



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



---

---

***Obtenção de Tomate em Pó por Atomização: Influência das Variáveis de Processo na Qualidade do Produto***

---

---

**Vanessa Goulart Machado**

Engenheira de Alimentos

Orientadora: **Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Florencia Cecília Menegalli**

Co-orientadora: **Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Miriam Dupas Hubinger**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Alimentos.

Campinas, fevereiro de 2010

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

M18o Machado, Vanessa Goulart  
Obtenção de tomate em pó por atomização: influência das variáveis de processo na qualidade do produto / Vanessa Goulart Machado. -- Campinas, SP: [s.n.], 2010.

Orientador: Florencia Cecília Menegalli  
Co-orientador: Miriam Dupas Hubinger  
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas.  
Faculdade de Engenharia de Alimentos

1. Tomate. 2. Spray drying. 3. Propriedades físico-químicas.  
4. Solubilidade. 5. Planejamento experimental. I. Menegalli,  
Florencia Cecília. II. Hubinger, Miriam Dupas. III. Universidade  
Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. IV.  
Título.

Titulo em inglês: Obtention of tomato powder by spray drying: influence of process variables on the quality product

Palavras-chave em inglês (Keywords): Tomato, Spray drying, Physicochemical properties, Solubility, Experimental design

Titulação: Mestre em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora: Florencia Cecília Menegalli

Gustavo César Dacanal

Louise Emy Kurozawa

Programa de Pós Graduação: Programa em Engenharia de Alimentos

Este exemplar corresponde à redação final da dissertação defendida por Vanessa Goulart Machado para obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA DE ALIMENTOS, aprovado pela Comissão Julgadora em \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_.

## **BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Florencia Cecília Menegalli  
(Orientadora)

---

Prof. Dr. Gustavo César Dacanal  
(Membro Titular – FZEA / USP)

---

Dr<sup>a</sup>. Louise Emy Kurozawa  
(Membro Titular – FEA / UNICAMP)

---

Dr<sup>a</sup>. Renata Valeriano Tonon  
(Membro Suplente – FEA / UNICAMP)

---

Prof. Dr. Kil Jin Park  
(Membro Suplente – FEAGRI / UNICAMP)



*Dedico este trabalho à minha mãe  
Gilda Goulart, que nunca deixou de  
acreditar na concretização do meu sonho e a  
quem devo tudo que sou. Seu amor, apoio e  
incentivo foram fundamentais para que eu  
chegasse até aqui.*



*"Ainda que os teus passos pareçam inúteis, vai abrindo caminhos, como a água que desce cantando da montanha. Outros te seguirão..." (Saint-Exupéry)*

*"Quando te parecer que tudo está perdido, ri-te, se puderes. É que te estão a oferecer um degrau que te deixará incomparavelmente mais acima no caminho. Deves ver nisso o sinal de que - por qualquer razão - é tempo de andares depressa. Sobretudo, não te queixes. Há assim metamorfoses que parecem aniquilar, mas não passam de formas de fazer surgir a borboleta. Não te queixes, porque receberás umas asas e cores novas." (Paulo Geraldo)*



## AGRADECIMENTOS

*A Deus, fonte de toda a vida, que me dá inspiração, serenidade e me mostra a cada dia que no final tudo sempre dá certo.*

*À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Florencia Cecília Menegalli, pela orientação e, principalmente, pela “paciência” com a qual me conduziu. Obrigada pelos ensinamentos e confiança, fundamentais para o desenvolvimento deste projeto.*

*À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Miriam Dupas Hubinger, pela co-orientação, pelos conhecimentos transmitidos e pelo bom humor em todas as situações.*

*Aos membros da banca examinadora, Prof. Dr. Gustavo César Dacanal, Dr<sup>a</sup> Louise Emy Kurozawa, Dr<sup>a</sup>. Renata Valeriano Tonon e Prof. Dr. Kil Jin Park, pelas importantes sugestões, que contribuíram para o enriquecimento do trabalho.*

*Ao Prof. Dr. Luiz Antônio Viotto e ao Prof. Dr. Kil Jin Park pela contribuição na banca de qualificação.*

*Ao CNPq pela bolsa de mestrado, a FEA/UNICAMP pelo apoio institucional e a Corn Products pela gentil doação da maltodextrina utilizada neste trabalho.*

*A todos colegas e funcionárias do LEP, em especial à aluna Analia Vanzo, pela preciosa ajuda nas fases iniciais desse trabalho. Obrigada por ter me ensinado com toda a paciência do mundo a trabalhar com o “spray dryer” e por sempre manter a calma quando tudo parecia que ia dar errado.*

*A Universidade Federal do Rio Grande (FURG), por ter me proporcionado obter a base científica para chegar aqui. Em especial aos professores Eliana Badiale Furlong e Walter Augusto Ruiz, por terem me orientado muito além da sala de aula e por serem meus exemplos de profissional a seguir.*



*A todos meus familiares que torceram por mim. Em especial aos meus pais, Pedro e Gilda, por terem me dado uma família linda, os melhores avós do mundo, amor, carinho, educação e tudo mais que eu precisei. Aos meus irmãos, Cíntia, Bruno, Mariana e Pedro, por serem meu maior orgulho e me fazerem a irmã mais coruja que existe. E ao mais novo integrante da família, meu sobrinho Gustavo, que ainda com poucos centímetros dentro da barriga já traz alegria a vida de todos à sua volta.*

*Aos meus amigos, Vânia, Vitor e Andréia, por terem sido mais que amigos, terem sido minha família em Campinas. Obrigada pelas tardes de chimarrão e muito estudo, pelas terças de pão de queijo, pelos magníficos “happy hours” e por todos os bons momentos em que estivemos juntos, desde os tempos da graduação.*

*As minhas queridas amigas-irmãs, Renata e Angélica, amigas fiéis de todas as épocas, que nem tempo nem distância são capazes de afastar. Obrigada simplesmente por existirem na minha vida.*

*À minha amigona Vânia “Maria”, pelos infinitos abacaxis que já me proporcionou até hoje, alguns extremamente doces, outros nem tanto... Obrigada pelo carinho, amizade e respeito, por ter me ensinado um pouquinho sobre coberturas comestíveis e por sempre ter me acompanhado em todas as aventuras “sem-fim”.*

*Ao meu amigo-anjo Dudu (Daniel), pela disposição em ajudar sempre e pela força no momento mais “conturbado” do meu projeto. Obrigada pela amizade, pela agradável companhia, pelos churrascos infinitos e, é claro, por sempre me ouvir com atenção.*

*Aos meus amigos mais “novos”, mas não menos importantes, Gau, Titi, Renata, Julio e Follegatti, por terem tornado meus dias em Campinas muito mais divertidos.*

*Enfim, a todos que, diretamente ou indiretamente, colaboraram para o desenvolvimento deste trabalho, que acreditaram em mim e que participaram com alegria da minha caminhada,*

***Muito obrigada!!!***



# SUMÁRIO

<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>XIX</b>
<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>XXIII</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>XXVII</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>XXIX</b>
<b>NOMENCLATURA .....</b>	<b>XXXI</b>
<b>1 INTRODUÇÃO GERAL .....</b>	<b>1</b>
1.1 Introdução .....	1
1.2 Objetivos .....	3
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>5</b>
2.1 O Tomate .....	5
2.2 O Tomate como Alimento Funcional .....	8
2.2.1 Licopeno .....	8
2.2.2 Ácido Ascórbico .....	10
2.3 Tomate em Pó .....	11
2.4 Secagem por Atomização ( <i>Spray Drying</i> ) .....	13
2.5 Secagem de Sucos de Frutas por <i>Spray Drying</i> .....	20
2.6 Uso de Maltodextrina como Agente Carreador .....	23
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>25</b>
<b>3.1 MATERIAL .....</b>	<b>25</b>
3.1.1 Matéria-Prima .....	25
3.1.2 Agente carreador .....	25
3.1.3 <i>Spray-dryer</i> .....	26



