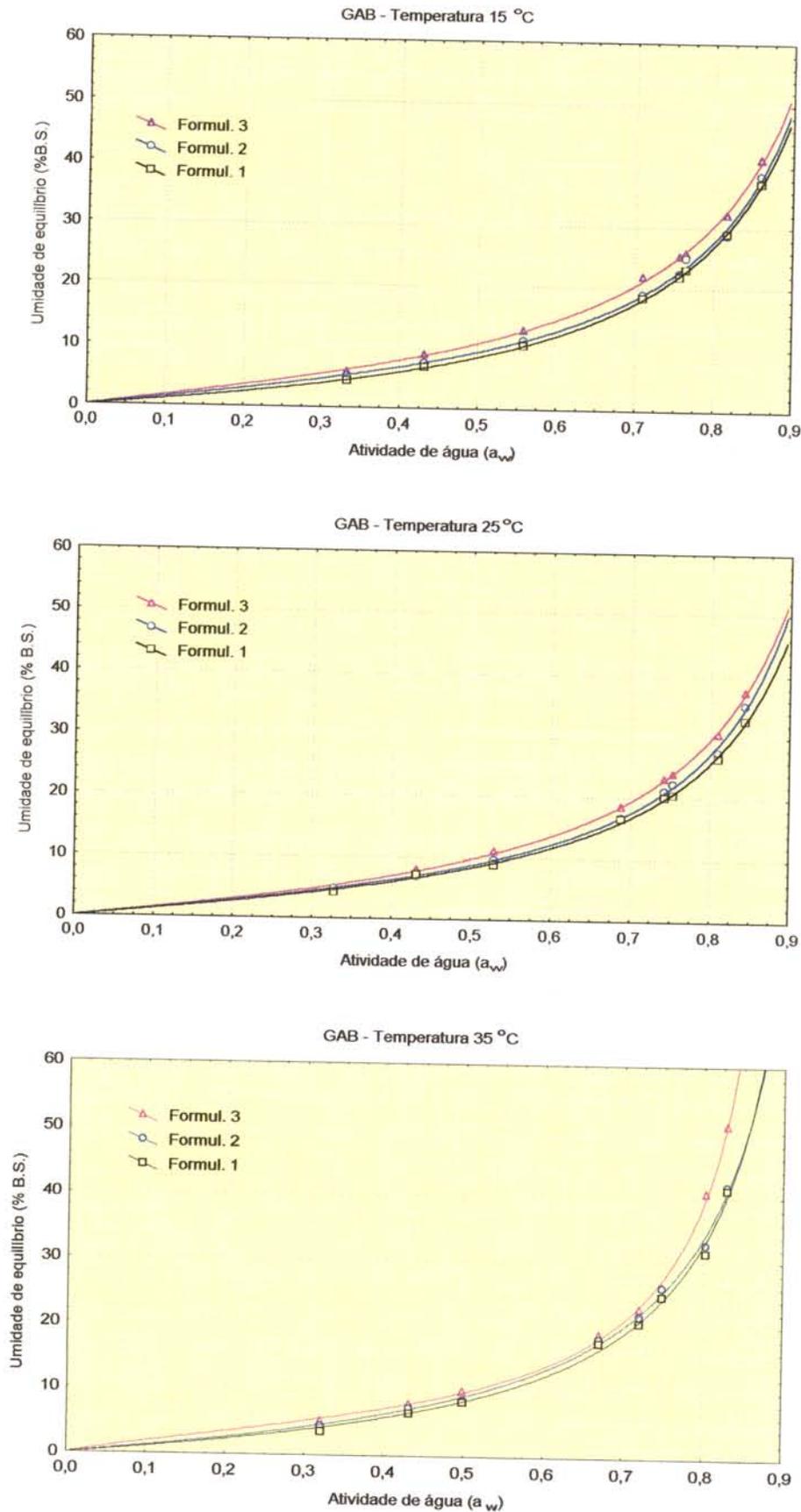


Figura 3.3 - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola em pó para as diferentes formulações e temperaturas ajustadas com a equação de GAB.

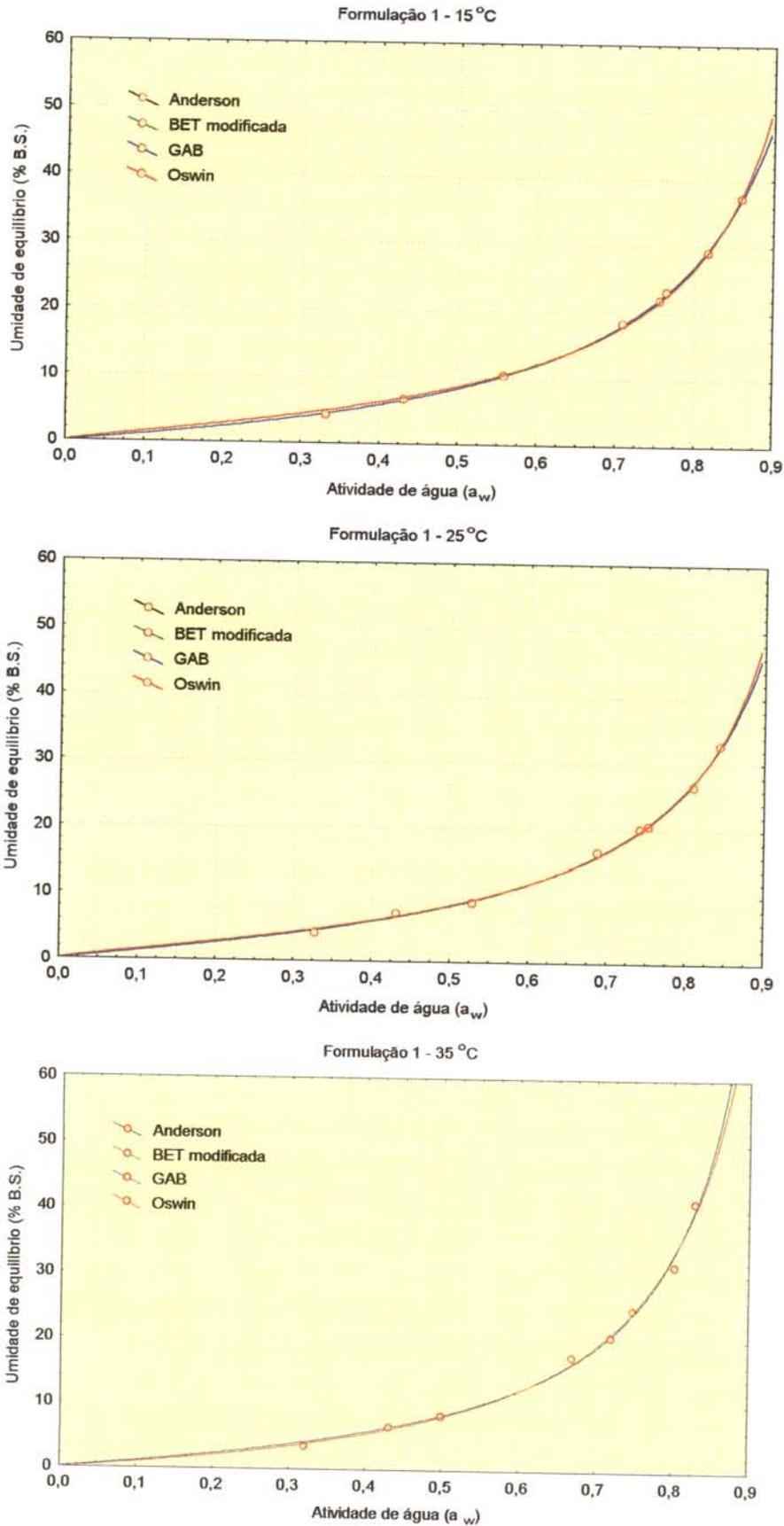


Figura 3.4- Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola em pó para a Formulação 1.

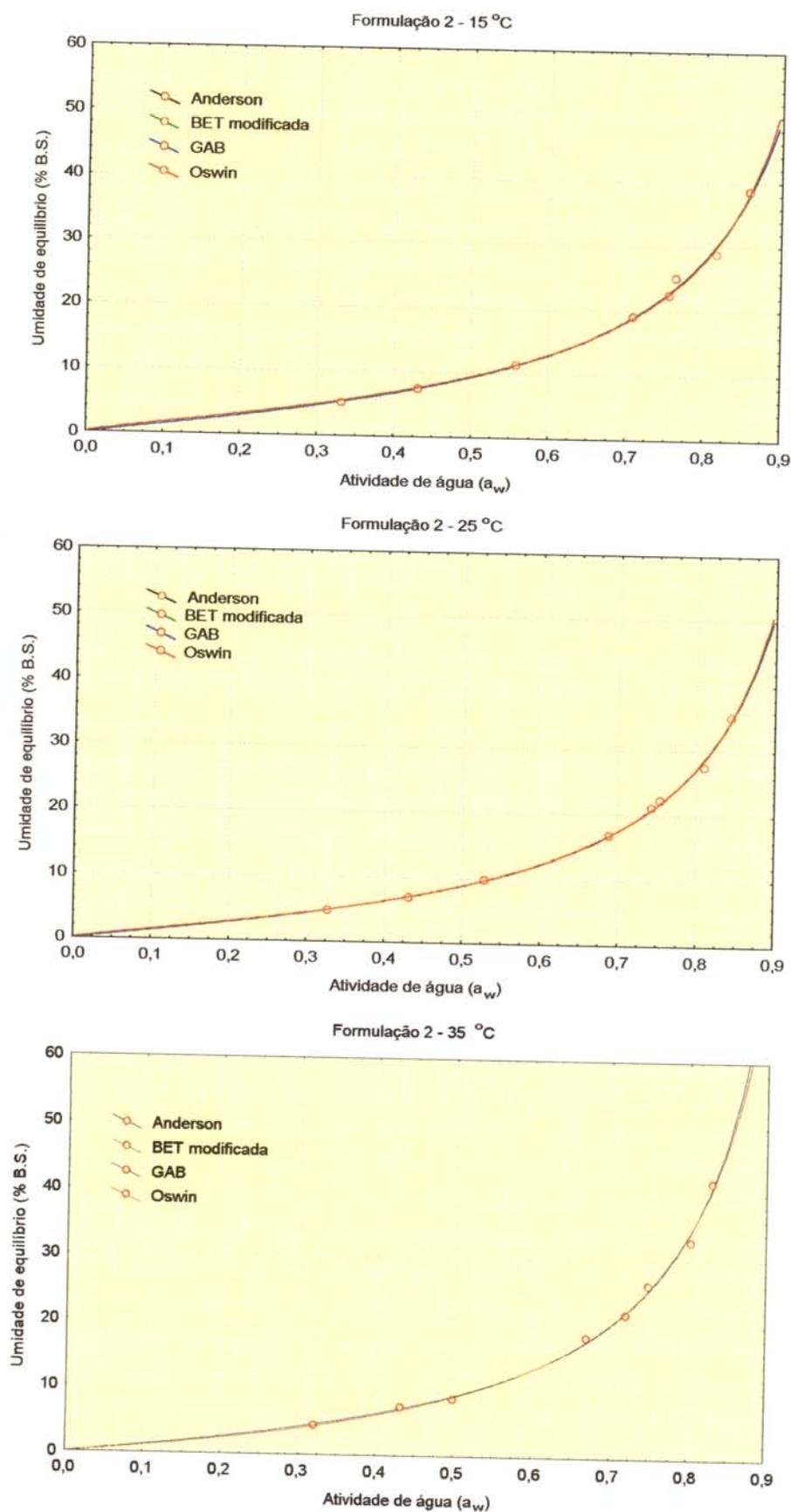


Figura 3.5 - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola em pó para a Formulação 2.

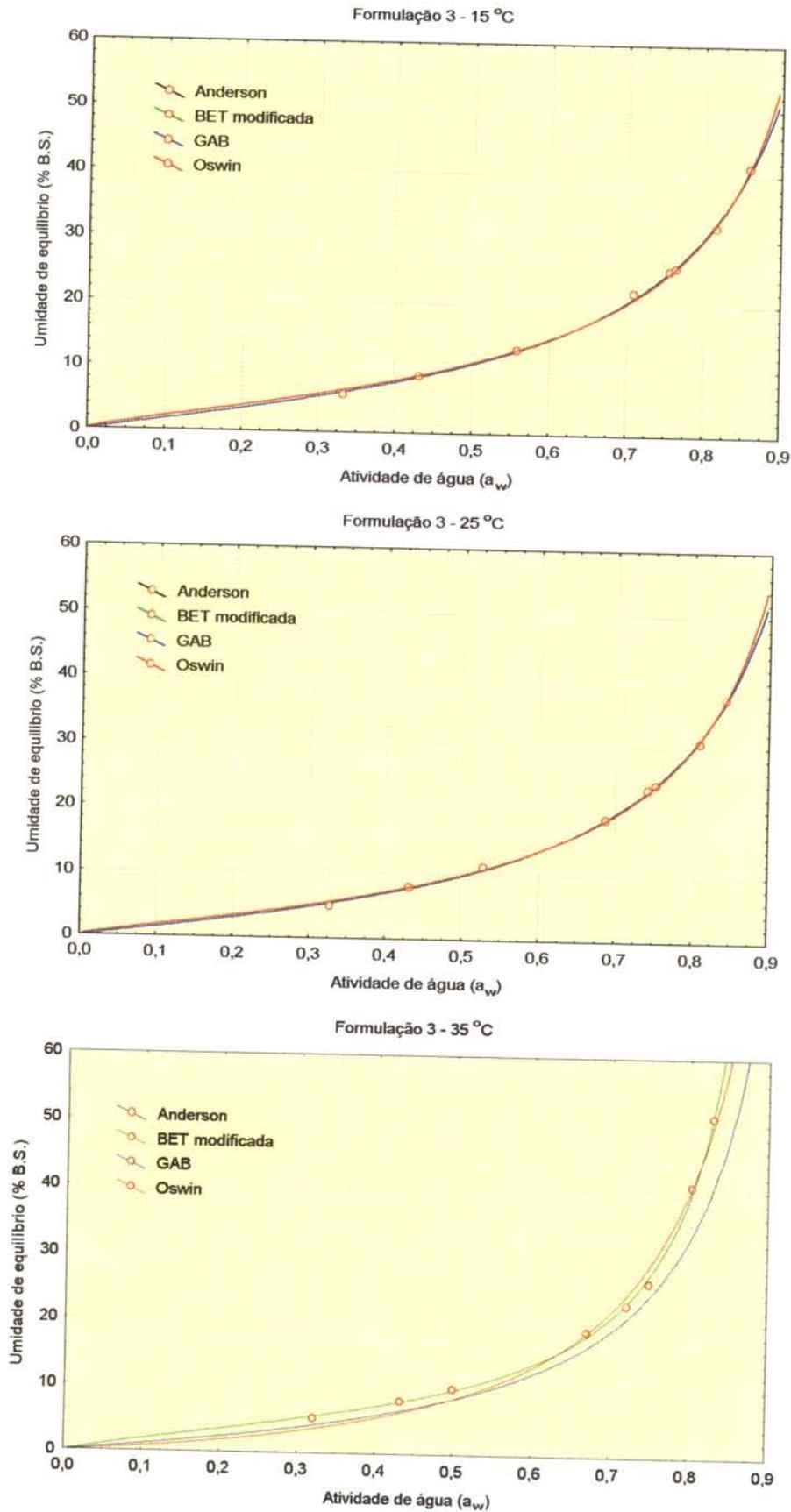


Figura 3.6 - Isotermas de adsorção de umidade do suco de acerola em pó para a Formulação 3.

### 3.5 - CONCLUSÕES

- As isotermas de adsorção do suco de acerola microencapsulado para as três diferentes amostras são do Tipo III de acordo com a classificação de BRUNAUER.
- Os valores da umidade de equilíbrio na monocamada decrescem com o aumento da temperatura.
- As equações de Anderson, BET modificada, GAB e Oswin ajustaram-se bem aos dados experimentais, podendo-se utilizar qualquer uma na estimativa das isotermas de adsorção do suco de acerola microencapsulado, para as diferentes formulações e temperaturas estudadas, exceto a equação de Oswin para a Formulação 3 na temperatura de 35°C em todo o intervalo de água estudado.
- A acerola em pó é um produto de alta higroscopicidade, visto que suas isotermas apresentam uma forma quase exponencial a  $a_w > 0,60$ .
- A Formulação 1 é menos higroscópica do que as demais formulações.
- Para a faixa de concentração de material de parede estudada quanto maior a quantidade de material de parede nas formulações menor é a higroscopicidade do produto final.

# *Capítulo 4*

*Armazenagem do pó de acerola  
em embalagem flexível plástica*

## 4.1 - INTRODUÇÃO

O tipo de embalagem utilizado para armazenar o produto alimentício é de suma importância, uma vez que interfere diretamente sobre a vida-de-prateleira. Algumas das conseqüências da permeabilidade das embalagens são as alterações por oxidação, a adsorção de umidade em produtos desidratados e a perda de compostos voláteis.

Das alternativas disponíveis no mercado o uso de embalagens flexíveis tem-se destacado devido a vários fatores, dentre os quais podem ser citados a compactidade, a conveniência na estocagem, no transporte e posicionamento nos pontos de venda; não necessitam de refrigeração e requerem menor gasto de energia na sua fabricação (o equivalente a 1/3 daquela exigida para a lata ou vidro) (GAVA, 1985).

LEME JR. et al. (1973) ao armazenar a temperatura ambiente polpa de acerola liofilizada, em frascos de vidro âmbar de 100 ml, fechados com tampas plásticas, parafinados e colocados em caixas de papelão ao abrigo da luz, verificaram perda de cerca de 10% de ácido ascórbico depois de nove meses.

### 4.1.1 - Objetivo

Esta pesquisa teve como objetivo estudar a estabilidade do pó de acerola embalado em laminado plástico durante o armazenamento (360 dias) e submetido as condições ambientais de Campinas - SP através dos parâmetros ácido ascórbico e umidade.

## 4.2 - MATERIAL E MÉTODOS

Nesta etapa do trabalho foram utilizadas como matéria-prima as amostras do suco de acerola em pó das Formulações 1 e 2.

A Formulação 3 foi excluída nesta etapa da pesquisa por apresentar sabor e cor inaceitáveis.

### 4.2.1 - Embalagem

Foram confeccionadas, com o auxílio de uma seladora manual, embalagens de filme laminado de 7,5 x 8,0 cm e adicionados cerca de 10 gramas das amostras em cada uma.

O filme laminado foi caracterizado em termos dos componentes da estrutura, determinação das espessuras total e parciais e taxa de permeabilidade ao oxigênio pelo Centro de Tecnologia de Embalagem (CETEA) do Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL - Campinas). Os resultados obtidos e fornecidos pelo CETEA são mostrados abaixo e na Tabela 4.1.

O laminado era composto de quatro camadas plásticas:

- Camada externa (Polietileno Tereftalato - PET),
- Camada 2 (Polietileno - PE),
- Camada 3 (Alumínio - AL),
- Camada interna (Polietileno - PE).