<b>3.2 MÉTODOS</b> .....	26
3.2.1 Obtenção da Polpa de Tomate .....	26
3.2.2 Caracterização Físico-Química da Polpa de Tomate .....	27
3.2.3 Preparo da Polpa de Tomate para Secagem.....	27
3.2.4 Secagem em <i>Spray Dryer</i> .....	28
3.2.5 Caracterização do Tomate em Pó .....	31
3.2.5.1 <i>Distribuição de Tamanho e Diâmetro Médio</i> .....	31
3.2.5.2 <i>Umidade</i> .....	31
3.2.5.3 <i>Atividade de Água</i> .....	32
3.2.5.4 <i>Densidade do Leito</i> .....	32
3.2.5.5 <i>Higroscopicidade</i> .....	32
3.2.5.6 <i>Solubilidade</i> .....	32
3.2.5.7 <i>Tempo de Instantaneização</i> .....	34
3.2.5.8 <i>Conteúdo de Carotenóides</i> .....	35
3.2.5.9 <i>Conteúdo de Ácido Ascórbico</i> .....	35
3.2.5.10 <i>Cor</i> .....	37
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>39</b>
<b>4.1 Caracterização da Polpa de Tomate</b> .....	39
<b>4.2 Planejamento Experimental</b> .....	40
4.2.1 Rendimento .....	41
4.2.2 Caracterização do Tomate em Pó .....	46
4.2.2.1 <i>Distribuição de Tamanho e Diâmetro Médio</i> .....	46
4.2.2.2 <i>Umidade</i> .....	52
4.2.2.3 <i>Atividade de Água</i> .....	56



4.2.2.4 Densidade do Leite .....	59
4.2.2.5 Higroscopicidade.....	62
4.2.2.6 Solubilidade .....	67
4.2.2.7 Tempo de Instantaneização.....	70
4.2.2.8 Retenção de Carotenóides .....	74
4.2.2.9 Retenção de Ácido Ascórbico .....	79
4.2.2.10 Cor .....	83
<b>5 CONCLUSÃO .....</b>	<b>87</b>
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>89</b>
<b>7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>91</b>
<b>APÊNDICE A.....</b>	<b>99</b>
<b>APÊNDICE B.....</b>	<b>103</b>
<b>APÊNDICE C.....</b>	<b>123</b>



## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 2.1</b> - Composição química do tomate.....	7
<b>Tabela 2.2</b> - Composição média de matéria seca no tomate maduro.....	7
<b>Tabela 2.3</b> - Trabalhos realizados com secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> .....	18
<b>Tabela 3.1</b> - Valores das variáveis independentes utilizados em cada nível do DCCR.....	28
<b>Tabela 3.2</b> - Matriz do DCCR para secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> . ....	29
<b>Tabela 4.1</b> - Composição físico-química da polpa de tomate. ....	39
<b>Tabela 4.2</b> - Rendimento do processo de secagem da polpa de tomate por <i>spray drying</i> . ....	41
<b>Tabela 4.3</b> – Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>Rendimento</i> . ....	43
<b>Tabela 4.4</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>Rendimento</i> . ....	43
<b>Tabela 4.5</b> – Caracterização dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> . .....	47
<b>Tabela 4.6</b> – Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>DMP</i> .....	49
<b>Tabela 4.7</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>DMP</i> .....	50
<b>Tabela 4.8</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>UBS</i> . ....	52
<b>Tabela 4.9</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>UBS</i> . ....	53
<b>Tabela 4.10</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para $a_w$ . ....	57
<b>Tabela 4.11</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para $a_w$ .....	58



<b>Tabela 4.12</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para $\rho_b$ .	59
<b>Tabela 4.13</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para $\rho_b$ .	60
<b>Tabela 4.14</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>HIG</i> .	64
<b>Tabela 4.15</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>HIG</i> .	64
<b>Tabela 4.16</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>SOL</i> .	68
<b>Tabela 4.17</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>SOL</i> .	68
<b>Tabela 4.18</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>TIN</i> .	71
<b>Tabela 4.19</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>TIN</i> .	71
<b>Tabela 4.20</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>RC</i> .	76
<b>Tabela 4.21</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>RC</i> .	76
<b>Tabela 4.22</b> - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente <i>t</i> e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para <i>RA</i> .	81
<b>Tabela 4.23</b> - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para <i>RA</i> .	81
<b>Tabela 4.24</b> - Parâmetros de cor dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> .	85



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 2.1</b> - Esquema de um secador <i>spray dryer</i> (adaptado de DZIEZAK, 1988).....	14
<b>Figura 2.2</b> - Simulação da variação no conteúdo de umidade (W) e temperatura de uma partícula de leite ( $T_p$ ) em função do tempo de residência no <i>spray dryer</i> e seu mecanismo de secagem (KIM; CHEN; PEARCE, 2009b).....	14
<b>Figura 2.3</b> - Etapas do processo de secagem de produtos ricos em açúcar em <i>spray dryer</i> (adaptado de BHANDARI; DATTA; HOWES, 1997).....	21
<b>Figura 3.1</b> - Tomates com diferentes estádios de maturação.....	25
<b>Figura 3.2</b> - Mini <i>spray dryer</i> MSD 1.0 Labmaq do Brasil Ltda.....	26
<b>Figura 3.3</b> - Centrífuga Turbo Juicer Prime Britânia.....	27
<b>Figura 3.4</b> - <i>Spray dryer</i> em funcionamento durante a secagem da polpa de tomate. (a) agitação da mistura; (b) termopar para monitoramento da temperatura de saída do ar; (c) válvula para controle da vazão de ar comprimido; (d) bomba de alimentação.....	28
<b>Figura 3.5</b> - Esquema do dispositivo de agitação utilizado no teste de solubilidade (NIRO, 2005, adaptado por DACANAL; MENEGALLI, 2009).....	33
<b>Figura 3.6</b> - Dispositivo para determinação do tempo de instantaneização (HOGKAMP; SCHUBERT, 2003, adaptado por DACANAL, 2005).....	34
<b>Figura 4.1</b> - Problemas ocorridos durante a secagem em <i>spray drying</i> . (a) aderência das partículas no interior da câmara; (b) deposição do pó no sistema que conecta a câmara de secagem ao ciclone.....	42
<b>Figura 4.2</b> - Distribuição de tamanho de partícula dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> . (a) ensaios 1 a 5; (b) ensaios 6 a 10; (c) ensaios 11 a 14; (d) ensaios 15 a 17.....	46



<b>Figura 4.3</b> - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) para a resposta <i>UBS</i> , em função de <i>T</i> e <i>M</i> para <i>V</i> igual a 0,70 l/h. ....	54
<b>Figura 4.4</b> - Diâmetro médio e conteúdo de umidade dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray drying</i> para os ensaios do planejamento experimental* . ....	56
<b>Figura 4.5</b> - Mudanças nas características físicas do pó de tomate mantido a 25 °C e 75,29% de <i>UR</i> . (a) tempo = 0 dias; (b) tempo = 7 dias. ....	63
<b>Figura 4.6</b> - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) para a resposta <i>HIG</i> , em função de <i>T</i> e <i>M</i> para <i>V</i> igual a 0,70 l/h. ....	65
<b>Figura 4.7</b> - Higroscopicidade e conteúdo de umidade dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray drying</i> para os ensaios do planejamento experimental* . ....	66
<b>Figura 4.8</b> - Superfícies de resposta e curvas de contorno para <i>TIN</i> , em função de <i>T</i> e <i>M</i> . (a) e (b) <i>V</i> : 0,62 l/h; (c) e (d) <i>V</i> : 0,70 l/h; (e) e (f) <i>V</i> : 0,78 l/h. ....	73
<b>Figura 4.9</b> - Retenção de carotenóides obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> . ....	75
<b>Figura 4.10</b> - Superfícies de resposta e curvas de contorno para <i>RC</i> , em função de <i>T</i> e <i>M</i> . (a) e (b) <i>V</i> : 0,62 l/h; (c) e (d) <i>V</i> : 0,70 l/h; (e) e (f) <i>V</i> : 0,78 l/h. ....	78
<b>Figura 4.11</b> - Retenção de ácido ascórbico obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> . ....	79
<b>Figura 4.12</b> - Imagem dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em <i>spray dryer</i> , de acordo com os ensaios do planejamento experimental* . ....	84



## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo a obtenção de tomate em pó através do processo de secagem por atomização da polpa de tomate. Os experimentos foram conduzidos utilizando um atomizador de bancada e maltodextrina 10DE foi empregada como agente carreador. Foi utilizado um delineamento central composto rotacional (DCCR) para estudar a influência das seguintes variáveis independentes: temperatura do ar de secagem (153 a 187 °C), vazão de alimentação (0,57 a 0,83 l/h) e concentração de maltodextrina (3,3 a 11,7%). As variáveis de resposta foram o rendimento de produto e as seguintes características do tomate em pó: diâmetro médio de partícula, conteúdo de umidade, atividade de água, densidade do leite, higroscopicidade, solubilidade, tempo de instantaneização, retenção de carotenóides e retenção de ácido ascórbico. Os pós de tomate também foram caracterizados quanto à distribuição de tamanho de partículas e cor. Todas as variáveis mostraram influência significativa sobre as características do produto em pó, sendo que a concentração de maltodextrina foi a variável com efeito significativo sobre a maioria das respostas (rendimento, diâmetro médio de partícula, umidade, densidade do leite, higroscopicidade, tempo de instantaneização, retenção de carotenóides e retenção de ácido ascórbico), além de sua interação com a temperatura do ar de secagem. A análise das superfícies de resposta indicou que a produção de um pó com menor conteúdo de umidade, higroscopicidade, tempo de instantaneização e maior retenção de carotenóides pode ser conseguida utilizando-se temperatura do ar de secagem de 160 °C, vazão de alimentação de 0,62 l/h e concentração de maltodextrina de 10%, considerando a polpa de tomate com 5% de sólidos totais. Para as demais respostas (rendimento, diâmetro médio de partícula, atividade de água, densidade aparente, solubilidade e retenção de ácido ascórbico), os modelos obtidos não foram estatisticamente significativos, dentro da faixa de valores utilizada para cada variável independente do planejamento experimental. O tomate em pó obtido por atomização apresentou grande potencial de utilização, devido às suas propriedades como solubilidade e alta retenção de ácido ascórbico, além do baixo conteúdo de umidade e atividade de água, que facilitam seu armazenamento e transporte.

**Palavras-chave:** tomate, *spray drying*, propriedades físico-químicas, solubilidade, planejamento experimental.



## ABSTRACT

The objective of this work was to obtain tomato powder by spray drying of tomato pulp. The process was carried out using a laboratory spray dryer and maltodextrin 10DE was used as carrier agent. A central composite rotatable design (CCRD) was used to estimate the influence of the following independent variables: inlet air temperature (153 to 187 °C), feed flow rate (0.57 to 0.83 l/h) and maltodextrin concentration (3.3 to 11.7%) on the product yield and on the powder properties of the powder. The evaluated characteristics in tomato powder were: mean diameter, moisture content, water activity, bulk density, hygroscopicity, solubility, wetting time, carotenoids retention and ascorbic acid retention. Tomato powder was also characterized for particle size distribution and color. All variables had significant influence on the characteristics of the tomato powder and the maltodextrin concentration was the variable with significant effect on most of the responses (product yield, mean diameter, moisture content, bulk density, hygroscopicity, wetting time, carotenoids retention and ascorbic acid retention), besides its interaction with the inlet air temperature, at a 90% confidence interval. The response surface analysis indicated that obtaining a product with lower moisture content, lower hygroscopicity, lower wetting time and higher carotenoids retention can be achieved by using the inlet air temperature of 160 °C, feed flow rate of 0.62 l/h and maltodextrin concentration of 10%, considering the tomato pulp with 5% total solids. For the responses: process yield, mean diameter, water activity, bulk density, solubility and ascorbic acid retention, the models obtained were not statistically significant, within the levels used for each independent variable in experimental design. Tomato powder, obtained by spray drying, showed a great potential to several applications, due to its properties such as solubility and high ascorbic acid retention, besides the low moisture content and water activity that facilitate its storage and transport.

**Keywords:** tomato, *spray drying*, physicochemical properties, solubility, experimental design.



## NOMENCLATURA

<i>ASC</i>	conteúdo de ácido ascórbico em base seca (mg/100g)
<i>a<sub>w</sub></i>	atividade de água
b.s.	base seca
b.u.	base úmida
<i>CAR</i>	conteúdo de carotenóides em base seca (µg/g)
DCCR	delineamento composto central rotacional
DE	dextrose equivalente de maltodextrina
<i>DMP</i>	diâmetro médio de partícula (µm)
DP	desvio padrão
<i>D<sub>4,3</sub></i>	diâmetro médio de De Brouckere (µm)
<i>HIG</i>	higroscopicidade (g/100g)
<i>M</i>	concentração de maltodextrina (nível real) (%)
<i>m</i>	concentração de maltodextrina (nível codificado)
<i>p</i>	significância estatística
<i>R<sup>2</sup></i>	coeficiente de determinação
<i>RA</i>	retenção de ácido ascórbico (%)
<i>RC</i>	retenção de carotenóides (%)
<i>SOL</i>	Solubilidade (%)
<i>T</i>	temperatura do ar de secagem (nível real) (°C)
<i>t</i>	temperatura do ar de secagem (nível codificado)
<i>TIN</i>	tempo de instantaneização (min)
<i>T<sub>g</sub></i>	temperatura de transição vítrea
<i>T<sub>gm</sub></i>	temperatura de transição vítrea da mistura
<i>UBU</i>	umidade em base úmida (%)
<i>UBS</i>	umidade em base seca (%)
<i>UR</i>	umidade relativa (%)
<i>V</i>	vazão de alimentação (nível real) (l/h)
<i>v</i>	vazão de alimentação (nível codificado)

### Letras gregas

<i>ρ<sub>b</sub></i>	densidade do leito ( <i>bulk density</i> ) (g/ml)
----------------------	---



# 1 INTRODUÇÃO GERAL

## 1.1 Introdução

O tomate (*Lycopersicon esculentum* Mill) é um dos vegetais mais consumidos no mundo tanto na forma *in natura*, em saladas, como na forma industrializada em molhos, sucos, sopas, catchup ou como tomate seco. Ao longo dos últimos anos, o tomate fresco e os produtos derivados do tomate têm despertado interesse científico devido à sua atividade antioxidante, que está relacionada ao conteúdo de licopeno presente no fruto (GIOVANELLI et al., 2002; TELIS; SOBRAL, 2002; CHANG et al., 2006).

O licopeno é o carotenóide mais abundante no tomate, sendo o grande responsável por sua coloração vermelha. Estudos clínicos e epidemiológicos têm confirmado que dietas ricas em licopeno estão associadas com a redução do risco de desenvolvimento de vários tipos de câncer, entre eles o de próstata e ovário, bem como a uma menor incidência de outras doenças crônicas degenerativas, como doenças cardiovasculares (ERDMAN JR; FORD; LINDSHIELD, 2009; GIOVANNUCCI, 1999; GOULA; ADAMOPOULOS, 2005c; CHANG et al., 2006; MURATORE et al., 2008).

Como a maioria dos vegetais, o tomate é um alimento altamente perecível, com vida útil limitada à temperatura ambiente. Este fato, aliado ao inadequado controle de qualidade inicial, incidência e severidade de danos físicos, exposição a temperaturas impróprias e demora entre a colheita e o consumo, resulta em perdas significativas na qualidade dos frutos.

Devido à ótima compatibilidade do tomate com o processo de desidratação, esta técnica vem sendo apontada como uma das principais alternativas para reduzir as perdas e agregar valor à matéria-prima. No entanto, existe a necessidade de se desenvolver tecnologias adequadas para o processamento e preservação deste importante produto, de modo que não somente diminuam as perdas, mas que também gere receitas adicionais para o país (DAVOODI et al., 2007).

O tomate em pó possui muitas vantagens, incluindo a facilidade de acondicionamento, transporte e manuseio (AL-ASHEH et al., 2003; GOULA et al., 2008). O produto é muito procurado por fabricantes de sopa desidratada e também pode ser utilizado em molhos, pastas, pratos refogados e massas (LEWICKI; LE; POMARAŃSKA-ŁAZUKA, 2002; AL-ASHEH et al., 2003; FARAHNAKY et al., 2008). Sob a forma de pó, representa um ingrediente estável, natural e de fácil dosagem, que pode ser usado para conferir cor e sabor para produtos alimentícios.

Entre os tipos de secadores industriais disponíveis, o equipamento mais indicado para obter o pó de tomate a partir da sua polpa é o secador do tipo *spray dryer* (GOULA et al., 2008). A secagem por atomização (*spray drying*) é um processo que resulta em produtos de boa qualidade, é de relativo baixo custo quando comparado à liofilização, possui bom rendimento e tem sido bastante utilizada na produção de sucos de fruta em pó (ABADIO et al., 2004; CANO-CHAUCA et al., 2005; QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007; TONON; BRABET; HUBINGER, 2008, 2009).

No entanto, a polpa de tomate é um produto difícil de secar por *spray drying*, devido à baixa temperatura de transição vítrea dos açúcares de baixo peso molecular que a compõem (GOULA; ADAMOPOULOS, 2003; 2008a). Os pós resultantes deste processo possuem alta higroscopicidade e adesividade, que provocam a aderência do produto nas paredes do secador, resultando em baixo rendimento, dificuldade de manipulação e tornando seu armazenamento e utilização mais difíceis, devendo-se buscar alternativas para eliminar ou, pelo menos, para amenizar estes problemas. Além disso, os poucos trabalhos encontrados na literatura científica que abordam a produção de tomate em pó não apresentam uma caracterização ampla sobre os produtos obtidos.