Tabela 4.1 - Espessuras total e parciais do laminado plástico utilizado na embalagem das formulações.

| Espessura ( $\mu\text{m}$ ) |                |          |          |                |
|-----------------------------|----------------|----------|----------|----------------|
| Total                       | Camada externa | Camada 2 | Camada 3 | Camada interna |
| 75                          | 12             | 11       | 12       | 40             |

Taxa de permeabilidade ao oxigênio =  $0,45 \text{ cm}^3 \text{ (CNTP)}/\text{m}^2/\text{dia}$ , a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , a seco e 1 atm de gradiente de pressão parcial de gás permeante.

#### 4.2.2 - Armazenamento

As amostras embaladas do pó das duas formulações foram deixadas sob as condições ambientais do laboratório, na cidade de Campinas, e a cada 60 dias foi feito o acompanhamento através dos parâmetros umidade e ácido ascórbico.

#### 4.2.3 - Ácido ascórbico

A determinação do ácido ascórbico foi feita, em triplicata, na amostra reconstituída com água destilada utilizando-se o método titulométrico nº 43.056 (A.O.A.C., 1984) modificado por BENASSI (1990) onde substituiu-se o solvente extrator ácido metafosfórico por ácido oxálico.

#### 4.2.4 - Umidade

A umidade das amostras foi determinada, em triplicata, utilizando-se cerca de 1 a 2 g da amostra e submetendo-as a secagem em estufa a vácuo à  $70 \pm 1^\circ\text{C}$  até peso constante.

#### 4.2.5 - Análise estatística

A análise estatística dos dados de umidade e ácido ascórbico foi feita utilizando-se o delineamento inteiramente casualizado, com três repetições. As análises de variância foram feitas usando o programa computacional ASSISTAT 6.1 (SILVA, 1996).

A comparação entre médias foi feita pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade (GOMES, 1987).

### 4.3 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises estatísticas referentes a umidade e ácido ascórbico dos sucos de acerola microencapsulados em função dos períodos de armazenamento e formulações encontram-se nas Tabelas 4.2 a 4.5.

#### 4.3.1 - Ácido ascórbico

A análise de variância dos resultados observados para o valor médio do ácido ascórbico da Formulação 1 encontram-se na Tabela 4.2. Verificou-se que para o período de armazenagem houve efeito significativo ao nível de 1% de probabilidade pelo teste de F.

Tabela 4.2 - Análise de variância dos valores médios do ácido ascórbico da Formulação 1.

| Fonte de variação | G.L       | S.Q             | Q.M      | F      |
|-------------------|-----------|-----------------|----------|--------|
| Período           | 6         | 7.386,67        | 1.231,11 | 7,76** |
| Resíduo           | 14        | 2.221,33        | 158,67   |        |
| <b>Total</b>      | <b>20</b> | <b>9.608,00</b> |          |        |

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

G.L - Grau de liberdade; S.Q - Soma dos quadrados e Q.M - Quadrado médio dos desvios.

Na Tabela 4.3 encontram-se os valores médios do ácido ascórbico da Formulação 1 para os diferentes períodos de armazenamento. Constata-se nessa tabela que o suco de acerola microencapsulado da Formulação 1, na embalagem utilizada, permitiu a conservação do ácido ascórbico em todos os períodos de

armazenagem, não havendo diferenças significativas entre as médias observadas do período  $P_0$  até o período  $P_5$ . Os períodos  $P_3$ ,  $P_4$  e  $P_6$  não diferem estatisticamente entre si, no entanto revelam a tendência de redução do teor de ácido ascórbico com o tempo. Logo, observa-se que o conjunto tipo de embalagem e formulação utilizada na microencapsulação do suco de acerola armazenado nas condições ambientais de Campinas durante o período de um ano demonstrou conservar o produto muito bem, ocorrendo perdas no conteúdo de ácido ascórbico em torno de 2%.

Tabela 4.3 - Valores médios do ácido ascórbico da Formulação 1 para os diferentes períodos de armazenamento.

| Período | Ácido ascórbico<br>(mg/100 g de pó) |
|---------|-------------------------------------|
| $P_0$   | 2.207 a                             |
| $P_1$   | 2.226 a                             |
| $P_2$   | 2.225 a                             |
| $P_3$   | 2.200 ab                            |
| $P_4$   | 2.194 ab                            |
| $P_5$   | 2.207 a                             |
| $P_6$   | 2.167 b                             |

MG = 2.204 ; CV(%) = 0,57 ; DMS = 35,13

obs.: as médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

MG - Média geral; CV - Coeficiente de variação e DMS - Desvio mínimo significativo.

Na Tabela 4.4 é apresentada a análise de variância do ácido ascórbico da Formulação 2. Verifica-se que para o fator estudado houve efeito significativo ao nível de 1% de probabilidade pelo Teste de F.

Tabela 4.4 - Análise de variância dos dados médios de ácido ascórbico da Formulação 2.

| Fonte de variação | G.L       | S.Q              | Q.M      | F       |
|-------------------|-----------|------------------|----------|---------|
| Período           | 6         | 14.864           | 2.477,33 | 12,18** |
| Resíduo           | 14        | 2.848            | 203,43   |         |
| <b>Total</b>      | <b>20</b> | <b>17.712,00</b> |          |         |

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

G.L - Grau de liberdade; S.Q - Soma dos quadrados e Q.M - Quadrado médio dos desvios.

Analisando-se a Tabela 4.5, nota-se que existe tendência à redução do ácido ascórbico com o decorrer do tempo, esta tendência fica mais pronunciada observando-se os períodos P<sub>3</sub>, P<sub>4</sub> e P<sub>6</sub>, os quais não diferem estatisticamente entre si, fato este também observado para a Formulação 1. No final do período de um ano, verificou-se perda do ácido ascórbico para a Formulação 2 em torno de 3% quando armazenado nas condições ambientais de Campinas na embalagem em discussão.

Tabela 4.5 - Valores médios do ácido ascórbico da Formulação 2 para os diferentes períodos de armazenamento.

| Período        | Ácido ascórbico<br>(mg/100 g de pó) |
|----------------|-------------------------------------|
| P <sub>0</sub> | 2.480 a                             |
| P <sub>1</sub> | 2.469 ab                            |
| P <sub>2</sub> | 2.445 abc                           |
| P <sub>3</sub> | 2.437 bcd                           |
| P <sub>4</sub> | 2.409 cd                            |
| P <sub>5</sub> | 2.447 abc                           |
| P <sub>6</sub> | 2.401 d                             |

MG = 2.441 ; CV% = 0,58 ; DMS = 39,77

obs.: as médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

MG - Média geral; CV - Coeficiente de variação e DMS - Desvio mínimo significativo.

Na Figura 4.1 estão representados graficamente os valores experimentais do ácido ascórbico das formulações durante 360 dias de armazenamento, onde visualmente verificou-se que os valores do ácido ascórbico da Formulação 1 diminuíram menos que os valores da Formulação 2. Verifica-se nesta figura que os valores de ácido ascórbico referentes ao período P<sub>5</sub> fogem ao comportamento decrescente observado nos demais períodos. Algumas explicações para esta discrepância seriam alterações dos reagentes ou erros de titulação.

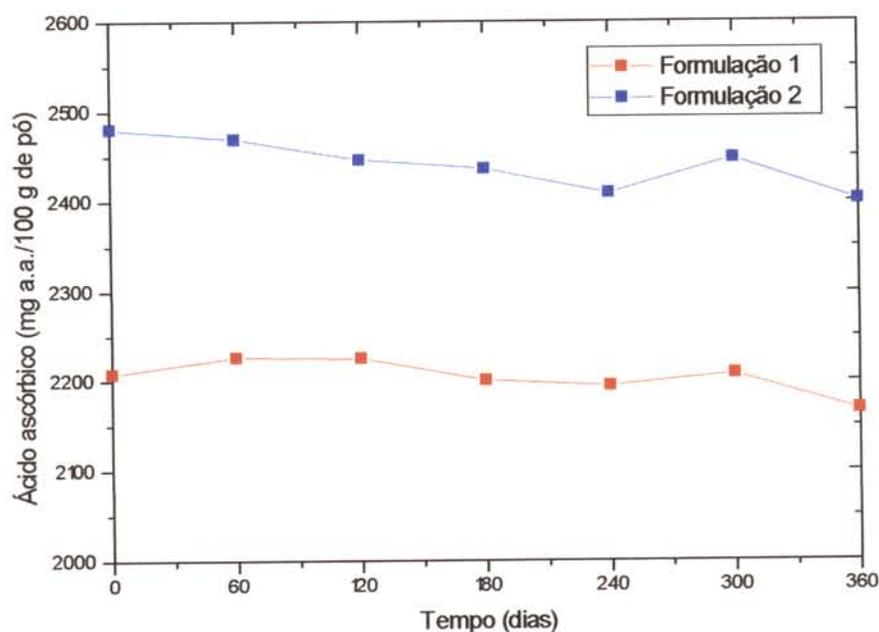


Figura 4.1 - Dados experimentais dos valores de ácido ascórbico em função do tempo de armazenagem para as duas formulações estudadas.

## 4.3.2 - Umidade

Na Tabela 4.6 encontra-se a análise de variância dos dados médios da umidade da Formulação 1. Observa-se que para o fator estudado (período de armazenagem) houve efeito significativo ao nível de 1% de probabilidade pelo teste de F.

Tabela 4.6 - Análise de variância dos dados médios de umidade da Formulação 1.

| Fonte de variação | G.L       | S.Q         | Q.M    | F       |
|-------------------|-----------|-------------|--------|---------|
| Período           | 6         | 1,48        | 0,2458 | 89,65** |
| Resíduo           | 14        | 0,04        | 0,0027 |         |
| <b>Total</b>      | <b>20</b> | <b>1,51</b> |        |         |

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

G.L - Grau de liberdade; S.Q - Soma dos quadrados e Q.M - Quadrado médio dos desvios.

Na Tabela 4.7 são apresentados os valores médios da umidade da Formulação 1 acondicionadas em filme laminado, submetidos às condições ambientais de Campinas por um período de um ano. Não se verificou variações de umidade durante a armazenagem, podendo observar que os três últimos valores medidos são semelhantes aos dois primeiros, apesar de estatisticamente existir diferenças significativas entre alguns períodos de armazenagem.

Tabela 4.7 - Valores médios da umidade da Formulação 1 para os diferentes períodos de armazenagem.

| Período        | Umidade<br>(% B.S.) |
|----------------|---------------------|
| P <sub>0</sub> | 2,57 d              |
| P <sub>1</sub> | 2,75 c              |
| P <sub>2</sub> | 2,96 b              |
| P <sub>3</sub> | 3,41 a              |
| P <sub>4</sub> | 2,75 c              |
| P <sub>5</sub> | 2,60 d              |
| P <sub>6</sub> | 2,77 c              |

MG = 2,83 ; CV% = 1,85 ; DMS = 0,15

obs.: as médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

MG - Média geral; CV - Coeficiente de variação e DMS - Desvio mínimo significativo.

A análise de variância dos dados médios de umidade da Formulação 2 encontram-se na Tabela 4.8. Para o fator estudado houve efeito significativo ao nível de 1% de probabilidade pelo teste de F.

Tabela 4.8 - Análise de variância dos dados médios de umidade da Formulação 2.

| Fonte de variação | G.L | S.Q  | Q.M    | F       |
|-------------------|-----|------|--------|---------|
| Período           | 6   | 0,86 | 0,1437 | 16,55** |
| Resíduo           | 14  | 0,12 | 0,0087 |         |
| <b>Total</b>      | 20  | 0,98 |        |         |

\*\* Significativo ao nível de 1% de probabilidade

G.L - Grau de liberdade; S.Q - Soma dos quadrados e Q.M - Quadrado médio dos desvios.

Na Tabela 4.9 observa-se que as variações na umidade entre os períodos de armazenamento não diferiram significativamente entre si, exceto no Período P<sub>0</sub> e P<sub>2</sub>. Assim, como na Formulação 1 não se nota nos dados da Tabela 4.9 uma

tendência de variação da umidade com o tempo de armazenamento. O valor da umidade no período P<sub>2</sub> não pode ser considerado isoladamente, uma vez que os valores em períodos posteriores foram menores.

As diferenças estatísticas verificadas entre os períodos de armazenamento para os valores de umidade nas duas formulações podem ser explicadas pelo fato das amostras serem muito higroscópicas, isto é, no momento de embalar o produto o material ficou parcialmente exposto as condições ambientais durante a pesagem, com isso possivelmente absorveu umidade. A diferença entre o maior e o menor valor de umidade da Formulação 1, durante o armazenamento, foi de apenas 0,84% e para a Formulação 2 foi de 0,75%.

Tabela 4.9 - Valores médios da umidade da Formulação 2 para os diferentes períodos de armazenagem.

| Período        | Umidade<br>(% B.S.) |
|----------------|---------------------|
| P <sub>0</sub> | 3,23 c              |
| P <sub>1</sub> | 3,65 b              |
| P <sub>2</sub> | 3,98 a              |
| P <sub>3</sub> | 3,62 b              |
| P <sub>4</sub> | 3,66 b              |
| P <sub>5</sub> | 3,61 b              |
| P <sub>6</sub> | 3,57 b              |

MG = 3,62 ; CV% = 2,58 ; DMS = 0,26

obs.: as médias seguidas pela mesma letra não diferem estatisticamente entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

MG - Média geral; CV - Coeficiente de variação e DMS - Desvio mínimo significativo.

Na Figura 4.2 estão representados graficamente os valores de umidade das formulações durante o armazenamento.

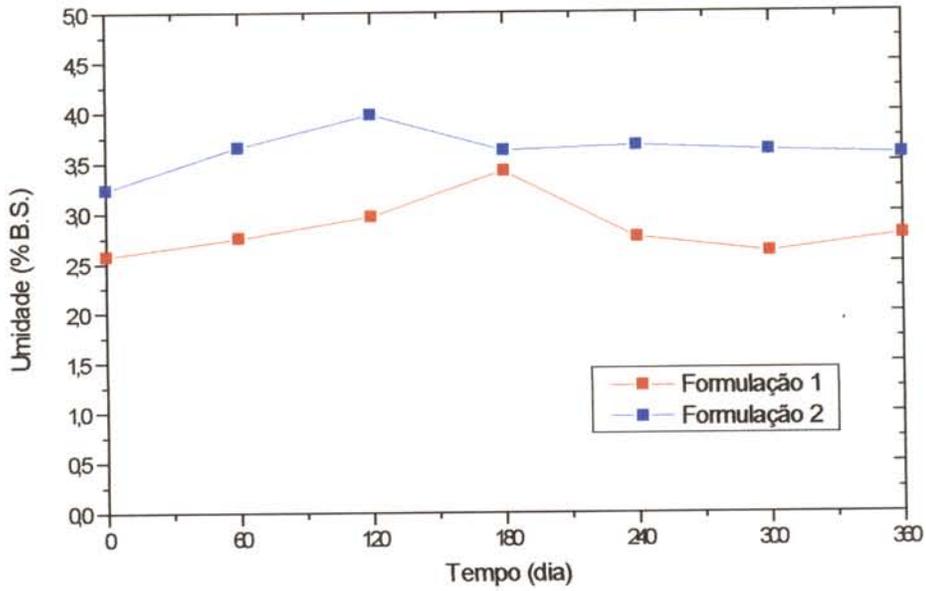


Figura 4.2 - Dados experimentais dos valores de umidade em função do tempo de armazenagem para as duas formulações estudadas.

## **4.4 - CONCLUSÕES**

- A perda de ácido ascórbico no final do período de armazenagem foi cerca de 2 e 3% para as Formulações 1 e 2, respectivamente.
- A diferença entre o maior e o menor valor de umidade da Formulação 1, durante o armazenamento, foi de apenas 0,84% e para a Formulação 2 foi de 0,75%.
- A umidade das amostras das Formulações 1 e 2 durante a armazenagem podem ser consideradas como constante.
- A embalagem utilizada para armazenar o suco de acerola em pó para as duas formulações conservou o produto adequadamente.

# *Capítulo 5*

*Análise instrumental da cor*

## 5.1 - INTRODUÇÃO

Industrialmente a cor de um produto é especificado, controlado e inspecionado em diferentes setores, tais como: projeto, produção e controle de qualidade. A cor de um produto alimentício é também uma das características mais marcantes com relação a sua aceitação, isto é, quando a cor de um alimento começa a se alterar significativamente com o tempo é indício que alterações químicas, físicas ou microbiológicas estão ocorrendo. Estas alterações podem ocorrer, por exemplo, em um produto microencapsulado, porque apesar da microencapsulação ter a função de proteger o material ativo de agentes externos, o conteúdo das microcápsulas é liberado, intencionalmente ou não, através de uma série de métodos (mecânicos - mastigação; fusão - por exposição ao calor; ou solubilização). Assim, através do acompanhamento da cor do alimento pode-se detectar alterações indicativas de que a microencapsulação foi ou está prestes a ser rompida.

Para prevenir erros devido a diferenças na percepção visual da cor, um sistema de controle de cor baseado em medidas objetivas e valores numéricos é geralmente utilizado.

### 5.1.1 - Objetivos

Caracterizar instrumentalmente a cor inicial das três formulações.

Analisar instrumentalmente as alterações de cor do suco de acerola em pó das Formulações 1 e 2 submetido a diferentes condições de umidade e temperatura.

## 5.2 - REVISÃO DE LITERATURA

A cor é um dos três principais atributos de qualidade do alimento juntamente com sabor e textura. Para a maioria dos consumidores é um fator significativo na determinação de sua aceitação (FRANCIS, 1991; CHITARRA & CHITARRA, 1990).

De acordo com BOBBIO & BOBBIO (1992) a aparência de um alimento concorre grandemente para a sua aceitabilidade, razão pela qual a cor talvez seja a propriedade mais importante dos alimentos, tanto naturais quanto processados. A cor em alimentos resulta da presença de compostos coloridos já existentes no produto natural (pigmentos naturais) ou da adição de corantes sintéticos. Além desses compostos, durante o processamento ou armazenagem de alimentos pode haver formação de substâncias coloridas, como é o caso dos caramelos e melanoidinas.

Os principais tipos de pigmentos que ocorrem nos vegetais são: clorofila, carotenóides e antocianinas.

A clorofila, responsável pela cor verde, é abundante principalmente nos frutos jovens e folhas. A sua degradação é causada por vários fatores, entre eles podemos citar alteração no pH, atividade enzimática da clorofilase, oxidantes e outros.

Carotenóides geralmente são de cor amarela e laranja, podendo apresentar cor vermelha (licopeno - principal pigmento do tomate).

Antocianinas são os pigmentos responsáveis pelas cores em tons de vermelho, púrpura ou violeta na maioria das hortaliças, frutas e seus produtos. De acordo com CHITARRA & CHITARRA (1990) em pH ácido a tonalidade da cor é vermelha; em pH neutro a cor é púrpura e em pH alcalino é azul.

As antocianinas podem ocultar a clorofila e os carotenóides devido a sua coloração acentuada. Não são muito estáveis sendo facilmente convertidas de sua coloração característica natural para indesejáveis compostos coloridos escuros (STARR & FRANCIS, 1968).