Portanto, é importante estabelecer condições de processo que resultem em bom rendimento e que permitam a obtenção de um produto em pó à base de tomate com boas propriedades sensoriais e nutricionais, assim como, com potencial de utilização tanto industrial, quanto doméstica.

## 1.2 Objetivos

Este trabalho teve como objetivo principal a obtenção de tomate em pó através do processo de secagem por atomização (*spray drying*).

Os objetivos específicos foram:

- Estudar a influência da temperatura do ar de secagem, da vazão de alimentação e da concentração de agente carreador sobre o rendimento de processo e sobre as características do produto obtido;

- Caracterizar o pó quanto a: distribuição de tamanho e diâmetro médio de partícula, conteúdo de umidade, atividade de água, densidade aparente, higroscopicidade, solubilidade, tempo de instantaneização, conteúdo de carotenóides, conteúdo de ácido ascórbico e cor;

- Estabelecer a melhor condição de processo, visando à obtenção de um produto com boas propriedades de solubilização e maior retenção dos compostos antioxidantes.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 O Tomate

O tomateiro é uma dicotiledônea da família *Solanaceae*, espécie *Lycopersicon esculentum* Mill. O fruto é do tipo baga carnosa e succulenta, com aspecto variável, conforme o cultivar. Em sua maioria, são vermelhos quando maduros, com exceção dos cultivares japoneses do tipo salada, com frutos rosados. O peso unitário médio do fruto varia de menos de 25 g (cultivares tipo cereja) até mais de 300 g, em cultivares de frutos grandes, tipo salada (PEREIRA; QUEIROZ; FIGUEIRÊDO, 2006).

O tomate é um fruto nativo da América do Sul, originário dos países andinos, do norte do Chile até a Colômbia. É um dos vegetais mais consumidos no mundo, tanto na forma *in natura* (em saladas), como na forma industrializada em molhos, sucos, sopas, catchup ou mesmo seco (LEWICKI; LE; POMARAŃSKA-Ł AZUKA, 2002; SOGI et al., 2003; TONON; BARONI; HUBINGER, 2006; DOYMAZ, 2007; MURATORE et al., 2008).

O fruto é o segundo produto hortícola em área cultivada no mundo e o primeiro em volume industrializado (TELIS; SOBRAL, 2002; TONON; BARONI; HUBINGER, 2006). Segundo dados da Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação (2007), nos últimos 20 anos a produção mundial de tomate duplicou, ultrapassando a faixa dos 125 milhões de toneladas anuais.

O maior produtor mundial de tomate é a China, seguida por Estados Unidos e Turquia. O Brasil está entre os dez maiores produtores, ocupando a nona posição, com um crescimento acima da média mundial. Já no quesito produtividade, o Brasil está entre os três primeiros colocados, considerando os maiores países produtores, atrás apenas dos Estados Unidos e da Espanha (ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA AGRICULTURA E ALIMENTAÇÃO, 2007).

A produção de tomate no Brasil supera 3 milhões de toneladas por ano. Do total produzido, cerca de 77%, o que corresponde a mais de 2 milhões de toneladas, são destinados ao consumo *in natura* (GUALBERTO; OLIVEIRA; GUIMARÃES, 2007).

Em 2008, a safra brasileira foi superior a 3,87 milhões de toneladas, com destaque para a região Sudeste, responsável por 40% desta produção. Goiás, o maior estado produtor de tomate e com a maior área plantada do país, produziu 1,15 milhões toneladas do produto em 2008, o que representa quase 30% da produção nacional (INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA, 2008).

Um dos principais fatores para a expansão da cultura é o crescimento do consumo. Entre os anos de 1983 e 2005, a produção mundial *per capita* de tomate cresceu cerca de 36%, passando de 14 kg por pessoa por ano para 19 kg (ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA AGRICULTURA E ALIMENTAÇÃO, 2007).

O tomate possui uma estrutura interna parecida com um material fibroso enquanto a área da polpa contém sementes feitas de material não poroso (HAWLADER et al., 1991). A polpa possui um alto teor de umidade e, em termos nutricionais, possui poucas calorias. É rica em vitaminas A, C e E e minerais como cálcio, ferro e fósforo (TONON, 2005).

O tomate contém cerca de 94% de água, sendo que os constituintes orgânicos que prevalecem são os açúcares (STEVENS, 1972). Os teores de açúcares redutores (frutose e glicose) correspondem a 50 a 65% da matéria seca do fruto e a mais de 95% dos açúcares totais. A sacarose, quando presente nos tomates frescos, encontra-se em níveis muito baixos. Os componentes estruturais da fruta (sólidos insolúveis) também são constituintes importantes e representam cerca de 20% da matéria seca. A composição química do tomate (cultivares Santa Clara e Deborah) é apresentada na Tabela 2.1.

A porcentagem de sólidos no tomate varia em função da variedade, do tipo de solo, do tipo de cultivo (estaqueado ou rasteiro), do local de cultura (estufa ou campo) e, especialmente, da quantidade de chuvas durante o período de cultivo (GOULD, 1991). Tomates cultivados em períodos de seca geralmente são mais firmes e contêm mais sólidos que aqueles cultivados em climas mais úmidos (TONON, 2005). A Tabela 2.2 apresenta a composição média de matéria seca presente no tomate maduro.

**Tabela 2.1** - Composição química do tomate.

Componente	Quantidade (g/100g b.u.)	
	Santa Clara*	Deborah**
Umidade	95,1	94,5
Proteínas	1,1	0,87
Lipídios	0,2	0,12
Carboidratos	3,1	3,92
Fibras	1,2	-
Cinzas	0,5	0,42

Fonte: \* TACO, 2006.

\*\* TONON; BARONI; HUBINGER, 2006.

**Tabela 2.2-** Composição média de matéria seca no tomate maduro.

Componente	Quantidade (g/100g b.s.)
Glicose	22,0
Frutose	25,0
Sacarose	1,0
Proteínas	8,0
Substâncias pécicas	7,0
Hemicelulose	4,0
Celulose	6,0
Ácido cítrico	9,0
Ácido málico	4,0
K, Ca, Mg e P	8,0
Lipídios	2,0
Aminoácidos dicarboxílicos	2,0
Pigmentos	0,4
Ácido ascórbico	0,5
Voláteis	0,1
Outros aminoácidos, vitaminas e polifenóis	1,0

Fonte: DAVIES; HOBSON, 1981.

## 2.2 O Tomate como Alimento Funcional

Ao longo dos últimos anos, o tomate fresco e os produtos derivados do tomate têm despertado interesse científico, devido à sua atividade antioxidante (GIOVANELLI et al., 2002; TELIS; SOBRAL, 2002; CHANG et al., 2006). O tomate pode ser considerado um alimento funcional que contém altos teores de vitaminas A e C, além de ser rico em licopeno (TONON; BARONI; HUBINGER, 2006). Os constituintes do tomate também incluem vitamina E, compostos fenólicos, flavonóides e outros compostos relacionados com atividade antioxidante (GIOVANELLI et al., 2002; CHANG et al., 2006; TOOR; SAVAGE, 2006).

### 2.2.1 Licopeno

O licopeno é o carotenóide mais abundante no tomate, sendo o grande responsável por sua coloração vermelha. A quantidade de licopeno presente nos tomates depende de sua variedade, de seu estágio de maturação e das condições ambientais de cultivo. Normalmente, o tomate apresenta de 3 a 5 mg de licopeno por 100 g de fruto fresco, sendo que algumas variedades muito vermelhas podem conter mais de 15 mg/100 g (HART; SCOTT, 1995).

Embora o licopeno não tenha nenhuma atividade provitamina A, ele exibe uma capacidade de se ligar ao oxigênio singlete *in vitro*. Esta capacidade é duas vezes maior do que a do  $\beta$ -caroteno e 10 vezes maior do que a do  $\alpha$ -tocoferol, o que torna sua presença na dieta de considerável importância (SHI et al., 1999). Pesquisas apontam que o consumo dessa substância, presente tanto no fruto fresco como no processado, ajuda na prevenção de doenças crônicas, como doenças cardiovasculares e alguns tipos de câncer, entre eles o de próstata, do trato digestivo e do pulmão (GIOVANNUCCI, 1999; GOULA; ADAMOPOULOS, 2005c; CHANG et al., 2006; MURATORE et al., 2008).

A importância nutricional do tomate tem promovido estudos na área de alimentos visando preservar e determinar os danos oxidativos ocorridos durante o processamento e armazenamento dos produtos derivados do tomate. De acordo com Klaui e Bauernfeind (1981), o aquecimento e a secagem do tomate sob diferentes condições de processamento (cozimento, concentração e desidratação) para produção de suco, polpa e pó de tomate podem causar a degradação do licopeno. Esta degradação pode ser dependente da temperatura, duração e tipo de tratamento, bem como, da presença de oxigênio e luz.

Sharma e Le Maguer (1996) reportaram significantes perdas de licopeno em amostras de polpa de tomate tratadas termicamente a 100 °C, na presença de oxigênio, com ou sem luz. Zanoni et al. (1999) verificaram que perdas insignificantes de licopeno ocorreram durante a secagem de metades de tomate a 80 °C durante 7 horas, enquanto que perdas maiores (12%) foram encontradas quando o tomate foi seco à 110 °C por 4 horas. Shi et al. (1999) observaram a diminuição de 4% do conteúdo de licopeno após a secagem de tomates inteiros a 95 °C até um conteúdo final de umidade entre 3 a 4% (6-8 horas).

Por outro lado, diversos estudos têm indicado que tratamentos térmicos comuns aplicados ao tomate não resultam em perdas significativas de licopeno. De acordo com as conclusões de Gartner, Stahl e Sies (1997), o licopeno é estável ao aquecimento e ao processamento industrial e estes tratamentos são capazes de melhorar a sua biodisponibilidade de licopeno, devido à sua liberação da matriz do alimento.

Stahl e Sies (1992) verificaram que um maior conteúdo de licopeno foi encontrado no tomate processado termicamente do que no tomate não processado. Wang, Cao e Prior (1996) observaram que o suco de tomate tratado termicamente obteve atividade antioxidante muito superior a atividade encontrada nos sucos frescos. Chen et al. (2000) relataram que uma maior atividade antioxidante foi obtida através de tratamentos térmicos tais como vapor, fritura e microondas nos frutos de tomate.

Embora muitas pesquisas tenham sido feitas para avaliar a perda de licopeno durante o aquecimento ou secagem de produtos de tomate, a literatura científica tem poucas informações sobre o efeito do tratamento térmico sobre o conteúdo de licopeno durante a secagem por *spray drying* da polpa de tomate.

Goula e Adamopoulos (2005c) estudaram a retenção de licopeno durante a secagem por atomização da polpa de tomate (110-140 °C) e o efeito das condições de processo no conteúdo de licopeno do produto em pó. Os autores encontraram uma perda de licopeno entre 8,1 e 20,9%, sendo esta influenciada não só pelas temperaturas de entrada e saída do ar, mas também por fatores como o conteúdo de umidade das gotículas e a exposição ao oxigênio e à luz.

### 2.2.2 Ácido Ascórbico

A degradação de ácido ascórbico em produtos de tomate como resultado do tratamento térmico também tem sido relatada por muitos pesquisadores (DEWANTO et al., 2002; GIOVANELLI et al., 2002; ZANONI et al., 1999). Geralmente é observado que, quando o ácido ascórbico é bem retido durante o processamento, outros nutrientes também serão (MARFIL, SANTOS e TELIS, 2008).

Segundo Zanoni et al. (1999), a taxa de degradação do ácido ascórbico em tomates secos a 80 e 110 °C é dependente da temperatura e da umidade. Os resultados do estudo indicaram que amostras secas a 110 °C até um conteúdo de 50% de umidade não apresentaram quantidades significativas de ácido ascórbico, enquanto que amostras secas a 80 °C até um conteúdo de 10% de umidade apresentaram um conteúdo residual de 10% do ácido.

Goula e Adamopoulos (2006) determinaram um modelo matemático para a predição de degradação do ácido ascórbico durante o processo de secagem de metades e de polpa de tomate. Foi observado que a degradação de ácido ascórbico seguiu uma reação de primeira ordem, dependente do conteúdo de umidade e temperatura do produto. O modelo obtido (Equação 2.1) foi usado para simular a perda de ácido ascórbico durante a secagem de metades de tomate (80-110 °C) e dois tipos de secagem de polpa de tomate – concentração por evaporação (75 e 90 °C) e *spray drying* (110 e 130 °C). Estes efeitos foram expressos através de uma relação linear entre temperatura, umidade e logaritmo da taxa constante. A máxima taxa de degradação foi observada quando o conteúdo de umidade estava entre 65 e 70%.

$$C_n = C_o \exp\left(-\sum_i^n k_i \Delta t_i\right) \quad (2.1)$$

Onde:  $C$  é concentração de ácido ascórbico,  $t$  é o tempo de secagem e  $k$  é a constante de reação (Equações 2.2 e 2.3).

$$k = 278,6624 \exp(0,0660 X) \exp\left(-\frac{5348}{T}\right) \quad \text{para } X \leq 65 \quad (2.2)$$

$$k = 7480,089 \exp(-0,0115 X) \exp\left(-\frac{4718}{T}\right) \quad \text{para } X \geq 65 \quad (2.3)$$

Onde:  $k$  é a constante de reação ( $\text{min}^{-1}$ ),  $X$  é a umidade do produto (% b.s.) e  $T$  é a temperatura do produto (K).

De acordo com Bluestein e Labuza (1988), a perda de ácido ascórbico é muito sensível a atividade de água. À baixa atividade de água o ácido ascórbico é relativamente estável, enquanto que à alta atividade de água ele é rapidamente destruído.

Marfil, Santos e Telis (2008) investigaram os efeitos da secagem convectiva do tomate na cinética de degradação do ácido ascórbico. Tomates inteiros descascados (com ou sem pré-tratamento osmótico) e metades de tomate com casca e sem semente foram avaliados. Os resultados mostraram que as taxas de degradação foram dependentes do tratamento aplicado às amostras antes da secagem, bem como da temperatura de secagem. Comparando os tomates inteiros, a maior redução de ácido ascórbico foi verificada nos tomates pré-tratados osmoticamente, possivelmente devido à migração do composto para a solução osmótica. Já em relação às metades de tomate, maiores taxas foram observadas comparadas aos tomates inteiros, o que poderia ser explicado pela maior exposição do ácido ascórbico presente nos frutos à luz e ao oxigênio. Além disso, foi observado que o aumento da temperatura de secagem conduziu a taxas de degradação mais elevadas.

### 2.3 Tomate em Pó

O tomate em pó é o produto resultante da quase completa desidratação do suco de tomate. Assim como todos os produtos desidratados destinados à reconstituição, o pó de tomate ideal deve ser disperso rapidamente em água, produzindo um suco que é praticamente indistinguível do suco original em relação ao *flavor*, cor, estrutura física e composição química. O produto é muito procurado por fabricantes de sopa desidratada e também pode ser utilizado em molhos, pastas, refogados e massas (LEWICKI; LE; POMARAŃSKA-ŁAZUKA, 2002; AL-ASHEH et al., 2003; FARAHNAKY et al., 2008).

Um produto em pó é altamente desejável não só porque apresenta longa vida útil, mas também por requerer relativamente baixo custo de transporte e pequena capacidade de armazenamento, além de poder ser distribuído em uma ampla área (AL-ASHEH et al., 2003; GOULA et al., 2008; JINAPONG; SUPHANTHARIKA; JAMMONG, 2008). No entanto, a secagem de tomate é um processo complexo, demorado e relativamente caro. Quando se trata de médios e grandes volumes de produção, torna-se importante o desenvolvimento de um processo que, além de resultar num produto de alta qualidade, seja viável economicamente e de fácil transposição de escala (TONON; BARONI; HUBINGER, 2006).

Os processos de secagem normalmente envolvem o uso de temperaturas elevadas, que podem provocar a degradação e a oxidação de alguns nutrientes, comprometendo a qualidade do produto final (LEWICKI; LE; POMARAŃSKA-ŁAZUKA, 2002; TONON; BARONI; HUBINGER, 2006). De acordo com Davoodi (2007), a qualidade do tomate desidratado depende de muitos parâmetros como a variedade do fruto, conteúdo de sólidos solúveis no fruto fresco (°Brix), tamanho das peças de tomate, umidade, temperatura e velocidade do ar de secagem e eficiência do sistema de secagem. A taxa de secagem também afeta a qualidade final do produto desidratado.

O pó de tomate pode ser produzido por vários métodos, entretanto, devido as características da polpa de tomate, métodos de secagem a vácuo não são bem sucedidos. Secadores de tambor e diversas técnicas de secagem por atomização são mais utilizados para a produção do pó (GOULA et al., 2008).