Muitos fatores durante o processamento e armazenagem tem mostrado influenciar a degradação dos pigmentos. Os principais fatores que afetam a degradação das antocianinas são: temperatura, pH, compostos fenólicos, açúcares e seus produtos de degradação, ação enzimática, hidrólise ou polimerização, oxidação do ácido ascórbico e seus produtos da oxidação (dióxido de enxofre, furfural e hidroximetilfurfural) (MARKAKIS, 1982; MAZZA & BROUILLARD, 1987; STRACK & WRAY, 1989).

Os compostos fenólicos estão presentes nos vegetais, sendo relacionados com o sabor através da sensação de adstringência dos frutos e com a coloração através de pigmentos. Um dos compostos fenólicos encontrados em frutas são as leuco-antocianinas, as quais não são pigmentadas e geralmente estão mais concentradas na casca do que na polpa.

A oxidação da vitamina C leva à formação de furaldeídos, compostos que polimerizam-se facilmente, com formação de pigmentos escuros, e aceleram a degradação de antocianinas (BOBBIO & BOBBIO, 1992; IADEROZA, 1983).

As alterações dos pigmentos podem ser detectadas através da medida da cor, que pode ser usada como um meio indireto de análise para estimar compostos coloridos de alimentos, desde que muitas vezes é mais simples e rápido do que a análise química (FRANCIS, 1983).

Vários pesquisadores estabeleceram correlações entre o conteúdo de carotenóides total e a cor para diversos produtos tais como: abóbora e batata doce (FRANCIS, 1962; AHMED & SCOTT, 1962).

Outros pesquisadores desenvolveram equações de regressão usando medidas da cor para prever a concentração de antocianinas totais em framboesas (ROBBINS & MOORE, 1990; MOORE, 1997).

A cor em alimentos pode ser expressa em termos de unidades normalizadas internacionalmente desde a reunião da “Commission Internationale d’Eclairage” (CIE), organização internacional ligada à normalização de unidades de luz e cor, realizada em Paris em 1931. Nesta reunião foi estabelecida uma nomenclatura e um espaço de cor, método para expressar a cor de um objeto ou uma fonte de luz usando alguma forma de notação, tal como números conhecido como sistema CIE ( $Y_{xy}$ ), baseado nos valores triestímulos XYZ.

O método mais utilizado na indústria de alimentos para medição da cor não é o espectrofotométrico, mas sim o de colorimetria de triestímulos, que não requer muita manipulação manual ou integradores caros (FERREIRA, 1991). Este instrumento oferece várias escalas de cor e todas são transformadas matematicamente dos valores triestímulos X, Y e Z que são as medidas da

contribuição proporcional dos componentes vermelho, verde e azul do espectro visível que equivale à cor da amostra (OLIVER et al., 1992).

Um colorímetro triestímulo simples é mostrado na Figura 5.1. Composto basicamente por uma luz branca de uma fonte padrão da CIE que incide sobre a amostra a ser medida e é refletida a 45° (reflexão difusa) onde é medida por uma fotocélula após passar através dos filtros X, Y ou Z (FRANCIS & CLYDESDALE, 1975). Estes filtros simulam as curvas do observador padrão (a formação de cor pelo observador padrão da CIE subentende um ângulo visual de 2° ou 10°); a luz que atinge a fotocélula é modificada e propicia leituras que simulam o que os olhos vêem, daí os valores são obtidos diretamente do equipamento.

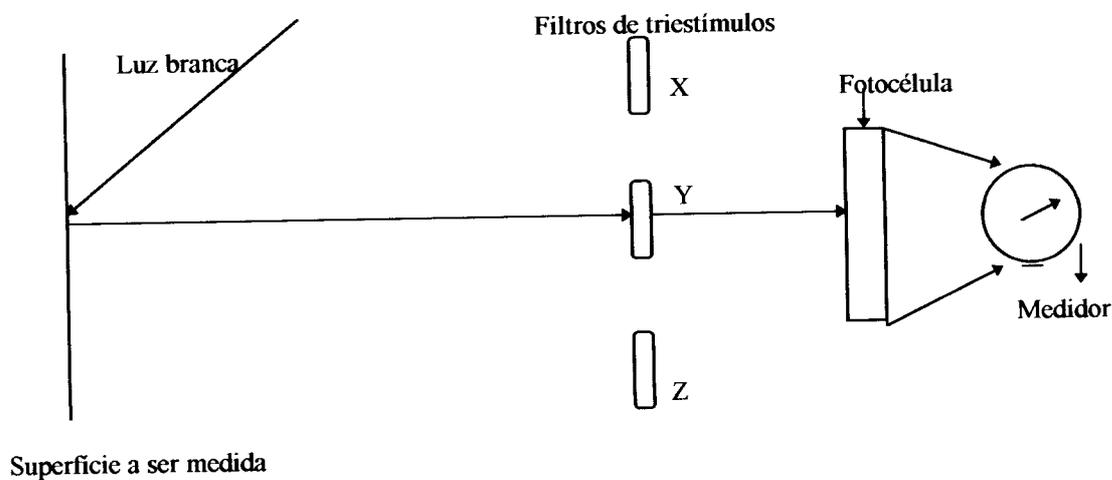


Figura 5.1 - Esquema de um colorímetro de triestímulo com os elementos essenciais (FRANCIS & CLYDESDALE, 1975).

O CIE definiu várias fontes padrão, sendo as principais as Fontes A (temperatura de cor de 2854 K), B (temperatura de cor de 4870 K) e C

(temperatura de cor de 6740 K). O iluminante C tem sido o mais usado em laboratórios, e a maioria das especificações de cor em termos de aparência são feitas com base neste iluminante.

Entre as muitas modificações deste sistema, as mais conhecidas e usadas são os sistemas Hunter (L, a, b) e CIELAB ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ):

- Espaço de cor CIELAB ( $L^*a^*b^*$ ) - Definido pelo CIE (Commission Internationale d'Éclairage) em 1976, para proporcionar mais uniformidade nas diferenças de cor em relação as diferenças visuais; reduzir um dos principais problemas do espaço de cor original Yxy: que igual distância sobre o diagrama de cromaticidade x, y não corresponde a igual diferença de cor percebida. Neste espaço de cor,  $L^*$  indica a luminosidade e  $a^*$  e  $b^*$  são as coordenadas de cromaticidade (+ $a^*$ =vermelho; - $a^*$ =verde; + $b^*$ =amarelo; - $b^*$ =azul e o centro é acromático).

- Espaço de cor Hunter - Desenvolvido por R. S. Hunter em 1948, com o espaço de cor mais uniforme visualmente do que o espaço de cor CIE. Similar ao espaço de cor CIELAB, é usado em vários campos da indústria, inclusive na pesquisa de alimentos. Os espaços dentro do sólido são localizados através dos eixos L, a, b. L é a luminosidade e varia do branco ao preto (100 a 0). O vermelho é representado por +a, verde por -a, amarelo por +b e azul por -b. De acordo com LEE (1983) o decréscimo dos valores L, a e b implica no escurecimento da amostra, que pode ser devido a perda do caroteno e/ou degradação (aeróbica e anaeróbica) do ácido ascórbico que produz pigmentos escuros.

## 5.3 - MATERIAL E MÉTODOS

### 5.3.1 - Análise instrumental da cor

Foi feita a avaliação instrumental da cor das amostras do suco de acerola em pó utilizando-se um colorímetro portátil Minolta, modelo CR-300, com iluminante C e ângulo de  $2^\circ$ , através da determinação dos valores  $L_{\text{Hunter}}$  (luminosidade),  $a_{\text{Hunter}}$  (intensidade de vermelho) e  $b_{\text{Hunter}}$  (intensidade de amarelo). Os padrões utilizados na calibração do equipamento, com placa branca reflectiva, foram:  $Y = 94,20$ ,  $x = 0,3134$  e  $y = 0,3207$ .

Na primeira parte deste capítulo foi feita a caracterização, através da análise instrumental, da cor inicial das três formulações.

Na segunda parte deste capítulo foi realizado o estudo das alterações da cor das Formulações 1 e 2. Para tal, tomou-se uma amostra para avaliação inicial da cor, depois as amostras foram colocadas em pequenas placas de vidro e em recipientes herméticos, com diferentes soluções saturadas de sais e armazenadas em estufas com três diferentes temperaturas produzindo umidades relativas de acordo com a Tabela 5.1. Conduziu-se o ensaio por um período de trinta dias, fazendo-se avaliações da cor, em triplicata, no quinto e trigésimo dia.

Tabela 5.1 - Umidades relativas proporcionadas pelos sais a diferentes temperaturas.

| Sais                              | 15°C  | 25°C  | 35°C  | Média |
|-----------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> | 55,87 | 52,89 | 49,91 | 52,89 |
| NaCl                              | 75,61 | 79,29 | 74,87 | 76,59 |
| KCl                               | 85,92 | 84,34 | 82,95 | 84,40 |

### 5.3.2 - Análise estatística

A comparação entre médias de leitura das amostras foi feita através do teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade com o auxílio do software ASSISTAT (SILVA, 1996).

Foi determinada a cor em 54 amostras (2 formulações X 3 temperaturas X 3 U.R. X 3 repetições).

## 5.4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.4.1 - Caracterização inicial da cor das formulações

Na Tabela 5.2 estão apresentados os valores iniciais médios dos parâmetros da cor das três formulações. Verifica-se que a cor das três amostras, através dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  diferem significativamente entre si ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey. Com relação ao parâmetro  $a_{\text{Hunter}}$  os dados entre a Formulação 1 e 3 não diferem estatisticamente entre si.

Tabela 5.2 - Valores médios iniciais dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para as três formulações<sup>1</sup>.

| Formulação (nº) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|-----------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 1               | 53,10 b             | +9,71 a             | +12,06 c            |
| 2               | 54,65 a             | +7,01 b             | +13,27 b            |
| 3               | 46,06 c             | +9,76 a             | +15,71 a            |
| D.M.S. (5%)     | 0,75                | 0,12                | 0,26                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

De acordo com os dados da Tabela 5.2, a luminosidade é bem menor na Formulação 3 quando comparada com as outras formulações; a intensidade do componente vermelho ( $a_{\text{Hunter}}$ ) e amarelo ( $b_{\text{Hunter}}$ ) são maiores na Formulação 3.

A cor do produto é dada pela combinação destes três parâmetros, pode-se observar através dos dados que a Formulação 1 tem uma cor mais avermelhada,

pois é a formulação que possui o menor valor do componente amarelo. Enquanto que, a Formulação 2 apresenta uma cor intermediária e a Formulação 3 uma cor mais amarelada, fato este confirmado visualmente.

O descarte da Formulação 3, do estudo das alterações da cor, foi recomendado observando-se os parâmetros da cor e através de confirmação da análise visual feita com grupo de trabalho.

## 5.4.2 - Estudo das alterações dos parâmetros da cor

### 5.4.2.1 - Formulação 1

#### 5.4.2.1.1 - Efeito do tempo de armazenagem

Os resultados médios da análise instrumental da cor de três amostras da Formulação 1 submetida às condições controladas de três umidades relativas e três temperaturas por um período de trinta dias são apresentados nas Tabelas de 5.3 a 5.11. Estes resultados podem ser visualizados nas Figuras B.1, B.2 e B.3 (Apêndice B).

Verifica-se nas Tabelas de 5.3 a 5.11 que os valores médios da luminosidade diminuem significativamente entre si com o tempo de armazenagem, em todas as temperaturas e umidades relativas estudadas, exceto entre o período inicial e o quinto dia, na temperatura de 15°C e U.R. de 52,89% (Tabela 5.3), fato explicado por se tratar, dentre as condições estudadas, das mais favoráveis a armazenagem, ou seja, o processo de alterações nestas condições é mais lento.

Observando-se as Tabelas de 5.3 a 5.11 nota-se que os valores do componente vermelho no final da armazenagem (30 dias) diminuíram, em relação ao valor inicial, em todas as U.R. e temperaturas, exceto na temperatura de 25°C e U.R. de 76,59% na qual teve um aumento de 4,53%. As maiores reduções da luminosidade e dos componentes vermelho e amarelo ocorreram na temperatura de 35°C e U.R. de 84,40%, sendo de 63,54%, 63,44% e 86,40%, respectivamente.

Nas umidades relativas de 76,59% e 84,40% e em todas as temperaturas o componente amarelo diminuiu significativamente entre si com o tempo de armazenagem. De acordo com OLIVA (1995) a diminuição do valor deste componente pode ser atribuída à degradação de carotenóides da amostra.

Na U.R. de 52,89% e em todas as temperaturas o comportamento do componente amarelo foi contrário àquele ocorrido nas outras U.R., isto é, houve um aumento do seu valor. Ainda com relação a esta U.R. observou-se que visualmente e instrumentalmente ocorreram as menores alterações de cor. Reações de escurecimento nas temperaturas de 15°C e 25°C não foram perceptíveis visualmente após 30 dias de armazenagem.

Dos três componentes da cor avaliados neste trabalho a luminosidade mostrou-se o mais sensível às condições de armazenagem. Suas alterações, no caso reduções, com o tempo de armazenagem ocorrem com grande intensidade nos primeiros cinco dias quando submetidos a umidades relativas de 76,59% e 84,40%.

Na Tabela 5.3 vê-se que os valores do componente vermelho diminuem significativamente entre si durante a armazenagem. As menores reduções nos valores da luminosidade ocorreram nestas condições de temperatura e U.R., indicando ocorrer nestas condições a menor alteração deste parâmetro. A segunda menor alteração ocorreu com a mesma U.R. e temperatura de 25°C, seguida pela temperatura de 35°C para a mesma U.R.

Tabela 5.3 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 a             | +12,06 c            |
| 5            | 53,03 a             | +8,15 b             | +13,02 b            |
| 30           | 48,28 b             | +7,89 c             | +13,64 a            |
| D.M.S. (5%)  | 1,04                | 0,11                | 0,30                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabela 5.4 observa-se que a luminosidade é reduzida em cerca de 47% nos primeiros cinco dias de armazenagem, e cerca de 53% ao trigésimo dia, o que representa apenas 5,62% a mais de redução nos 25 dias restantes.

Tabela 5.4 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 b             | +12,06 a            |
| 5            | 27,96 b             | +10,86 a            | +10,33 b            |
| 30           | 24,98 c             | +9,02 c             | +7,87 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,86                | 0,19                | 0,41                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabela 5.5 ao final do quinto dia a redução no valor da luminosidade é em torno de 53%, e do quinto ao trigésimo dia a redução é de apenas 17,5%.

Tabela 5.5 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 b             | +12,06 a            |
| 5            | 25,09 b             | +10,32 a            | +8,63 b             |
| 30           | 20,71 c             | +7,65 c             | +4,64 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,88                | 0,31                | 0,22                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.6 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias<sup>1</sup>.

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 a             | +12,06 c            |
| 5            | 47,97 b             | +8,33 b             | +13,83 a            |
| 30           | 40,89 c             | +9,56 a             | +13,22 b            |
| D.M.S. (5%)  | 0,81                | 0,34                | 0,29                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabela 5.7 observa-se que o valor da luminosidade foi reduzido em 51,69% nos primeiros cinco dias. Ao final do trigésimo dia a redução aumentou mais 5,49%, em relação ao quinto dia.

Tabela 5.7 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 c             | +12,06 a            |
| 5            | 25,65 b             | +11,37 a            | +9,05 b             |
| 30           | 22,74 c             | +10,15 b            | +6,42 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,77                | 0,21                | 0,26                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabela 5.8 observa-se que o valor da luminosidade foi reduzido em 54,73% nos primeiros cinco dias. Ao final do trigésimo dia a redução aumentou mais 8,79%, em relação ao quinto dia.

Tabela 5.8 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 b             | +12,06 a            |
| 5            | 24,04 b             | +10,12 a            | +7,75 b             |
| 30           | 19,37 c             | +7,21 c             | +3,70 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,74                | 0,26                | 0,29                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.9 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 a             | +12,06 c            |
| 5            | 42,48 b             | +9,56 b             | +13,76 a            |
| 30           | 38,78 c             | +9,66 a             | +12,69 b            |
| D.M.S. (5%)  | 0,78                | 0,08                | 0,19                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Nas Tabela 5.10 e 5.11 a luminosidade é reduzida em cerca de 56% após cinco dias de armazenagem, e entre o quinto e o trigésimo dia em 5,37% e 6,67%, respectivamente, nas U.R.=76,59% E U.R.=84,40% (Figura B.1 - Apêndice B).

Tabela 5.10 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 b             | +12,06 a            |
| 5            | 22,94 b             | +10,47 a            | +7,32 b             |
| 30           | 20,09 c             | +5,63 c             | +3,65 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,74                | 0,15                | 0,21                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.11 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 1 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 53,10 a             | +9,71 a             | +12,06 a            |
| 5            | 22,90 b             | +8,18 b             | +6,79 b             |
| 30           | 19,36 c             | +3,55 c             | +1,64 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,76                | 0,12                | 0,24                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

#### 5.4.2.1.2 - Efeito da temperatura de armazenagem

Observando-se as Tabelas de 5.12 a 5.17 verifica-se que a temperatura influencia significativamente os valores dos componentes da cor. Estes valores podem ser visualizados nas Figuras B.4, B.5 e B.6 (Apêndice B). A luminosidade

diminui significativamente com o aumento da temperatura em todos os períodos de armazenagem e umidades relativas do estudo, exceto na U.R. =84,40% e tempo de 30 dias (Tabela 5.17) e temperaturas de 25° e 35°C que não diferem estatisticamente entre si.

Os valores do componente amarelo diminuem significativamente entre si com o aumento da temperatura em todas as condições do estudo, exceto na U.R. de 52,89% e tempo de 5 dias (Tabela 5.12).

Os valores do componente vermelho na U.R. de 52,89% exibiu um comportamento de aumento com o aumento da temperatura. Na U.R. de 76,59% não se percebeu uma relação direta de aumento de valor deste componente com o aumento da temperatura. Na U.R. de 84,40% este componente diminuiu com o aumento da temperatura.

Com relação a U.R. de 52,89% (Tabelas 5.12 e 5.13) a intensidade das reduções da luminosidade variaram com a temperatura de armazenagem.