Além disso, entre os tipos de secadores industriais disponíveis, existem poucos que aceitam o bombeamento de material em suspensão na entrada do equipamento e que resultam em um produto com baixa umidade. O equipamento mais indicado para a obtenção de tomate em pó é o secador *spray dryer*. *Spray drying* é a única técnica capaz de produzir um pó com tamanho de partícula e teor de umidade específicos, independentemente da capacidade do equipamento e da sensibilidade térmica do produto (AL-ASHEH et al., 2003).

## 2.4 Secagem por Atomização (*Spray Drying*)

A secagem por atomização, nebulização ou *spray drying*, teve seus primeiros passos na metade do século XVIII, quando a primeira operação de secagem de ovos foi patenteada. Porém, o início de sua utilização em escala industrial data da década de 20. Os primeiros produtos de que se tem notícia como obtidos em larga escala por *spray drying* foram o leite e o sabão em pó (KUROZAWA, 2009; TONON, 2009).

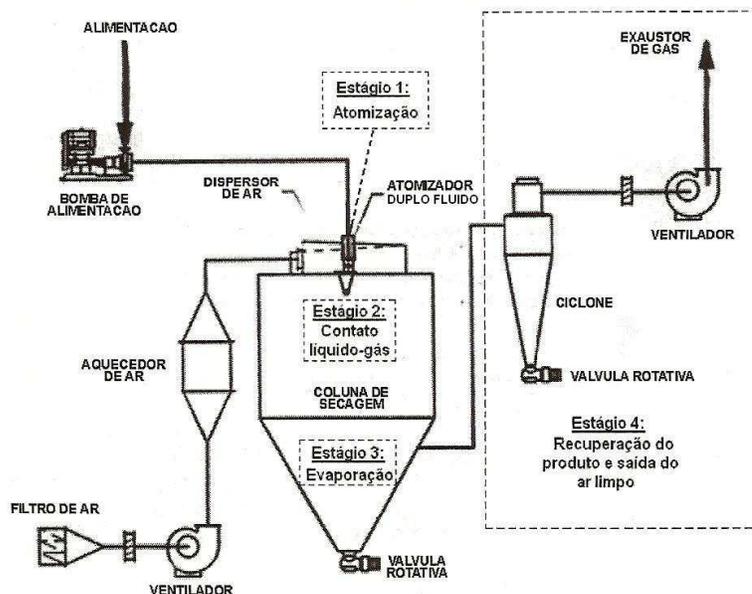
Segundo Masters (1979), a secagem por atomização pode ser definida como a transformação de um produto no estado fluido (solução, dispersão ou pasta) para o estado sólido (na forma de partículas isoladas, grânulos ou aglomerados) pela aspensão desse fluido em um meio de secagem aquecido (normalmente o ar). Este processo é uma operação contínua que envolve a atomização do fluido e sua mistura com o ar aquecido, evaporação do solvente e separação do produto seco.

O termo atomização deve-se à divisão do líquido em milhões de partículas individuais formando uma nuvem ou *spray*. A secagem de  $1\text{m}^3$  de líquido origina aproximadamente  $2 \times 10^{12}$  partículas uniformes de  $100\ \mu\text{m}$  de diâmetro, o que equivale a uma área superficial de  $60.000\ \text{m}^2$  (MASTERS, 1979).

O *spray dryer* é formado por uma grande câmara cilíndrica, onde o material a ser seco é pulverizado em pequenas gotículas, através de um sistema atomizador e por onde é introduzido um grande volume de ar com temperatura bastante elevada e energia suficiente para evaporar o líquido. Seu princípio consiste na formação, por pulverização, de uma fase líquida altamente dispersa em um fluxo de gás com temperatura elevada, levando à secagem rápida das gotículas. A transferência de massa e calor acontece pelo contato direto entre o gás quente e as gotículas do líquido (FOUST et al., 1982).

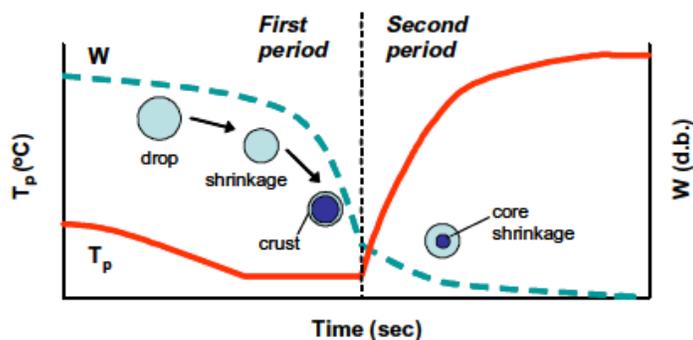
A operação de secagem em *spray dryer* consiste de quatro fases: atomização do líquido, contato do líquido atomizado com o ar quente, evaporação da água e separação do produto em pó do ar de secagem, de modo que todas estas fases interferem nas características do pó final. O tipo de contato líquido – ar quente e a evaporação influenciam não só essas características, como também a capacidade de retenção de aroma e sabor, enquanto a técnica de separação do pó do ar seco influencia a granulometria do produto desejado (TONON, 2009).

Na Figura 2.1 pode ser observada a ilustração de um *spray dryer*, com as diferentes partes que o compõem, bem como os estágios de secagem.



**Figura 2.1** - Esquema de um secador *spray dryer* (adaptado de DZIEZAK, 1988).

Kim, Chen e Pearce (2009b), estudando a obtenção de leite em pó por *spray drying*, sugerem que a secagem das gotículas pelo ar quente acontece em duas etapas, como ilustrado na Figura 2.2.



**Figura 2.2** - Simulação da variação no conteúdo de umidade ( $W$ ) e temperatura de uma partícula de leite ( $T_p$ ) em função do tempo de residência no *spray dryer* e seu mecanismo de secagem (KIM; CHEN; PEARCE, 2009b).

O primeiro período de secagem é chamado de período de taxa constante e é caracterizado pela evaporação da água livre presente na superfície da gota. Nesta fase, a gota é um fluido e a umidade pode migrar facilmente do interior para a superfície da gota. Como existe transporte suficiente de água para a superfície da gota para manter as condições de saturação, a evaporação de água a partir da superfície do produto ocorre a uma taxa constante, diminuindo a quantidade de umidade presente na gota, porque a água está sendo evaporada. Na fase inicial deste período, a temperatura da gota diminui até a temperatura de bulbo úmido do ar de secagem. Como a água é evaporada, um efeito de resfriamento é conseguido e impede que a temperatura do material aumente acima da temperatura de bulbo úmido do ar de secagem. Depois de algum tempo, a umidade torna-se muito baixa para manter condições de saturação na camada limite e a substância dissolvida a partir da solução saturada começa a ser depositada como uma fase sólida na superfície da gota. As gotículas tornam-se partículas com uma fina crosta sólida em sua superfície. Após este ponto, a crosta sólida aumenta sua resistência à difusão de vapor. Como consequência, a taxa de secagem diminui e as partículas começam a esquentar. Este segundo período de secagem é chamado de período de taxa decrescente (KIM; CHEN; PEARCE, 2009b).

O processo de *spray drying* é de relativo baixo custo quando comparado à liofilização e apresenta diversas vantagens como a obtenção de partículas de alta qualidade; a possibilidade de secar produtos a pressão atmosférica; a facilidade em relação à produção de grandes volumes em operação contínua utilizando-se equipamentos de fácil operação e com bom rendimento; a ampla aplicabilidade e flexibilidade da técnica por permitir o processamento de várias matérias primas, incluindo produtos termicamente sensíveis; rapidez; que somados possibilitam a comercialização de um produto a baixo custo (RODRIGUES, 2004).

Segundo Leite (2001), as variáveis de processo que podem afetar as propriedades dos produtos obtidos por *spray drying* e que devem ser cuidadosamente estudadas e ajustadas para se ter uma boa produtividade e reprodutibilidade são:

- Temperaturas do ar de entrada e de saída;
- Fluxo de ar ou do fluido de arraste;
- Distribuição de temperatura e umidade;

- Tempo de residência;
- Geometria da câmara;
- Tipo de atomizador.

Existem diferentes técnicas de atomização concebidas a partir de diferentes formas de energia aplicadas sobre o líquido, sendo comum, em todos os atomizadores, o uso de energia para romper o líquido (TONELI, 2006).