Tabela 5.12 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 52,89% e tempo de 5 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C     | 25°C     | 35°C     | D.M.S. (5%) |
|---------------------|----------|----------|----------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 53,03 A  | 47,97 B  | 42,48 C  | 0,58        |
| a <sub>Hunter</sub> | +8,15 C  | +8,33 B  | +9,56 A  | 0,08        |
| b <sub>Hunter</sub> | +13,02 B | +13,83 A | +13,76 A | 0,16        |

<sup>1</sup> - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.13 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 52,89% e tempo de 30 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C     | 25°C     | 35°C     | D.M.S. (5%) |
|---------------------|----------|----------|----------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 48,28 A  | 40,89 B  | 38,78 C  | 0,62        |
| a <sub>Hunter</sub> | +7,89 B  | +9,56 A  | +9,66 A  | 0,34        |
| b <sub>Hunter</sub> | +13,64 A | +13,22 B | +12,69 C | 0,31        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.14 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 76,59% e tempo de 5 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C     | 25°C     | 35°C     | D.M.S. (5%) |
|---------------------|----------|----------|----------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 27,96 A  | 25,65 B  | 22,94 C  | 0,14        |
| a <sub>Hunter</sub> | +10,86 B | +11,37 A | +10,47 C | 0,15        |
| b <sub>Hunter</sub> | +10,33 A | +9,05 B  | +7,32 C  | 0,16        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.15 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 76,59% e tempo de 30 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C    | 25°C     | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|---------|----------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 24,98 A | 22,74 B  | 20,09 C | 0,50        |
| a <sub>Hunter</sub> | +9,02 B | +10,15 A | +5,63 C | 0,26        |
| b <sub>Hunter</sub> | +7,87 A | +6,42 B  | +3,65 C | 0,40        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.16 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 84,40% e tempo de 5 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C     | 25°C     | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|----------|----------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 25,09 A  | 24,04 B  | 22,90 C | 0,15        |
| a <sub>Hunter</sub> | +10,32 A | +10,12 A | +8,18 B | 0,20        |
| b <sub>Hunter</sub> | +8,63 A  | +7,75 B  | +6,79 C | 0,24        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.17 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 1 na U.R. de 84,40% e tempo de 30 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C    | 25°C    | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|---------|---------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 20,71 A | 19,37 B | 19,36 B | 0,51        |
| a <sub>Hunter</sub> | +7,65 A | +7,21 B | +3,55 C | 0,36        |
| b <sub>Hunter</sub> | +4,64 A | +3,70 B | +1,64 C | 0,20        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

#### 5.4.2.1.3 - Efeito da umidade relativa de armazenagem

Nas Tabelas de 5.18 a 5.23 os valores do componente vermelho apresentam variações aleatórias com o aumento da U.R nas temperaturas de 15° e 25°C, mas na temperatura de 35°C após 30 dias diminuem significativamente entre si com o aumento da U.R.

O aumento da umidade relativa provoca diminuição significativa da luminosidade, isto é, quanto maior a umidade relativa menor o valor da luminosidade.

Tabela 5.18 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 15°C e tempo de 5 dias.

| U.R.        | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 53,03 a             | 8,15 c              | 13,02 a             |
| 76,59       | 27,96 b             | 10,86 a             | 10,33 b             |
| 84,40       | 25,09 c             | 10,32 b             | 8,63 c              |
| D.M.S. (5%) | 0,44                | 0,16                | 0,21                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.19 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 15°C e tempo de 30 dias.

| U.R.        | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 48,28 a             | 7,89 b              | 13,64 a             |
| 76,59       | 24,98 b             | 9,02 a              | 7,87 b              |
| 84,40       | 20,71 c             | 7,65 b              | 4,64 c              |
| D.M.S. (5%) | 0,88                | 0,33                | 0,41                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.20 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 25°C e tempo de 5 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 47,97 a             | 8,33 c              | 13,83 a             |
| 76,59       | 25,65 b             | 11,37 a             | 9,05 b              |
| 84,40       | 24,04 c             | 10,12 b             | 7,75 c              |
| D.M.S. (5%) | 0,88                | 0,19                | 0,23                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.21 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 25°C e tempo de 30 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 40,89 a             | 9,56 b              | 13,22 a             |
| 76,59       | 22,74 b             | 10,15 a             | 6,42 b              |
| 84,40       | 19,37 c             | 7,21 c              | 3,70 c              |
| D.M.S. (5%) | 0,27                | 0,19                | 0,31                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.22 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 35°C e tempo de 5 dias.

| U.R.         | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89        | 42,48 a             | 9,56 b              | 13,76 a             |
| 76,59        | 22,94 b             | 10,47 a             | 7,32 b              |
| 84,40        | 22,90 b             | 8,18 c              | 6,79 c              |
| D.M.S. (5 %) | 0,29                | 0,09                | 0,13                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.23 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 1 na temperatura de 35°C e tempo de 30 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 38,78 a             | 9,66 a              | 12,69 a             |
| 76,59       | 20,09 b             | 5,63 b              | 3,65 b              |
| 84,40       | 19,36 c             | 3,55 c              | 1,64 c              |
| D.M.S. (5%) | 0,21                | 0,09                | 0,17                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

### 5.4.2.2 - Formulação 2

#### 5.4.2.2.1 - Efeito do tempo de armazenagem

Os resultados das análises estatísticas da cor da amostra em pó da Formulação 2, em função do tempo e do ambiente de armazenagem encontram-se nas Tabelas 5.24 a 5.32. Estes valores podem ser visualizados nas Figuras B.7, B.8 e B.9 (Apêndice B).

Nas Tabelas de 5.24 a 5.32 os valores da luminosidade diminuem significativamente entre si com o aumento do tempo de armazenagem.

As menores reduções nos valores da luminosidade ocorreram na U.R. de 52,89% e T=15°C (Tabela 5.24), em seguida na mesma U.R. e temperaturas de 25°C (Tabela 5.27) e 35°C (Tabela 5.30).

Na U.R. de 52,89% e para todas as temperaturas os valores do componente vermelho aumentaram após 30 dias de armazenagem (Figura B.11 - Apêndice B).

Na U.R. de 76,59% e para as temperaturas de 15°C e 25°C os valores do componente vermelho aumentaram após 30 dias de armazenagem e os valores do componente amarelo diminuíram em todas as temperaturas. Na temperatura de 35°C e para a mesma U.R. o valor do componente vermelho diminuiu no final do período de armazenagem. Estes resultados podem ser visualizados nas Figuras B.11 e B.12 (Apêndice B).

Na U.R. de 84,40% e para todas as temperaturas os valores do componente vermelho e amarelo diminuíram após 30 dias de armazenagem (Figuras B.11 e B.12 - Apêndice B).

As maiores reduções dos valores da luminosidade, componentes vermelho e amarelo, após 30 dias, ocorreram na temperatura de 35°C e U.R. de 84,40% (Tabela 5.32), sendo de 68,54%, 72,18% e 91,48%, respectivamente.

Observando-se o comportamento do componente vermelho nas Tabelas 5.25, 5.26, 5.28, 5.29, 5.30, 5.31 e 5.32 nota-se que os valores no quinto dia sempre foram maiores do que os valores no início e no fim da armazenagem.

De acordo com as Tabelas 5.25 a 5.32 a luminosidade é reduzida intensamente nos primeiros cinco dias de armazenagem. Estas reduções variaram entre 20 e 61% com relação ao valor inicial, sendo dependentes das condições de armazenagem. Entre o quinto e o trigésimo dia as reduções variaram entre 6 e 13%.

Na Tabela 5.24 , ao contrário do que aconteceu na amostra em pó da Formulação 1, o valor de  $a_{\text{Hunter}}$  aumenta com o tempo de armazenagem.

Tabela 5.24 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 c             | +13,27 b            |
| 5            | 52,02 b             | +7,66 b             | +14,65 a            |
| 30           | 41,62 c             | +8,25 a             | +13,07 c            |
| D.M.S. (5%)  | 0,36                | 0,13                | 0,18                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabelas 5.25 observa-se que a luminosidade é reduzida em cerca de 50% nos primeiros cinco dias de armazenagem, e cerca de 59% ao trigésimo dia, o que representa apenas 8,53% a mais de redução nos 25 dias restantes.

Tabela 5.25 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 c             | +13,27 a            |
| 5            | 27,04 b             | +9,84 a             | +9,62 b             |
| 30           | 22,38 c             | +8,29 b             | +5,85 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,26                | 0,12                | 0,15                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabela 5.26 ao final do trigésimo dia a redução é de 64,78%, representando apenas 11,7% a mais de redução, nos 25 dias restantes.

Tabela 5.26 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 15°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 b             | +13,27 a            |
| 5            | 25,64 b             | +9,77 a             | +8,90 b             |
| 30           | 19,25 c             | +5,41 c             | +3,49 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,24                | 0,23                | 0,30                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.27 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 c             | +13,27 a            |
| 5            | 43,68 b             | +8,25 b             | +13,72 a            |
| 30           | 36,83 c             | +10,02 a            | +11,68 b            |
| D.M.S. (5%)  | 0,42                | 0,09                | 0,52                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Na Tabela 5.28 observa-se que o valor da luminosidade foi reduzido em 53,65% nos primeiros cinco dias. Ao final do trigésimo dia o acréscimo de redução foi de 6,53%.

Tabela 5.28 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 c             | +13,27 a            |
| 5            | 25,33 b             | +9,90 a             | +8,27 b             |
| 30           | 21,76 c             | +8,59 b             | +4,99 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,37                | 0,10                | 0,17                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Analisando-se as Tabelas 5.29 e 5.31 verifica-se comportamentos idênticos mesmo tratando-se de temperaturas e U.R. diferentes. A luminosidade e componentes vermelho e amarelo, após 30 dias, foram reduzidos em cerca de 64%, 14% e 76%, respectivamente. Isto parece indicar que com relação aos parâmetros da cor ( $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$ ,  $b_{\text{Hunter}}$ ) se poderia armazenar o produto a 25°C e U.R. de 84,40% ou a 35°C e U.R. de 76,59%, pois os níveis de degradação da amostra se equivaleriam.

Tabela 5.29 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 25°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 b             | +13,27 a            |
| 5            | 22,99 b             | +8,93 a             | +6,51 b             |
| 30           | 19,16 c             | +6,03 c             | +3,02 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,22                | 0,12                | 0,16                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.30 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 52,89% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 c             | +13,27 a            |
| 5            | 37,50 b             | +10,74 a            | +12,72 b            |
| 30           | 32,42 c             | +9,00 b             | +9,75 c             |
| D.M.S. (5%)  | 1,39                | 0,34                | 0,53                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.31 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 76,59% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 b             | +13,27 a            |
| 5            | 23,82 b             | +8,64 a             | +7,58 b             |
| 30           | 19,55 c             | +6,03 c             | +3,18 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,25                | 0,10                | 0,23                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.32 - Valores médios dos parâmetros  $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$  para a amostra em pó da Formulação 2 armazenada à 35°C e umidade relativa média de 84,40% por 30 dias.<sup>1</sup>

| Tempo (dias) | $L_{\text{Hunter}}$ | $a_{\text{Hunter}}$ | $b_{\text{Hunter}}$ |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0            | 54,65 a             | +7,01 b             | +13,27 a            |
| 5            | 20,89 b             | +7,38 a             | +5,46 b             |
| 30           | 17,29 c             | +1,95 c             | +1,13 c             |
| D.M.S. (5%)  | 0,35                | 0,24                | 0,14                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

## 5.4.2.2.2 - Efeito da temperatura de armazenagem

Os resultados das análises estatísticas da cor da amostra em pó da Formulação 2, em função da temperatura encontram-se nas Tabelas 5.33 a 38. Estes valores podem ser visualizados nas Figuras B.10, B.11 e B.12 (Apêndice B).

Nas Tabelas 5.33 a 5.38 a luminosidade diminui significativamente entre si com o aumento da temperatura em todas as condições estudadas, exceto na U.R. de 84,40% e t=30 dias entre as temperaturas de 15°C e 25°C não existe diferença significativa entre si.

Observando-se as Tabelas de 5.33 a 5.38 o componente amarelo diminui significativamente entre si com o aumento da temperatura em todas as condições estudadas.

Tabela 5.33 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 52,89% e tempo de 5 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C     | 25°C     | 35°C     | D.M.S. (5%) |
|---------------------|----------|----------|----------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 52,02 A  | 43,68 B  | 37,50 C  | 0,18        |
| a <sub>Hunter</sub> | +7,66 C  | +8,25 B  | +10,74 A | 0,03        |
| b <sub>Hunter</sub> | +14,65 A | +13,72 B | +12,72 C | 0,09        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.34 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 52,89% e tempo de 30 dias.<sup>1</sup>

|                     | 15°C     | 25°C     | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|----------|----------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 41,62 A  | 36,83 B  | 32,42 C | 1,44        |
| a <sub>Hunter</sub> | +8,25 C  | +10,02 A | +9,00 B | 0,34        |
| b <sub>Hunter</sub> | +13,07 A | +11,68 B | +9,75 C | 0,55        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.35 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 76,59% e tempo de 5 dias.<sup>1</sup>

|                     | 15°C    | 25°C    | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|---------|---------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 27,04 A | 25,33 B | 23,82 C | 0,32        |
| a <sub>Hunter</sub> | +9,84 A | +9,90 A | +8,64 B | 0,09        |
| b <sub>Hunter</sub> | +9,62 A | +8,27 B | +7,58 C | 0,17        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.36 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 76,59% e tempo de 30 dias.<sup>1</sup>

|                     | 15°C    | 25°C    | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|---------|---------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 22,38 A | 21,76 B | 19,55 C | 0,17        |
| a <sub>Hunter</sub> | +8,29 B | +8,59 A | +6,03 C | 0,08        |
| b <sub>Hunter</sub> | +5,85 A | +4,99 B | +3,18 C | 0,20        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.37 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 84,40% e tempo de 5 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C    | 25°C    | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|---------|---------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 25,64 A | 22,99 B | 20,89 C | 0,29        |
| a <sub>Hunter</sub> | +9,77 A | +8,93 B | +7,38 C | 0,30        |
| b <sub>Hunter</sub> | +8,90 A | +6,51 B | +5,46 C | 0,29        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.38 - Efeito da temperatura nos componentes da cor da amostra em pó da Formulação 2 na U.R. de 84,40% e tempo de 30 dias. <sup>1</sup>

|                     | 15°C    | 25°C    | 35°C    | D.M.S. (5%) |
|---------------------|---------|---------|---------|-------------|
| L <sub>Hunter</sub> | 19,25 A | 19,16 A | 17,29 B | 0,13        |
| a <sub>Hunter</sub> | +5,41 B | +6,03 A | +1,95 C | 0,09        |
| b <sub>Hunter</sub> | +3,49 A | +3,02 B | +1,13 C | 0,11        |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas linhas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

#### 5.4.2.2.3 - Efeito da umidade relativa de armazenagem

Os resultados das análises estatísticas da cor da amostra em pó da Formulação 2, em função da umidade relativa de armazenagem encontram-se nas Tabelas 5.39 a 5.44.

Nas Tabelas de 5.39 a 5.44 o aumento da U.R. provoca diminuição significativa da luminosidade e do componente amarelo em todos os períodos de armazenagem e temperaturas.

Analisando-se o componente vermelho após 30 dias de armazenagem nas Tabelas 5.40, 5.42 e 5.44 verifica-se que diminui significativamente entre si com o aumento da U.R., exceto entre a U.R. de 52,89% e U.R.=76,59% na temperatura de 15°C não existe diferença significativa.

Tabela 5.39 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 15°C e tempo de 5 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 52,02 a             | +7,66 b             | +14,65 a            |
| 76,59       | 27,04 b             | +9,84 a             | +9,62 b             |
| 84,40       | 25,64 c             | +9,77 a             | +8,90 c             |
| D.M.S. (5%) | 0,22                | 0,21                | 0,31                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.40 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 15°C e tempo de 30 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 41,62 a             | +8,25 a             | +13,07 a            |
| 76,59       | 22,38 b             | +8,29 a             | +5,85 b             |
| 84,40       | 19,25 c             | +5,41 b             | +3,49 c             |
| D.M.S. (5%) | 0,27                | 0,13                | 0,14                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.41 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 25°C e tempo de 5 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 43,68 a             | +8,25 c             | +13,72 a            |
| 76,59       | 25,33 b             | +9,90 a             | +8,27 b             |
| 84,40       | 22,99 c             | +8,93 b             | +6,51 c             |
| D.M.S. (5%) | 0,30                | 0,06                | 0,15                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.42 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 25°C e tempo de 30 dias.

| U.R.        | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|-------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89       | 36,83 a             | +10,02 a            | +11,68 a            |
| 76,59       | 21,76 b             | +8,59 b             | +4,99 b             |
| 84,40       | 19,16 c             | +6,03 c             | +3,02 c             |
| D.M.S. (5%) | 0,37                | 0,08                | 0,18                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.43 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 35°C e tempo de 5 dias.

| U.R.         | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89        | 37,50 a             | +10,74 a            | +12,72 a            |
| 76,59        | 23,82 b             | +8,64 b             | +7,58 b             |
| 84,40        | 20,89 c             | +7,38 c             | +5,46 c             |
| D.M.S. (5 %) | 0,27                | 0,23                | 0,08                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

Tabela 5.44 - Influência da umidade relativa na amostra em pó da Formulação 2 na temperatura de 35°C e tempo de 30 dias.

| U.R.         | L <sub>Hunter</sub> | a <sub>Hunter</sub> | b <sub>Hunter</sub> |
|--------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 52,89        | 32,42 a             | +9,00 a             | +9,75 a             |
| 76,59        | 19,55 b             | +6,03 b             | +3,18 b             |
| 84,40        | 17,29 c             | +1,95 c             | +1,13 c             |
| D.M.S. (5 %) | 1,39                | 0,33                | 0,55                |

1 - Médias seguidas pela mesma letra nas colunas não diferem estatisticamente ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey.

### 5.4.2.3 - Comparação da Formulação 1 com a Formulação 2

Em ambas formulações a luminosidade diminui com o tempo de armazenagem. Isto tem sido observado por diversos pesquisadores e atribuído à um possível escurecimento da amostra (SAPERS & DOUGLAS, 1987; ROBBINS & MOORE, 1990; OLIVA, 1995).

Quando se compara os valores da luminosidade das duas formulações, em todas as condições de armazenagem estudadas, verifica-se que a Formulação 2 foi a mais prejudicada, isto é, as maiores reduções da luminosidade ocorreram nesta formulação.

Ao final de 30 dias, de todas as condições de armazenagem o pior resultado em relação à preservação das características de cor do produto foi obtida para a T=35°C e U.R. de 84,40%. Nestas condições, as alterações na cor da Formulação 2 foram maiores do que na Formulação 1. As reduções dos parâmetros luminosidade e componentes vermelho e amarelo da Formulação 2 em

relação a Formulação 1 foram maiores em 4,82%, 8,74% e 5,08%, respectivamente. Estas alterações maiores podem estar relacionadas com a menor quantidade de goma que esta formulação possui, ou seja, uma quantidade maior de material de parede proporciona uma proteção maior contra os agentes externos, causadores do rompimento da microencapsulação.

## 5.5 - CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos neste capítulo conclui-se que:

- As menores alterações da luminosidade nas duas formulações após 30 dias de armazenagem ocorreram na U.R. de 52,89% e T=15°C.
- As maiores alterações dos componentes da cor ( $L_{\text{Hunter}}$ ,  $a_{\text{Hunter}}$  e  $b_{\text{Hunter}}$ ) nas duas formulações ocorreram na U.R. de 84,40% e T=35°C.
- A luminosidade e o componente amarelo diminuem com o aumento da temperatura e U.R. após 30 dias de armazenagem.
- O componente vermelho nas duas formulações diminui com o aumento da U.R. após 30 dias de armazenagem na temperatura de 35°C.
- Os valores da luminosidade diminuem intensamente nos primeiros cinco dias de armazenagem, quando as amostras são submetidas as umidades relativas de 76,59% e 84,40% e em todas as temperaturas estudadas (15°C, 25°C e 35°C). Essas reduções foram entre 47-56% para as amostras da Formulação 1 e entre 50-62% para as amostras da Formulação 2.
- As maiores reduções nos valores da luminosidade ocorreram na Formulação 2.

- A diminuição no valor da luminosidade indica o escurecimento da amostra, o qual pode estar relacionado com o escurecimento não-enzimático causado pela degradação do ácido ascórbico.