Os três tipos básicos de atomizadores são: os bicos de pressão, bicos tipo duplo fluido e atomizadores centrífugos. Existem também os atomizadores ultrassônicos e vibratórios, porém, são menos comuns (ROSA; TSUKADA; FREITAS, 2009). A maneira de atomizar e as propriedades do líquido atomizado influenciam o tamanho da partícula sólida, sua densidade, aparência e umidade (TONON, 2009).

Além das variáveis inerentes ao processo, existem as propriedades inerentes ao produto, as quais também devem ser avaliadas, tais como:

- Densidade e volume aparente;
- Distribuição e tamanho de partícula;
- Conteúdo de umidade;
- Tendência à aglomeração;
- Retenção da qualidade desejada (aroma, cor, etc.).

A viscosidade do fluido de alimentação é uma propriedade que também afeta as condições de secagem e a qualidade do produto final. Uma vez que a viscosidade varia em função da temperatura, o pré-aquecimento do fluido a ser utilizado na alimentação do atomizador é um parâmetro que deve ser avaliado. É recomendado o pré-aquecimento da solução de alimentação, pois esse processo reduz a viscosidade do produto e torna possível o aumento da concentração de sólidos no fluido. Como consequência, o pré-aquecimento aumenta a capacidade do processo de secagem, promove a economia de tempo e tem uma influência positiva na qualidade final do pó (MUJUMDAR, 1987).

O processo de *spray drying* vem sendo usado há décadas em diversos processos industriais para a obtenção de materiais desidratados na forma de pós finos. A baixa temperatura do produto e o curto tempo de secagem permitem que este processo seja aplicado em produtos muito sensíveis ao calor, como o caso de produtos lácteos e sucos de frutas. Alguns trabalhos recentes na área de alimentos foram realizados com: leite (KIM; CHEN; PEARCE, 2009a, 2009b), açaí (TONON; BRABET; HUBINGER, 2008, 2009), *bayberry* (*Myrica rubra* Sieb.) (GONG et al., 2008), leite de soja (JINAPONG; SUPHANTHARIKA; JAMMONG, 2008), acerola (MOREIRA et al., 2009), maracujá (RUIZ-CABRERA et al., 2009), batata doce (GRABOWSKI; TRUONG; DAUBERT, 2008) e melancia (QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007).

A Tabela 2.3 apresenta alguns trabalhos realizados com secagem da polpa de tomate em *spray dryer* e suas respectivas condições operacionais.

Al-Asheh et al. (2003) investigaram o efeito dos parâmetros operacionais nas seguintes propriedades do tomate em pó: sólidos totais, tamanho de partícula, densidade aparente e solubilidade, utilizando um planejamento experimental fatorial completo 2<sup>4</sup>. Foi verificado que o uso de vazões de alimentação mais elevadas resultou em um produto em pó com partículas maiores (1,65 - 8,93 µm) e menor conteúdo de sólidos totais (99,5 - 96,9%). O maior conteúdo de sólidos totais da polpa de tomate resultou no aumento da densidade aparente (0,46 - 0,74 g/cm<sup>3</sup>). Temperaturas do ar de secagem mais elevadas tiveram efeito mais preponderante sobre a solubilidade do pó, que aumentou de 0,033 para 0,047 g/ml. No entanto, a vazão de ar não teve efeito significativo sobre as respostas avaliadas, dentro da faixa de estudo.

Goula, Adamopoulos e Kazakis (2004) avaliaram o efeito das condições de secagem nas propriedades do pó de tomate: umidade, solubilidade, densidade aparente do leite, densidade aparente do leite compactado e higroscopicidade, trabalhando com um atomizador do tipo duplo fluido. Foi observado que o aumento da vazão de ar comprimido no atomizador resultou na diminuição do teor de umidade (11,3 - 4,2%) e no tempo de solubilização do pó (435 - 188 segundos), além de aumentar a densidade aparente do leite (0,10 - 0,26 g/cm<sup>3</sup>) e a densidade do leite compactado (0,12 - 0,35 g/cm<sup>3</sup>). As outras variáveis não apresentaram efeito definido sobre as propriedades do produto, nas condições estudadas.

**Tabela 2.3** - Trabalhos realizados com secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

<b>Autores</b>	<b>Matéria-prima (Sólidos Totais)</b>	<b>Agente carreador</b>	<b>Tipo de atomizador</b>	<b>Pressão/Rotação do atomizador</b>	<b>Vazão de alimentação</b>	<b>Temperatura do fluido de alimentação</b>	<b>Vazão do ar de secagem</b>	<b>Temperatura do ar de secagem</b>	<b>Vazão de ar comprimido</b>
Al- Asheh et al. (2003)	Polpa de tomate (4,66 e 9,11%)	Nenhum	Centrífugo	25x10 <sup>3</sup> – 35x10 <sup>3</sup> rpm	8 e 16 ml/min	-	630 e 800 cm <sup>3</sup> /s	130 e 160 °C	-
Goula; Adamopoulos (2003)	Polpa de tomate (14%)	Nenhum	Duplo fluido	5 bar	1,75 g/min	32 °C	17,50-21,00 m <sup>3</sup> /h	110-140 °C	0,50-0,60 m <sup>3</sup> /h
Goula; Adamopoulos; Kazakis (2004)	Polpa de tomate (14%)	Nenhum	Duplo fluido	5 bar	1,75 g/min	32 °C	17,50-22,75 m <sup>3</sup> /h	110-140 °C	0,50-0,60 m <sup>3</sup> /h
Goula; Adamopoulos (2005a,2005b)	Polpa de tomate (14%)	Maltodextrina (3,5-56%)	Duplo fluido	5 bar	1,75 g/min	32 °C	17,50-22,75 m <sup>3</sup> /h (ar desumidificado)	110-140 °C	0,50-0,80 m <sup>3</sup> /h
Souza et al. (2009)	Polpa de tomate	Maltodextrina (10%)	Centrífugo	25x10 <sup>3</sup> – 35x10 <sup>3</sup> rpm	127-276 g/min	-	-	210-220 °C	-

Em um estudo semelhante, Goula e Adamopoulos (2005b) avaliaram o conteúdo de umidade, densidade e solubilidade do tomate em pó obtido a partir de um sistema modificado de *spray drying*, que consistia na conexão da entrada da alimentação do ar de secagem a um desumidificador de ar. O efeito da vazão de ar comprimido foi o mesmo encontrado no estudo de Goula, Adamopoulos e Kazakis (2004). Foi observado, também, que o aumento da temperatura do ar de secagem resultou na diminuição do conteúdo de umidade (9,4 - 3,1%) e densidade aparente do pó (0,365 - 0,199 g/cm<sup>3</sup>), e na elevação do tempo de solubilização, que variou de 121 a 245 segundos.

Souza et al. (2009) estudaram o efeito dos parâmetros operacionais nas propriedades do produto em pó: conteúdo de umidade, tamanho de partícula, densidade aparente e porosidade, utilizando um planejamento experimental fatorial completo 2<sup>3</sup>. Foi verificado que aumentando a temperatura do ar de secagem e diminuindo a vazão de alimentação, o conteúdo de umidade do pó decresceu. Menor densidade aparente foi obtida com temperaturas do ar de secagem mais elevadas, maiores velocidades de rotação do atomizador e com menores vazões de alimentação. O tamanho de partícula diminuiu com o aumento da velocidade de rotação do atomizador e com a diminuição da vazão de alimentação. As variáveis de estudo não mostraram efeitos significativos sobre a porosidade do pó. A melhor condição para produção de tomate em pó com baixo conteúdo de umidade e alta densidade aparente foi: temperatura do ar de secagem de 200 °C, vazão de alimentação de 276 g/min e velocidade de rotação do atomizador de 30000 rpm.

Outro aspecto a ser considerado na secagem por atomização é o rendimento de processo, que é determinado pela eficiência de recolhimento do pó (GOULA; ADAMOPOULOS, 2004). Segundo Woo et al. (2008), a recuperação de pó no *spray dryer* é o principal desafio na utilização desta tecnologia em alimentos. As perdas de material em um sistema de secagem por atomização são decorrentes, principalmente, da aderência das gotículas pulverizadas e do pó seco na parede da câmara do secador ou da formação de aglomerados indesejáveis nos sistemas de transmissão, resultando em rendimentos menores de produto e em problemas operacionais (GOULA; ADAMOPOULOS, 2005a, 2006).