# *Considerações Finais*

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho foi elaborado basicamente com o objetivo de estudar a microencapsulação do suco de acerola (*Malpighia puniceifolia*, L.), visando a obtenção de um produto que preservasse ao máximo as características nutricionais e sensoriais do suco, ao mesmo tempo lhe conferindo uma apresentação desidratada, compacta e com grande resistência ao armazenamento. Com esse objetivo, através de testes preliminares, selecionaram-se as características do suco e material de parede a serem utilizados nas formulações, bem como temperaturas na entrada e saída do secador. A partir desta seleção foi iniciado o estudo de caracterização de algumas propriedades químicas e físicas do produto, a fim de determinar a melhor formulação dentre as estudadas.

Constatou-se, no estudo de caracterização inicial do pó de acerola, que a menor perda de ácido ascórbico, devido ao processo de secagem, ocorreu na Formulação 1. Concluiu-se que quanto maior a quantidade de material de parede utilizado maior a proteção dada ao ingrediente ativo.

Do estudo da viscosidade e sua influência na morfologia das partículas do suco de acerola microencapsulado, concluiu-se que quanto maior a concentração de material de parede maior a viscosidade aparente da suspensão e menor a formação de partículas aglomeradas. Constatou-se ainda que a Formulação 1 apresenta a menor aglomeração das partículas, devendo prevalecer sobre as demais formulações na hora da escolha.

Do conjunto das isotermas de adsorção de umidade das três formulações, verificou-se que os valores das respectivas umidades de equilíbrio, nas temperaturas estudadas, mostram valores menores para a Formulação 1.

Da análise das amostras do suco de acerola microencapsulado, mantidas em embalagem flexível plástica, durante o período de um ano, foi evidenciado que a perda de ácido ascórbico foi menor para a Formulação 1.

Da caracterização inicial da cor do pó de acerola microencapsulado a Formulação 1 apresentou a coloração mais atrativa e persistente dentre as formulações estudadas. No estudo das alterações de cor a Formulação 1 apresentou reduções menores nos valores da luminosidade quando comparado com a Formulação 2.

De acordo com o estudo realizado sobre a microencapsulação do suco de acerola pode-se concluir que a Formulação 1 reuniu os melhores resultados dentre as formulações estudadas.

A continuidade do estudo sobre microencapsulação do suco de acerola é importante para que este processo possa ser utilizado com êxito. Recomenda-se, para trabalhos futuros, dar sequência a alguns tópicos não abordados nesta pesquisa:

- Estudar o uso do suco de acerola microencapsulado em misturas.
- Uso de anti-umectantes nas formulações.

- Estabelecimentos de correlações entre a perda de ácido ascórbico e as alterações nos parâmetros da cor.
- Extensão do processo a outras frutas tropicais, com importância econômica.
- Estudar a microencapsulação de misturas de suco de acerola com sucos de outras frutas.
- Estudar a microencapsulação de suco de acerola com a adição de outros tipos de material de parede.
- Estudar as alterações do suco de acerola microencapsulado acondicionado em outros tipos de embalagem.

# *Referências Bibliográficas*

Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

- 7 - ASCHERI, D. P. R.; MARTUCCI, E. T. Microencapsulamento de óleo essencial de laranja: determinação de isothermas de adsorção. In: HUBINGER, M.; MURR, F. X.; AGUILERA, J. M. **Equipos y procesos para la industria de alimentos**. Anales del I Congreso Ibero-Americano de Ingeniería de Alimentos. Tomo I: Propiedades físicas de los alimentos. Valencia, España, p.209-215, dic. 1996.
- 8 - ASENJO, C. F.; MOSCOSO, C. G. Ascorbic acid content and other characteristics of the West Indian cherry. **Food Research**, v.15, p.103-106, 1950.
- 9 - ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (A.O.A.C.) **Official methods of analysis**. WILLIAMS, S. (Ed.) 14.ed. Arlington, 1984. 1141p.
- 10 - BAKAN, J. A. Microencapsulation of foods and related products. **Food Technology**, v.27, n.11, p.34-44, 1973.
- 11 - BAKAN, J. A. Microencapsulation. In: PETERSON, M. S.; JOHNSON, A. H. (Ed.) **Encyclopedia of Food Science**. Westport: The Avi Publishing Company, 1978. p.499-507.
- 12 - BALASSA, L. L.; FANGER, G. O. Microencapsulation in the food industry. **Critical Reviews in Food Technology**, v.2, p.245-265, 1971.

- 13 - BANGS, W. E.; REINECCIUS, G. A. Corn starch derivatives: possible wall materials for spray-dried flavor manufacture. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. **Flavor encapsulation**. Washington: American Chemical Society, 1988. cap.3: p.12-28. ACS Symposium series 370.
- 14 - BARNES, H. A.; HUTTON, J. F.; WALTERS, K. **An introduction to rheology**. New York: Elsevier Science Publishers, 1989.
- 15 - BENASSI, M. T. **Análise dos efeitos de diferentes parâmetros na estabilidade de vitamina C em vegetais processados**. Campinas, 1990. 159p. Dissertação (Mestre em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- 16 - BENSIMON, C. Ojo al kiwi: llega la *Malpighia punicifolia*. *Ceres*, v.23, n.6, p.9-10, nov./dic., 1991.
- 17 - BEZERRA, J. R. M. V. **Estudo reológico do suco de manga - efeito dos sólidos insolúveis**. Campinas, 1997. 81p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- 18 - BHANDARI, B. R.; DUMOULIN, E. D.; RICHARD, H. M. J.; NOLEAU, I.; LEBERT, A. M. Flavor encapsulation by spray drying: application to citral and linalyl acetate. **Journal of Food Science**, v.57, n.1, p.217-221, 1992.

- 19 - BHANDARI, B. R.; SENOUSSI, A.; DUMOULIN, E. D.; LEBERT, A. Spray drying of concentrated fruit juices. **Drying Technology**, v.11, n.5, p.1081-1092, 1993.
- 20 - BIRD, R. B.; STEWART, W. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Transport Phenomena**. EUA: John Wiley & Sons, 1960. 780p.
- 21 - BOBBIO, F. O.; BOBBIO, P. A. **Introdução à química de alimentos**. 2.ed. Campinas: Ed. UNICAMP, 1992. 223p.
- 22 - BOQUET, R.; CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H. A. Equations for fitting water sorption isotherms of foods: II - evaluation of various two-parameter models. **Journal of Food Technology**, v.13, n.4, p.319-327, 1978.
- 23 - BOQUET, R.; CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H. A. On the equivalence of isotherm equations. **Journal of Food Technology**, v.15, n.3, p.345-349, 1980.
- 24 - BRANCO, I. G. **Suco de laranja concentrado: comportamento reológico a baixas temperaturas**. Campinas, 1995. 91p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

- 25 - BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layer. **Journal of American Chemical Society**, v.60, n.1, p.309-312, 1938.
- 26 - CÁNOVAS, G. V. B. **Physical Properties of Foods**. Notas do curso apresentado no Departamento de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Brasil. Dezembro. 1996. 77p.
- 27 - CARVALHO, S. M. L.; RIBEIRO, C. C. Modelagem matemática da isoterma de adsorção de umidade à 25°C da farinha d'água, utilizando-se equações bi e tri-paramétricas. In: HUBINGER, M.; MURR, F. X.; AGUILERA, J. M. **Equipos y procesos para la industria de alimentos**. Anales del I Congreso Ibero-Americano de Ingeniería de Alimentos. Tomo I: Propiedades físicas de los alimentos. Valencia, España, p.227-233, dec., 1996.
- 28 - CASSON, N. A flow equation for pigment-oil suspensions of the printing ink type. In: MILL, C. C. (Ed.) **Rheology of Disperse Systems**. New York: Pergamon Press, 1959.
- 29 - CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio**. Lavras: Escola Superior de Agricultura de Lavras, 1990. 293p.

- 30 - CHUMPITAZ, L. D. A. **Microencapsulação de Óleo Essencial de Laranja por Atomização.** Campinas, 1995. 79p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- 31 - COUCEIRO, E. M. **Curso de extensão sobre a cultura da acerola.** Recife: Ed. UFRPE, 1985. 45p.
- 32 - DZIEZAK, J. D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, v.42, n.4, p.136-151, apr., 1988.
- 33 - ESCHER, F. Relevance of rheological data in food processing. In: JOWITT, R.; ESCHER, F.; HALLSTROM, MDFFERT, H. T.; VOS, G. **Physical Properties of Foods.** New York: Applied Science Publishers, 1983. p.103-110.
- 34 - FERREIRA, V. L. P. Colorimetria em alimentos. Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1991. 43p.
- 35 - FRANCIS, F. J. Relationship between flesh color e pigment content in squash. **Proceedings of the American Society Horticultural Science**, v.81, p.408-414, 1962.
- 36 - FRANCIS, F. J. Colorimetry of foods. In: PELEG, M.; BAGLEY, E.B. **Physical properties of foods.** Westport: The Avi Publishing Company, 1983. p.105-123.

- 37 - FRANCIS, F. J. Color measurement and interpretation. In: FUNG, D.Y. C.; MATTHEWS, R. F. **Instrumental methods for quality assurance in foods**. New York: Marcel Dekker, 1991. p.189-210.
- 38 - FRANCIS, F. J.; CLYDESDALE, F. M. **Food colorimetry: theory and applications**. The Avi Publishing Company, 1975. 477p.
- 39 - FRANCO, G. Ácido ascórbico. In: FRANCO, G. **Tabela de composição química dos alimentos**. 9.ed. São Paulo: Atheneu, 1992. p.307.
- 40 - FURUTA, T.; HAYASHI, H.; OHASHI, T. Some criteria of spray dryer design for food liquid. **Drying Technology**, v.12, n.1-2, p.151-177, 1994.
- 41 - GAL, S. Recent advances in techniques for the determination of sorption isotherms. In: DUCKWORTH, R. B. **Water relations of foods**. New York: Academic Press, 1975. p.139-154.
- 42 - GAL, S. Recent developments in techniques for obtaining complete sorption isotherms. In: ROCKLAND, L. B.; STEWART, G. F. **Water activity: influences on food quality**. New York: Academic Press, 1981. p.89-110.
- 43 - GAVA, A. Processamento asséptico de sucos de frutas. **Alimentação**, n.76, p.32-37, 1985.

- 44 - GEHRKE, T. **Reometria de suco concentrado de frutas**. Campinas, 1996. 103p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- 45 - GOMES, F. P. **Curso de Estatística Experimental**. 12.ed. São Paulo: ESALQ/USP, 1987. 467p.
- 46 - GREENSPAN, L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. **J. Res. Nat. Bur. of standards**, v.81A, n.1, p.89-96, 1977.
- 47 - HERSCHEL, W. H.; BULKLEY, R. The Ostwald viscometer as a consistometer. **Proc. Am. Soc. Testing Materials**, v.26, p.621, 1926.
- 48 - HUBINGER, M.; MENEGALLI, F. C.; AGUERRE, R. J.; SUAREZ, C. Water vapor adsorption isotherms of guava, mango and pineapple. **Journal of Food Science**, v.57, n.6, p.1405-1407, 1992.
- 49 - IADEROZA, M. Pigmentos naturais: ocorrência e aplicações nos alimentos. **Boletim do Instituto de Tecnologia de Alimentos**, v.20, n.2, p.101-113, 1983.
- 50 - IGLESIAS, H. A.; CHIRIFE, J. Equilibrium moisture contents of air dried beef: dependence on drying temperature. **Journal of Food Technology**, v.11, n.6, p.565-573, dec., 1976.

- 51 - ITOO, S.; AIBA, M.; ISHIHATA, K.; Comparison of ascorbic acid content in acerola fruit from different production region depend on degree of maturity, and it's stability by processing. **Journal of the Japanese Society for Food Science and Technology**, v.37, n.9, p.726-729, 1990.
- 52 - JAAFAR, F.; MICHALOWSKI, S. Modified BET equation for sorption/desorption isotherms. **Drying Technology**, v.8, n.4, p.811-827, 1990.
- 53 - JACKSON, L. S.; LEE, K. Microencapsulation and the food industry. **Lebensmittel - Wissenschaft & Technologie**, v.24, n.4, p.289-297, 1991.
- 54 - KENYON, M. M.; ANDERSON, R. J. Maltodextrins and low-dextrose-equivalence corn syrup solids: production and technology for the flavor industry. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. **Flavor encapsulation**. Washington: American Chemical Society, 1988. cap.2: p.7-11. ACS Symposium series 370.
- 55 - KING, W.; TRUBIANO, P.; PERRY, P. Modified starch encapsulating agents offer superior emulsification, film forming, and low surface oil. **Food Product Developmente**, v.10, n.10, p.54-57, dec., 1976.
- 56 - KONDO, A. **Microcapsule processing and technology**. New York: Marcel Dekker, 1989. p.142-153.

- 57 - LABUZA, T. P. Sorption phenomena in foods. **Food Technology**, v.22, n.3, p.15-24, mar., 1968.
- 58 - LABUZA, T. P.; KAAANANE, A.; CHEN, J. Y. Effect of temperature on the moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods. **Journal of Food Science**, v.50, n.2, p.385-391, 1985.
- 59 - LARA, A. B. W. H.; NAZÁRIO, G.; ALMEIDA, M.E.W. de; PREGNOLATTO, W. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz: métodos químicos e físicos para análise de alimentos**. 2.ed. São Paulo: Ed. Melhoramentos, 1976. v.1, 371p.
- 60 - LEE, F. A. **Basic food chemistry**. Westport: The Avi Publishing Company, 1983. 564p.
- 61 - LEME Jr., J.; FONSECA, H.; NOGUEIRA, J. N. Variação do teor de ácido ascórbico e beta-caroteno em cerejas das Antilhas (*Malpighia puniceifolia* L.) liofilizada. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**, v.23, n.2, p.207-215, 1973.
- 62 - LOMAURO, C. J.; BAKSHI, A. S.; LABUZA, T. P. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations. Part II: milk, coffee, tea, nuts, oilseeds, spices and starchy foods. **Lebensm.-Wiss.-u.-Technol.**, v.18, n.2, p.118-124, apr., 1985.

- 63 - MALTINI, E.; NANI, R.; BERTOLO, G. Vacuum belt drying of fruit juices without “drying aids”. **Atti Ist. sper. valorizz. technol. prod. agric.**, Milano, v.9, p.231-238, 1986.
- 64 - MARKAKIS, P. Stability of anthocyanins in foods. In: MARKAKIS, P. **Anthocyanins as Food Colors**. New York: Academic Press, 1982. p.163.
- 65 - MASTERS, K. **Spray drying: an introduction to principles, operation practice and applications**. London: Leonard Hill Books, 1972. 668p.
- 66 - MAZZA, G.; BROUILLARD, R. Recent developments in the stabilization of anthocyanins in food products. **Food Chemistry.**, v.25, n.3, p.207-225, 1987.
- 67 - MATSUURA, F. C. A. **Processamento e caracterização de suco integral e concentrado de acerola**. Campinas, 1994. 141p. Dissertação (Mestre em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- 68 - MIZRAHI, S.; BERK, Z. Flow behaviour of concentrated orange juice: mathematical treatment. **Journal of Texture Studies**, v.3, n.1, p.69-79, mar., 1972.
- 69 - MOORE, P. P. Estimation of anthocyanin concentration from color meter measurements of red raspberry fruit. **HortScience**, v.32, n.1, p.135, feb., 1997

- 70 - OLIVA, P. B. **Estudo do armazenamento da acerola in natura e estabilidade do néctar de acerola.** Campinas, 1995. 103p. Dissertação (Mestre em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- 71 - OLIVER, J. R.; BLAKENEY, A. B.; ALLEN, H. M. Measurement of flour color in color space parameters. **Cereal Chemistry**, v.69, n.5, p.546-551, sept./oct., 1992.
- 72 - PENA, R. S.; RIBEIRO, C. C.; GRANDI, J. G. Levantamento de isoterma de adsorção de umidade a 15 °C, do guaraná (*Paullinia cupana*) em pó, obtido por atomização em “spray drier”. **Anais da Associação Brasileira de Química**, v.44, n.1, p.1-6, 1995.
- 73 - PENA, R. S.; RIBEIRO, C. C.; GRANDI, J. G. Aplicação de modelos matemáticos bi e tri-paramétricos na predição de isotermas de adsorção de umidade do pó de guaraná (*Paullinia cupana*). In: HUBINGER, M.; MURR, F. X.; AGUILERA, J. M. **Equipos y procesos para la industria de alimentos.** Anales del I Congreso Ibero-Americano de Ingeniería de Alimentos. Tomo I: Propriedades físicas de los alimentos. Valencia, España, p. 291-297, Dec. 1996.
- 74 - QUEIROZ, A. J. M.; VIDAL, J. R. M.; VIDAL, B. C.; GASPARETTO, C. A. Influência dos sólidos suspensos na reologia do suco de abacaxi. **Anais do XXIV Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (XXIV ENEMP).** Uberlândia-MG, 1996. v.I, p.49-53.

- 75 - RÉ, M. I.; HIGA, M. Influência das propriedades físicas de uma solução nas propriedades do produto seco obtido em spray dryer. **Anais do XXIII Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (XXIII ENEMP)**. Maringá-PR, 1995. v.I, p.413-420.
- 76 - REDD, J. B.; HENDRIX Jr., C. M.; HENDRIX, D. L. **Quality control manual for citrus processing plants**. Flórida: Intercit, 1986. v.1. p.36-37.
- 77 - REINECCIUS, G. A. Carbohydrates for flavor encapsulation. **Food Technology**, v.45, n.3, p.144-146, 149, mar., 1991.
- 78 - RIZVI, S. S. H. Thermodynamic properties of foods in dehydration. In: RAO, M. A.; RIZVI, S. S. H. **Engineering properties of foods**. New York: Marcel Dekker, 1986. p. 133-214.
- 79 - ROBBINS, J. A.; MOORE, P. P. Color change in fresh red raspberry fruit stored at 0, 4.5, or 20°C. **HortScience**, v.25, n.12, p.1623-1624, 1990.
- 80 - ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. Factores affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.38, n.5, p.1288-1294, may, 1990.
- 81 - ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. **Journal of Food**

**Science**, v.50, p.139-144, 1985.

- 82 - SÁENZ, C.; COSTELL, E. Comportamiento reológico de productos de limón: influencia de la temperatura y de la concentración. **Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos**, v.26, n.4, p.581-588, dic., 1986.
- 83 - SALWIN, H. Moisture levels required for stability in dehydrated foods. **Food Technology**, v.17, n.9, p.1114-21, 1963.
- 84 - SANTOS, S. C. S. **Grau de caking de pós de abacate (Persea americana, Mill) obtidos por spray-drying**. Lavras, 1983. 108p. Dissertação (Mestre em Ciência de Alimentos) - Escola Superior de Agricultura de Lavras.
- 85 - SAPERS, G. M.; DOUGLAS, F. W. Measurement of enzymatic browning at cut surfaces in juice of raw apple and pear products. **Journal of Food Science**, v.52, p.1258-1262, 1987.
- 86 - SARAVACOS, G. D.; TSIOURVAS, D. A.; TSAMI, E. Effect of temperature on the water sorption isotherms of sultana raisins. **Journal of Food Science**, v.51, n.2, p.381-83, 1986.
- 87 - SCHAR, W.; RUEGG, M. The avaluation of G.A.B. constants from water vapour sorption data. **Food Science & Technology. Lebensmittel - Wissenschaft & Technologie**, v.18, n.4, p.225-229, 1985.

- 88 - SCHWARTZ, M. M. Secado por atomização: factores que intervienen en la retención del aroma de los alimentos. **Alimentos**, v.14, n.4, p.65-67, nov./dic., 1989.
- 89 - SCHWARTZ, M.; COSTELL, E.; GASQUE, F. Efecto de los tratamientos de estabilización de la horchata chufa (*Cyperus esculentus*, L.) sobre su color y su viscosidad. **Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos**, v.24, n.2, p.271-277, jun., 1984.
- 90 - SENOUSI, A. Séchage par pulvérisation leafflash: application aux solutions sucrées, **DEA Report, ENSIA**, 80p, 1991.
- 91 - SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.33, p.501-547, 1993.
- 92 - SILVA, F. de A. S. **Software estatístico: ASSISTAT**. Campina Grande, 1996. Universidade Federal da Paraíba. Dep. de Engenharia Agrícola.
- 93 - SILVA, D. P.; RÉ, M. I. Estudo da influência da viscosidade da emulsão na capacidade de retenção de microcápsulas produzidas em spray dryer; **Anais do XXIV Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (XXIV ENEMP)**. Uberlândia-MG, 1996. v. I, p.202-207.
- 94 - SPARKS, R. E. Microencapsulation. In: GRAYON, M.; ECKROTH, D.; GRABER, E.; KINGSBERG, A.; SIEGEL, P. M. (Ed.) **Concise Encyclopedia of Chemical Technology**. New York: Wiley & Sons, 1985. p.762-763.

- 95 - STARR, M. S.; FRANCIS, F. J. Oxygen and ascorbic acid effect on the relative stability of four anthocyanin pigments in cranberry juice. **Food Technology**, v.22, n.10, p.91-93, oct., 1968.
- 96 - STRACK, D.; WRAY, W. Anthocyanins. In: HARBORNE, J. B. **Methods in plant biochemistry: plant phenolics**. New York: Academic Press, 1989. v.1, p.324.
- 97 - STRUMILLO, C.; KUDRA, T. **Drying** : principles, application and design. New York: Gordon and Breach, 1986. 448p.
- 98 - SZCZESNIAK, A. S. Rheological problems in the food industry. **Journal of Texture Studies**, v.8, p.119, 1977.
- 99 - TEIXEIRA NETO, R. O. Levantamento e aplicação de isotermas. In: JARDIN, D. C. P. **I Seminário sobre atividade de água em alimentos**. Campinas: Ital, 1987. p.14-17.
- 100 - THEVENET, T. Acacia gums: stabilizers for flavor encapsulation. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. **Flavor encapsulation**. Washington: American Chemical Society, 1988. p.37-66. ACS Symposium series 370.
- 101 - TODD, R. D. Microencapsulation and the flavour industry. **The Flavor Industry**, v.1, p.768-771, 1970.

- 102 - TOSTES, E.; RIBEIRO, C.; GRANDI, J. G. Utilização de equações de dois e três parâmetros na modelagem matemática da isoterma de adsorção de umidade à 15°C do pó de marapuama (*Ptycopetalum olacoides benth*). In: HUBINGER, M.; MURR, F. X.; AGUILERA, J. M. **Equipos y procesos para la industria de alimentos**. Anales del I Congreso Ibero-Americano de Ingeniería de Alimentos. Tomo I: Propriedades físicas de los alimentos. Valencia, España, p.304-314, dec., 1996.
- 103 - TSAMI, E.; MARINOS-KOURIS, D.; MAROULIS, Z. B. Water sorption isotherms of raisins, currants, figs, prunes and apricots. **Journal of Food Science**, v.55, p.1594-1597, 1625, 1990.
- 104 - VAN WAZER, J. R.; LYONS, J. W.; KIM, K. Y.; COLWELL, R. E. **Viscosity and flow measurement: a laboratory handbook of rheology**. 2.ed. New York: Interscience publishers, 1963. 406p.
- 105 - VERSIC, R. J. Flavor encapsulation: an overview. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. **Flavor encapsulation**. Washington: American Chemical Society, 1988. p.1-6. ACS Symposium series 370.
- 106 - VITALI, A. A.; RAO, M. A. Flow properties of low-pulp concentrated orange juice: effect of temperature and concentration. **Journal of Food Science**, v.49, n.3, p.882-888, may/june, 1984.

- 107 - WEISSER, H. Influence of temperature on sorption isotherms. **ICEF, 4 Paper No. 130**, Edmonton, Alberta, Canada. 1985
- 108 - WOLF, W.; SPIESS, W. E. L.; JUNG, G.; WEISSER, H.; BIZOT, H.; DUCKWORTH, R. B. The water-vapor sorption isotherms of microcrystalline cellulose and purified potato starch: results of a collaborative study. **Journal of Food Engineering**, v.3, p.51-73, 1984.

# *Apêndice A*

Tabela A.1 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 1 à temperatura de 15 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\varepsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|----------------------|
| 0,3330 | 4,30                | 4,52                  | -0,0506              |
| 0,4315 | 6,70                | 6,59                  | 0,0151               |
| 0,5587 | 10,36               | 10,36                 | 0,0001               |
| 0,7098 | 18,40               | 18,17                 | 0,0123               |
| 0,7561 | 21,89               | 22,07                 | -0,0085              |
| 0,7646 | 23,14               | 22,92                 | 0,0097               |
| 0,8170 | 29,09               | 29,43                 | -0,0118              |
| 0,8592 | 37,28               | 37,14                 | 0,0038               |

Tabela A.2 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 1 à temperatura de 25 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\varepsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|----------------------|
| 0,3278 | 4,25                | 4,67                  | -0,0993              |
| 0,4316 | 7,27                | 6,75                  | 0,0714               |
| 0,5289 | 8,96                | 9,30                  | -0,0380              |
| 0,6886 | 16,60               | 16,13                 | 0,0285               |
| 0,7425 | 20,17               | 19,96                 | 0,0103               |
| 0,7529 | 20,61               | 20,86                 | -0,0122              |
| 0,8099 | 26,64               | 27,18                 | -0,0201              |
| 0,8434 | 32,84               | 32,54                 | 0,0090               |

Tabela A.3 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 1 à temperatura de 35 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\varepsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|----------------------|
| 0,3205 | 3,49                | 4,14                  | -0,1865              |
| 0,4317 | 6,47                | 6,46                  | 0,0023               |
| 0,4991 | 8,25                | 8,32                  | 0,0085               |
| 0,6696 | 17,41               | 16,40                 | 0,0578               |
| 0,7206 | 20,56               | 20,82                 | -0,0128              |
| 0,7487 | 24,71               | 24,08                 | 0,0254               |
| 0,8027 | 31,46               | 33,26                 | -0,0571              |
| 0,8295 | 41,19               | 40,28                 | 0,0222               |

Tabela A.4 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 2 à temperatura de 15 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\epsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|-------------------|
| 0,3330 | 5,12                | 5,27                  | -0,0302           |
| 0,4315 | 7,38                | 7,42                  | -0,0059           |
| 0,5587 | 11,22               | 11,20                 | 0,0018            |
| 0,7098 | 18,99               | 18,93                 | 0,0032            |
| 0,7561 | 22,43               | 22,81                 | -0,0168           |
| 0,7646 | 25,03               | 23,65                 | 0,0550            |
| 0,8170 | 28,84               | 30,23                 | -0,0480           |
| 0,8592 | 38,61               | 38,15                 | 0,0120            |

Tabela A.5 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 2 à temperatura de 25 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\epsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|-------------------|
| 0,3278 | 4,81                | 4,92                  | -0,0234           |
| 0,4316 | 6,99                | 7,07                  | -0,0121           |
| 0,5289 | 9,77                | 9,72                  | 0,0054            |
| 0,6886 | 16,86               | 16,87                 | -0,0005           |
| 0,7425 | 21,24               | 20,95                 | 0,0136            |
| 0,7529 | 22,42               | 21,92                 | 0,0225            |
| 0,8099 | 27,59               | 28,77                 | -0,0429           |
| 0,8434 | 35,23               | 34,72                 | 0,0145            |

Tabela A.6 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 2 à temperatura de 35 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\epsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|-------------------|
| 0,3205 | 4,34                | 4,54                  | -0,0464           |
| 0,4317 | 7,20                | 7,02                  | 0,0245            |
| 0,4991 | 8,55                | 9,00                  | -0,0531           |
| 0,6696 | 18,09               | 17,42                 | 0,0369            |
| 0,7206 | 21,59               | 21,93                 | -0,0156           |
| 0,7487 | 26,06               | 25,21                 | 0,0328            |
| 0,8027 | 32,73               | 34,25                 | -0,0465           |
| 0,8295 | 41,73               | 41,00                 | 0,0176            |

Tabela A.7 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 3 à temperatura de 15 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\epsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|-------------------|
| 0,3330 | 5,76                | 6,18                  | -0,0730           |
| 0,4315 | 8,72                | 8,61                  | 0,0121            |
| 0,5587 | 12,92               | 12,82                 | 0,0084            |
| 0,7098 | 21,93               | 21,18                 | 0,0345            |
| 0,7561 | 25,34               | 25,27                 | 0,0029            |
| 0,7646 | 25,88               | 26,16                 | -0,0108           |
| 0,8170 | 32,10               | 32,93                 | 0,0257            |
| 0,8592 | 41,27               | 40,85                 | 0,0100            |

Tabela A.8 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 3 à temperatura de 25 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\epsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|-------------------|
| 0,3278 | 4,92                | 5,41                  | -0,0987           |
| 0,4316 | 7,96                | 7,83                  | 0,0163            |
| 0,5289 | 11,18               | 10,80                 | 0,0340            |
| 0,6886 | 18,62               | 18,68                 | -0,0034           |
| 0,7425 | 23,29               | 23,06                 | 0,0097            |
| 0,7529 | 24,08               | 24,08                 | -0,0001           |
| 0,8099 | 30,63               | 31,20                 | -0,0185           |
| 0,8434 | 37,46               | 37,16                 | 0,0082            |

Tabela A.9 - Valores experimentais e teóricos da umidade de equilíbrio da Formulação 3 à temperatura de 35 °C.

| $a_w$  | x<br>(experimental) | x<br>(teórico)<br>GAB | $\epsilon$<br>GAB |
|--------|---------------------|-----------------------|-------------------|
| 0,3205 | 5,18                | 5,47                  | -0,0565           |
| 0,4317 | 7,92                | 7,81                  | 0,0136            |
| 0,4991 | 9,86                | 9,67                  | 0,0197            |
| 0,6696 | 18,79               | 18,09                 | 0,0370            |
| 0,7206 | 22,82               | 23,17                 | -0,0152           |
| 0,7487 | 26,21               | 27,17                 | -0,0366           |
| 0,8027 | 40,73               | 39,86                 | 0,0213            |
| 0,8295 | 51,05               | 51,33                 | -0,0054           |

# *Apêndice B*

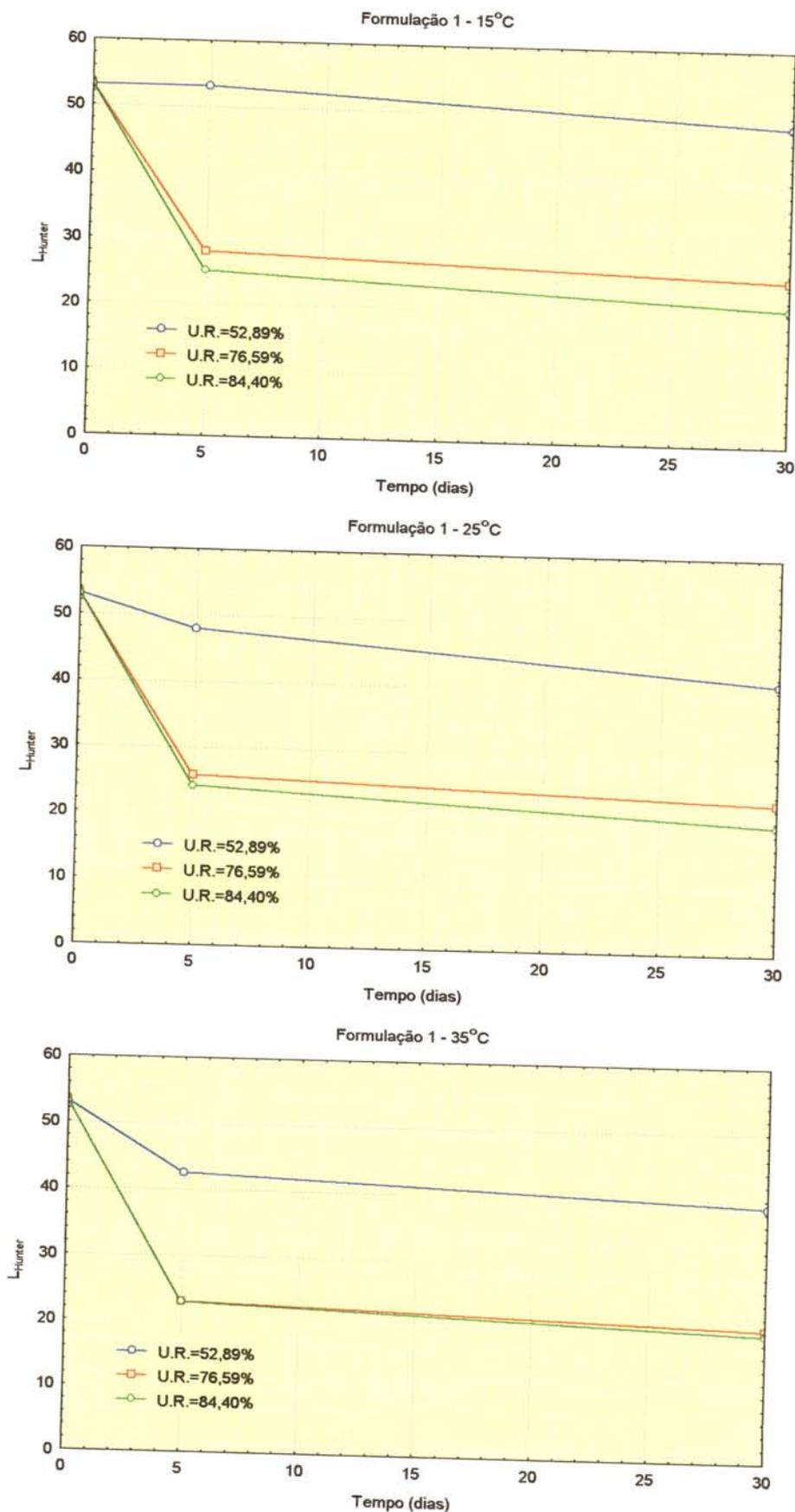


Figura B.1 - Valores médios do parâmetro luminosidade ( $L_{\text{Hunter}}$ ) em função do tempo de armazenagem para a Formulação 1 à 15°C, 25°C e 35°C.

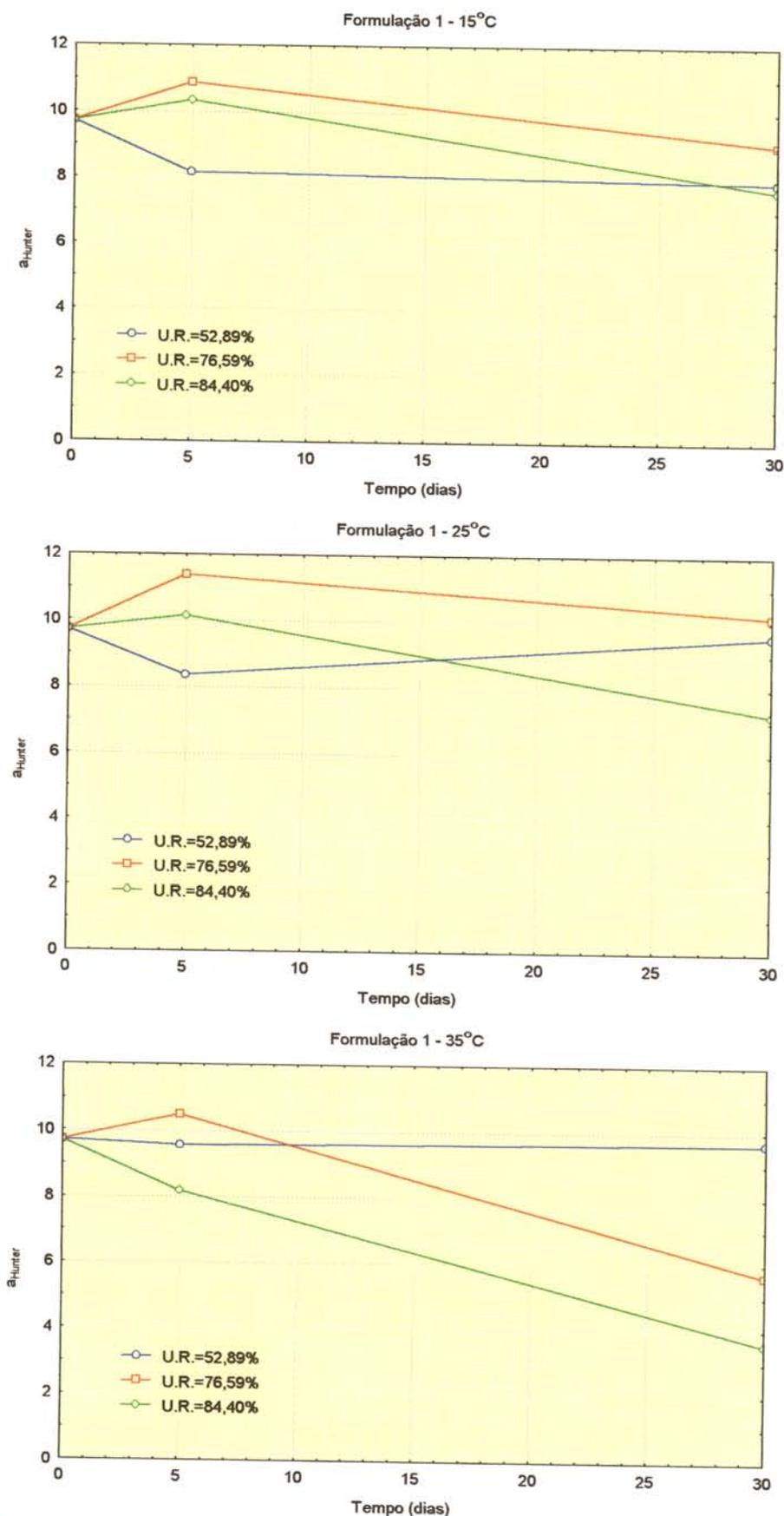


Figura B.2 - Valores médios do parâmetro  $a_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a Formulação 1 à 15°C, 25°C e 35°C.

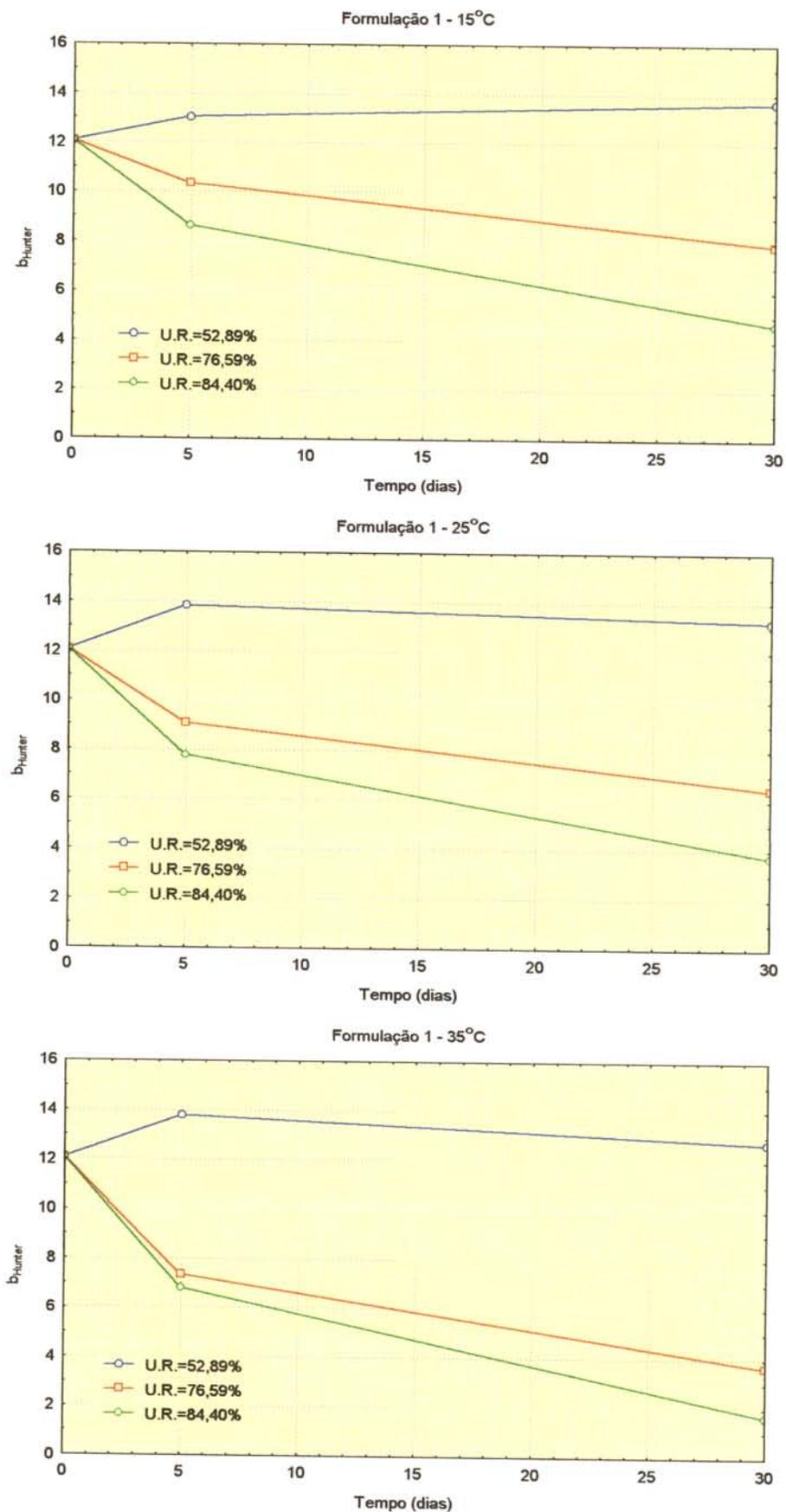


Figura B.3 - Valores médios do parâmetro  $b_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a Formulação 1 à 15°C, 25°C e 35°C.

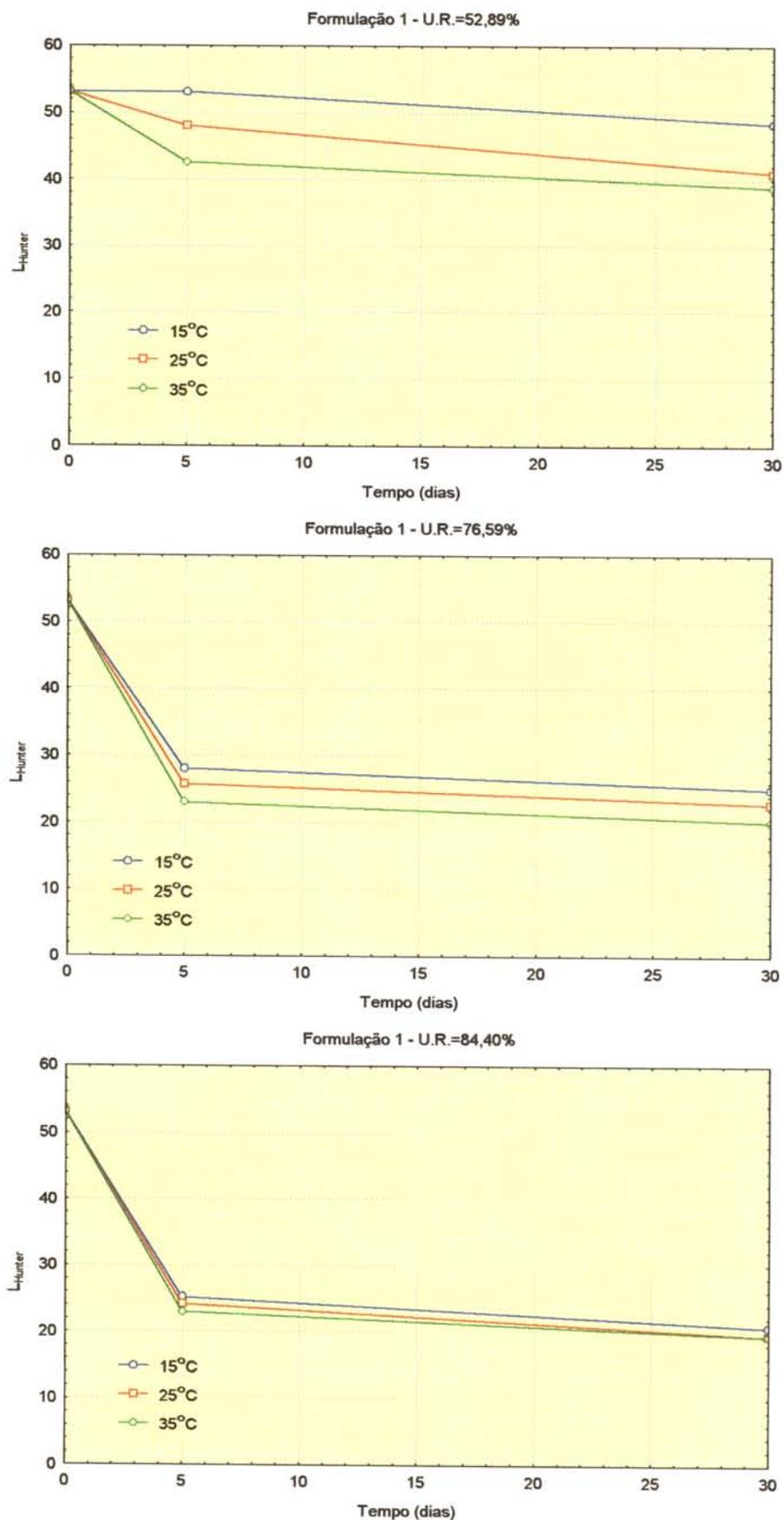


Figura B.4 - Valores médios do parâmetro luminosidade ( $L_{\text{Hunter}}$ ) em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 1.

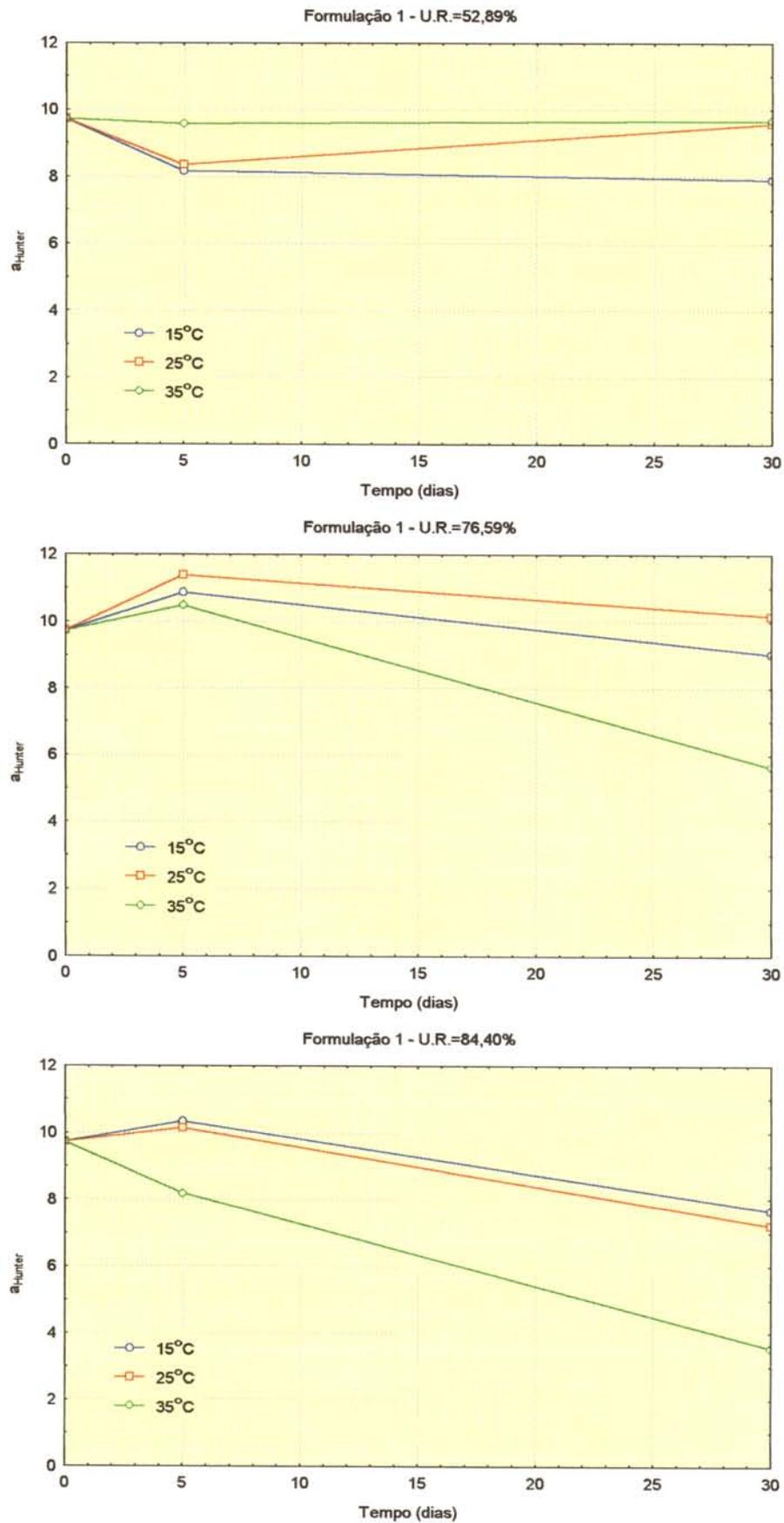


Figura B.5 - Valores médios do parâmetro  $a_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 1.

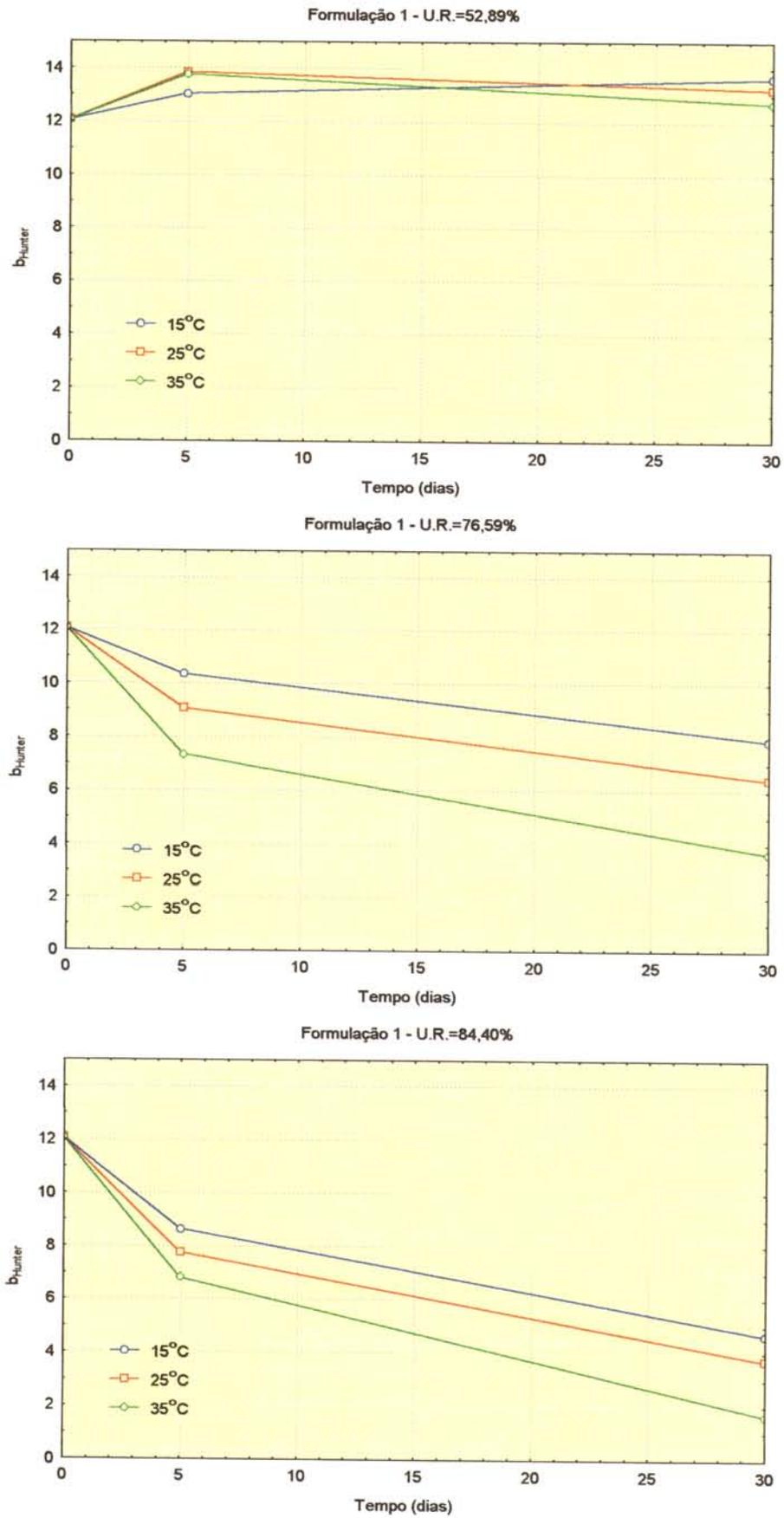


Figura B.6 - Valores médios do parâmetro  $b_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 1.

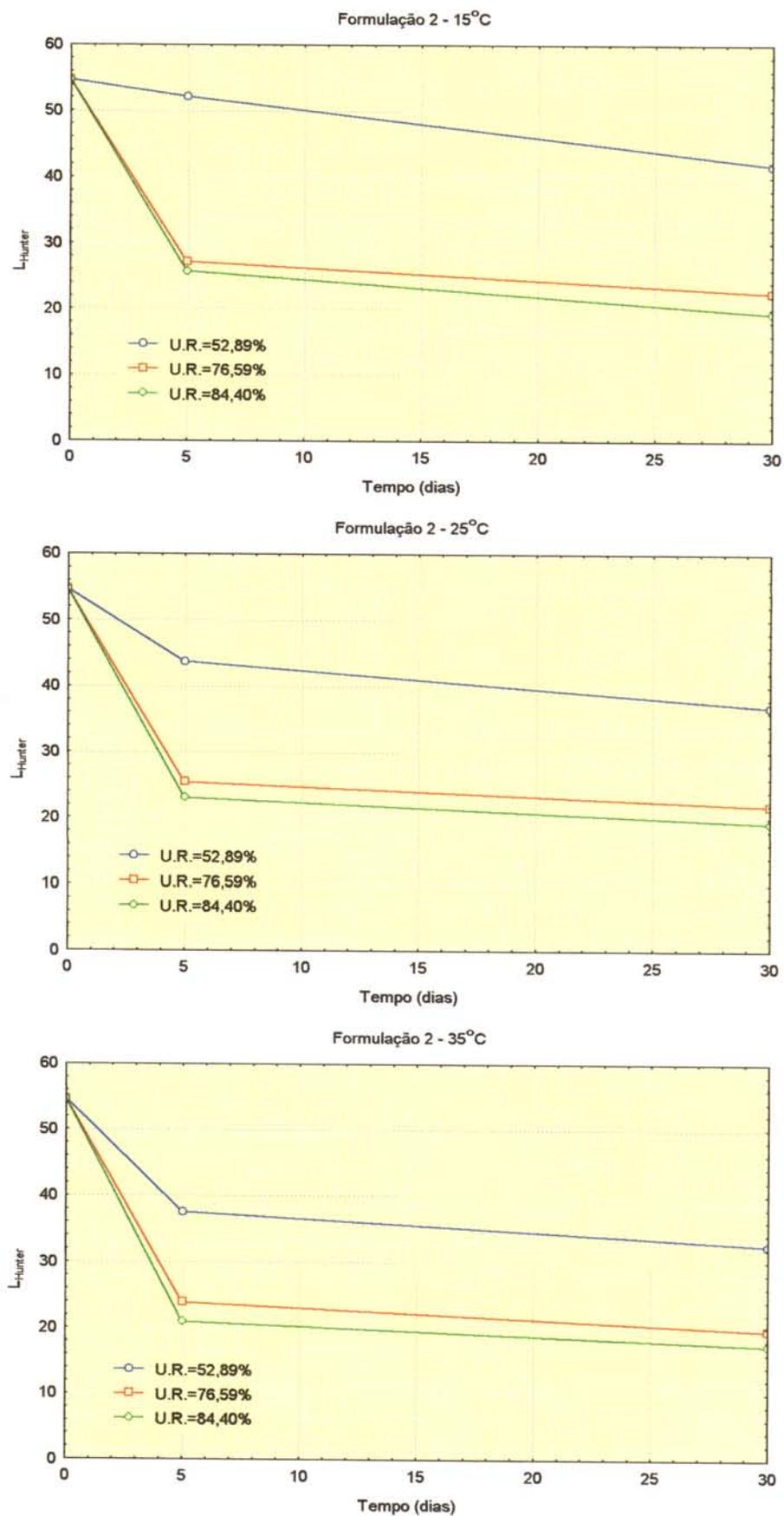


Figura B.7 - Valores médios do parâmetro  $L_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2.

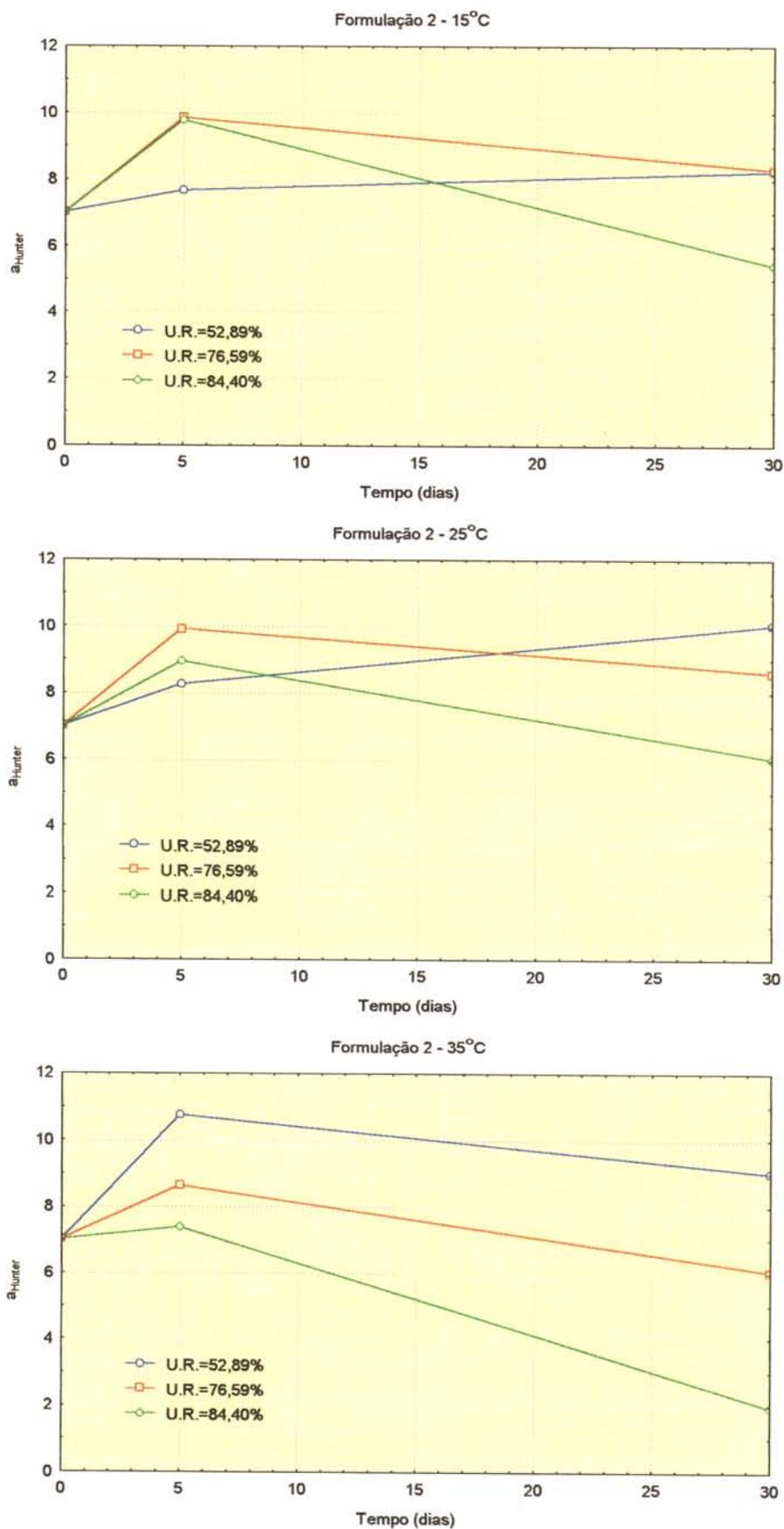


Figura B.8 - Valores médios do parâmetro  $a_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2.

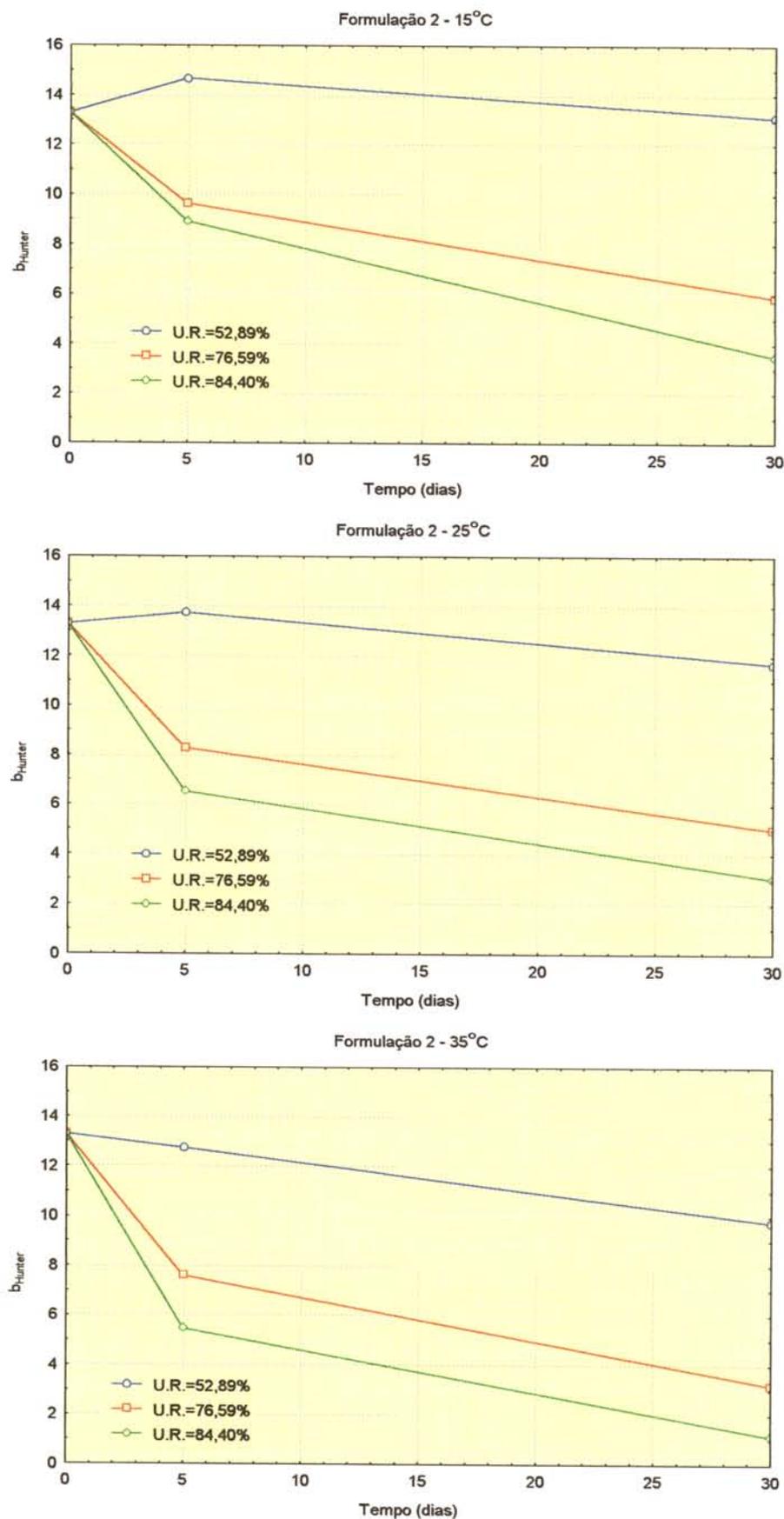


Figura B.9 - Valores médios do parâmetro  $b_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2.

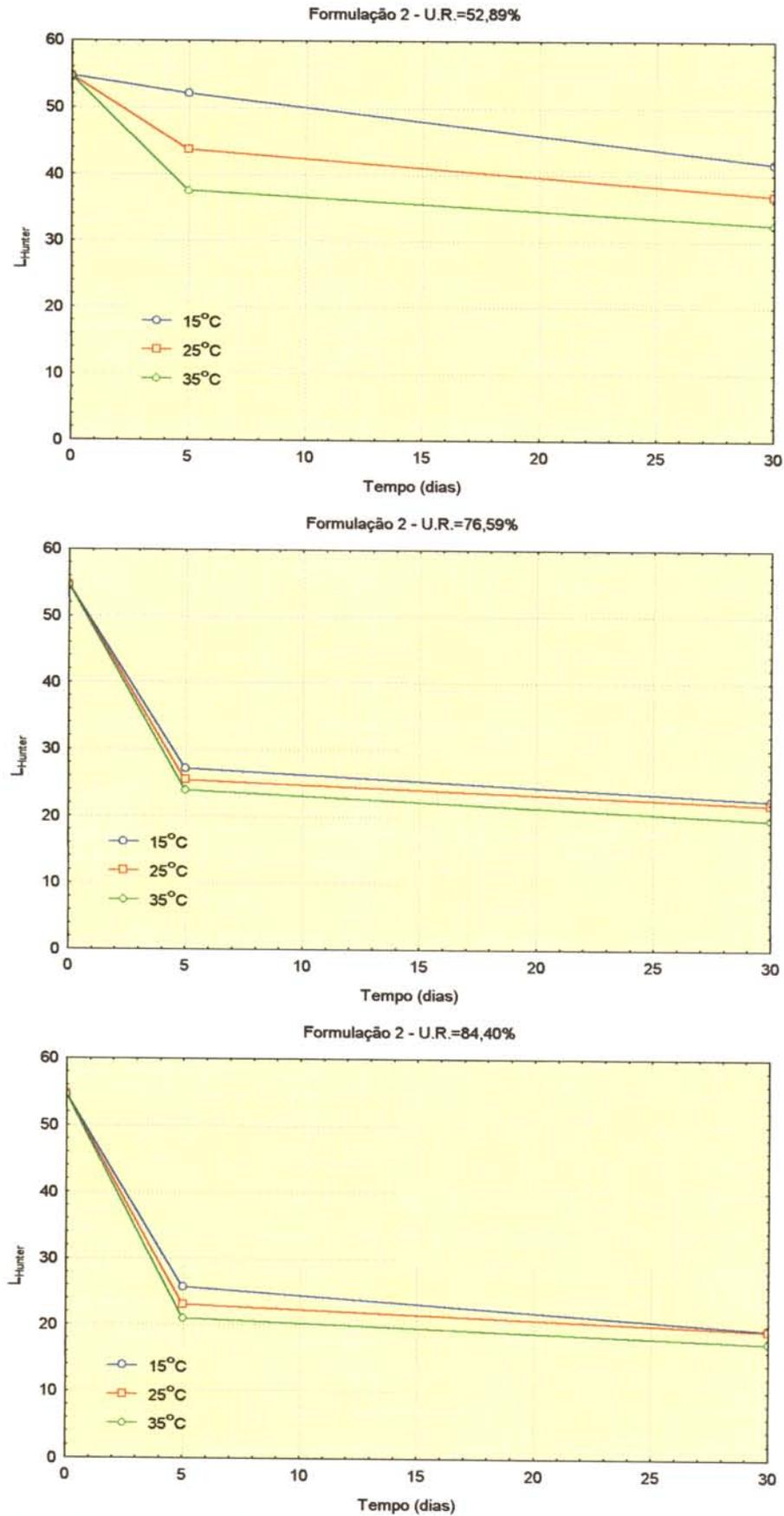


Figura B.10 - Valores médios do parâmetro  $L_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2.

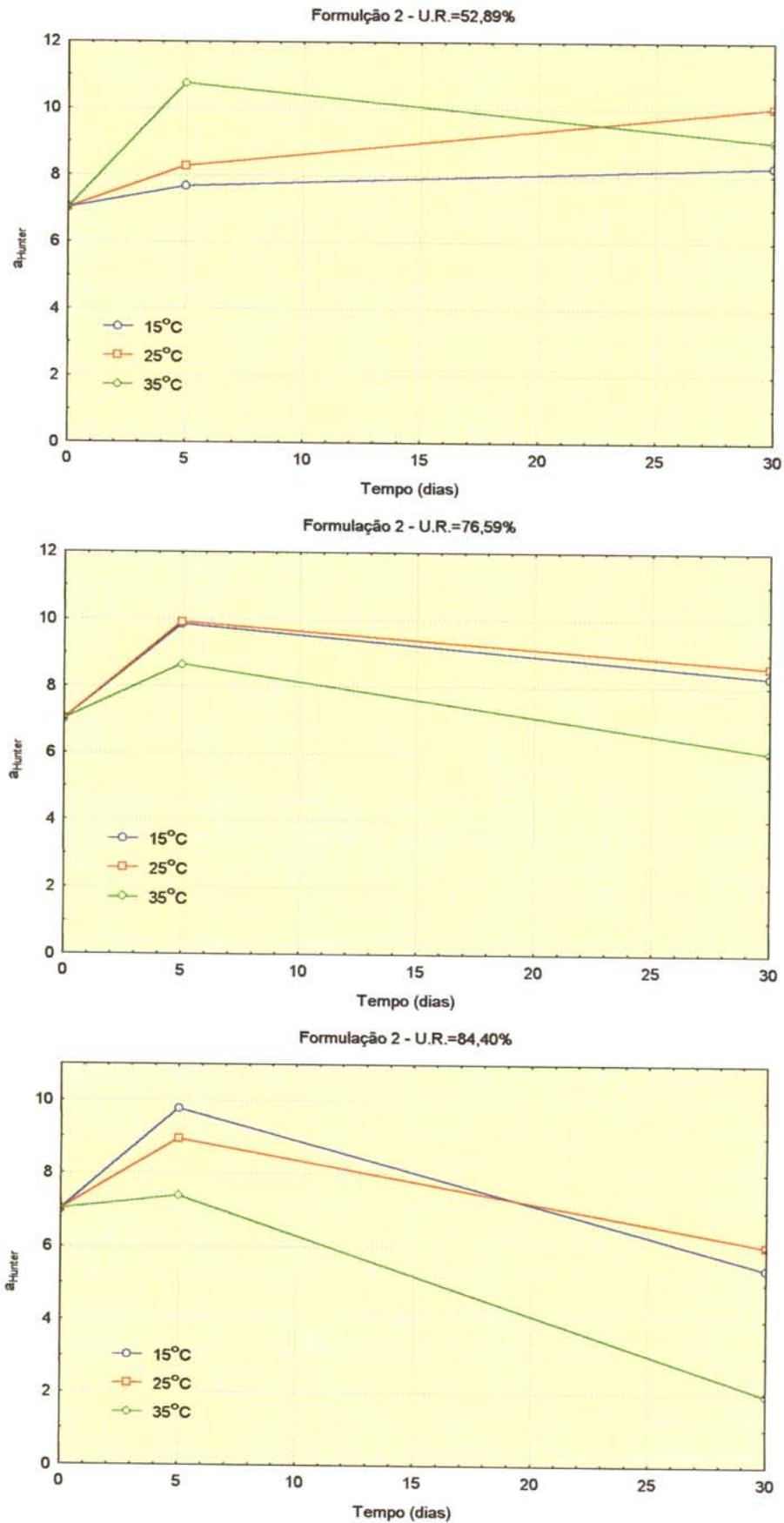


Figura B.11 - Valores médios do parâmetro  $a_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2.

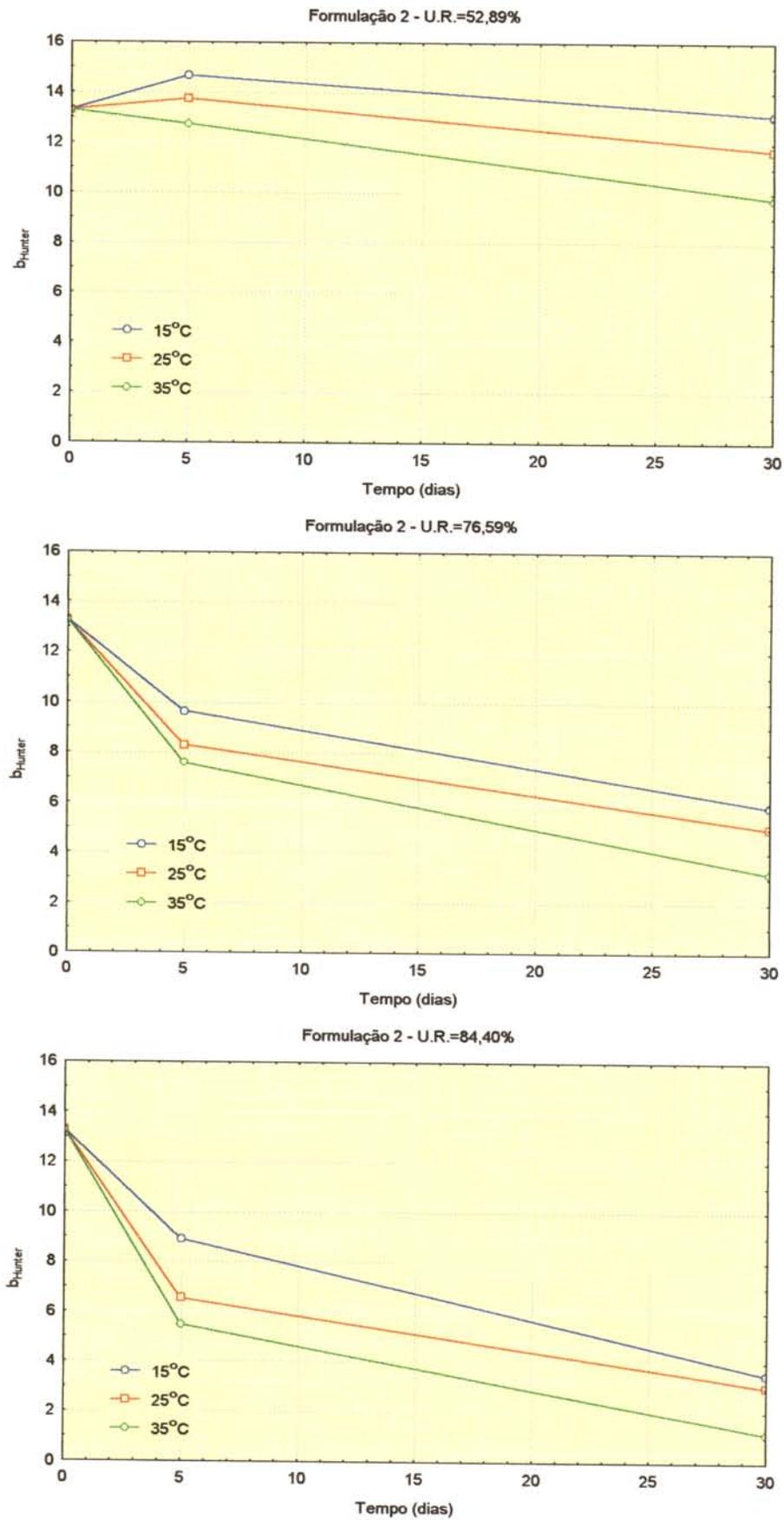


Figura B.12 - Valores médios do parâmetro  $b_{\text{Hunter}}$  em função do tempo de armazenagem para a amostra em pó da Formulação 2.