Goula e Adamopoulos (2003) avaliaram o desempenho de um *spray dryer* piloto para obtenção de tomate em pó. Os resultados mostram que 12 a 17% dos sólidos da alimentação foram perdidos no ar de escape, sendo que esta porcentagem aumentou com o aumento da vazão de ar comprimido e diminuição da vazão do ar de secagem. O acúmulo de resíduos foi significativo (60-71% de massa sólida) devido à notável tendência do produto em aderir nas superfícies internas da câmara de secagem e do ciclone. O rendimento de produto variou de 13,6 a 26,8%. Foi observado que o acúmulo de resíduos, dependente basicamente da umidade e temperatura do sólido, aumentou com a diminuição da vazão de ar de secagem e vazão de ar comprimido.

No trabalho de Goula e Adamopoulos (2005a), foi determinado o desempenho de um sistema modificado de *spray drying*, que consistia na conexão da entrada da alimentação do ar de secagem a um desumidificador de ar. O rendimento do produto, tomate em pó, variou de 37 a 66%, enquanto o acúmulo de resíduos variou de 46 a 20%, indicando que a pré-desumidificação do ar de secagem resulta em melhores rendimentos de processo, devido ao decréscimo da umidade do pó. Neste caso, a recuperação do produto aumentou com o aumento da vazão do ar de secagem, da temperatura do ar de secagem e com o aumento da vazão de ar comprimido.

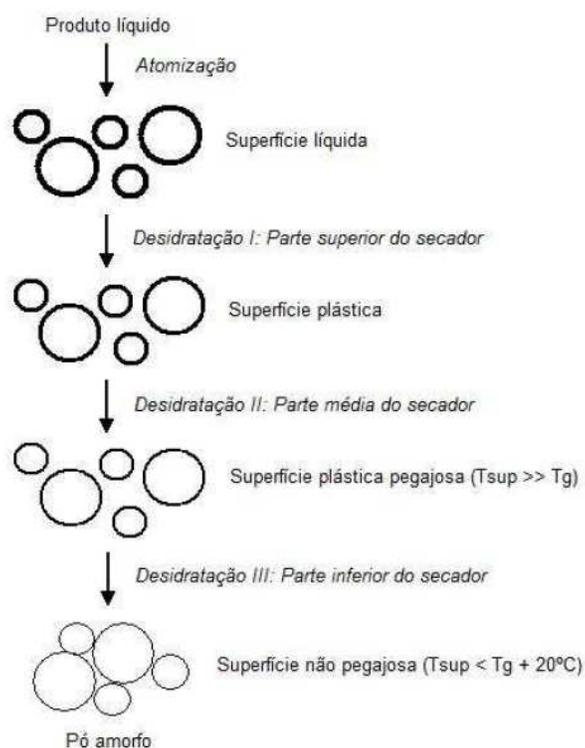
## **2.5 Secagem de Sucos de Frutas por *Spray Drying***

A secagem por atomização, quando realizada em condições otimizadas, tem se mostrado um método eficiente na obtenção de vários tipos de produtos alimentícios. A secagem de produtos ricos em açúcar, como sucos de fruta, apresenta um grande potencial econômico, uma vez que resulta em produtos com volume muito reduzido, o que facilita seu transporte e armazenamento, e maior vida útil (TONON, 2009).

No entanto, apesar de todas as vantagens citadas em relação ao processo de secagem por atomização, os pós resultantes da secagem de sucos de frutas apresentam alguns problemas de manipulação, como adesividade (*stickness*) e alta higroscopicidade, que provocam a aderência do pó às paredes do secador resultando em baixo rendimento, dificuldade de manipulação, empastamento e compactação (*caking*), tornando seu armazenamento e utilização mais difíceis (CANO-CHAUCA et al., 2005).

De acordo com Bhandari, Datta e Howes (1997), o comportamento pegajoso dos materiais ricos em açúcares e ácidos é atribuído aos açúcares de baixo peso molecular, como frutose, glicose e sacarose, e aos ácidos orgânicos como cítrico, málico e tartárico, que em geral constituem mais de 90% dos sólidos presentes nos sucos e polpas de frutas. Segundo os mesmos autores, a rápida remoção de umidade que ocorre durante a atomização resulta em um produto completamente amorfo, ou ainda em um produto com algumas regiões microcristalinas dispersas na massa amorfa. Os açúcares e ácidos presentes nos sucos de frutas têm uma baixa temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e são muito higroscópicos no seu estado amorfo, perdendo rapidamente sua capacidade de fluidez em conteúdos de umidade mais elevados (ROOS; KAREL, 1991).

Bhandari, Datta e Howes (1997) descreveram as principais etapas da secagem por atomização, bem como as mudanças que ocorrem nos produtos ricos em açúcares, ao longo do processo, conforme mostrado na Figura 2.3.



**Figura 2.3** - Etapas do processo de secagem de produtos ricos em açúcar em *spray dryer* (adaptado de BHANDARI; DATTA; HOWES, 1997).

No início do processo de atomização, as gotículas estão dispersas individualmente em um grande volume do secador, o que evita que haja aglomeração, apesar de sua alta umidade. Ao atingirem o coletor (parte inferior do secador), quando há um grande aumento da quantidade de partículas por unidade de volume, essa aglomeração também não deveria ocorrer. No entanto, devido à presença do alto teor de açúcares com baixa  $T_g$ , o produto pode permanecer como um xarope (quando sua viscosidade está abaixo de um valor crítico de  $10^7$  Pa.s), mesmo a baixas umidades, neste ponto do secador. Dependendo da composição do produto e das condições de secagem, a superfície das partículas pode permanecer plástica, resultando na aderência às paredes do secador ou mesmo entre as partículas. Desse modo, o produto obtido ao final do processo pode ser tanto um xarope quanto um pó pegajoso, ou ainda um pó com escoamento relativamente livre (BHANDARI; DATTA; HOWES, 1997).

Segundo Goula e Adamopoulos (2003, 2008a), a polpa de tomate é um produto difícil de secar por *spray drying*, devido à baixa  $T_g$  dos açúcares de baixo peso molecular que o compõem. Os açúcares encontrados nos produtos de tomate são principalmente frutose e glicose, com  $T_g$  de 5 e 31 °C, respectivamente. Como o pó tende a tornar-se leve e pegajoso enquanto ainda quente, isto pode acarretar em sérios problemas devido sua higroscopicidade e comportamento termoplástico.

Bhandari, Datta e Howes (1997) relatam que uma forma de conseguir êxito na secagem de alimentos ricos em açúcar é acrescentar, ao alimento a ser seco, agentes carreadores que possuem alto peso molecular. Os aditivos utilizados na secagem em *spray drying* possuem alta temperatura de transição vítrea e elevam a temperatura de transição vítrea do produto a ser seco, diminuindo a higroscopicidade e adesividade do produto final.

A temperatura de transição vítrea de uma mistura ( $T_{gm}$ ) de vários componentes (incluindo água) é uma função não linear da  $T_g$  dos seus componentes individuais. Várias equações têm sido propostas para estimar a temperatura de transição vítrea de misturas amorfas (GORDON; TAYLOR, 1952; COUCHMAN; KARASZ, 1978; KWEI, 1984). No entanto, as diferentes equações podem ser representadas como pequenas variações da mesma forma matemática, mostrada na Equação 2.4 (PINAL, 2008).

$$T_{gm}^{eq} = \frac{\varphi_1 T_{g1} + k \varphi_2 T_{g2}}{\varphi_1 + k \varphi_2} \quad (2.4)$$

Onde:  $T_{gm}^{eq}$  representa a  $T_{gm}$  predita pela equação de interesse; os subscritos 1 e 2 correspondem aos componentes 1 e 2, respectivamente;  $\varphi$  representa a concentração do componente, expressa como fração molar ( $w$ ) ou fração mássica ( $x$ );  $k$  é um parâmetro cuja interpretação depende do modelo físico da particular equação usada.

De acordo com Couchman e Karasz (1978), o valor de  $k$  pode ser calculado através da expressão:

$$k = \frac{\Delta Cp_1}{\Delta Cp_2} \quad (2.5)$$

Onde  $\Delta Cp_1$  e  $\Delta Cp_2$  representam a variação nas capacidades caloríficas dos sólidos e da água, respectivamente. No entanto, como os valores exatos de  $\Delta Cp$  não são facilmente obtidos experimentalmente, o valor de  $k$  tem sido calculado como um parâmetro do modelo, obtido a partir dos dados experimentais de  $T_g$ .

## 2.6 Uso de Maltodextrina como Agente Carreador

Entre as substâncias disponíveis comercialmente, as maltodextrinas são as mais comumente utilizadas na secagem por atomização (ADHIKARI et al., 2004). Vários estudos têm sido realizados para avaliar o efeito da adição de maltodextrinas na obtenção de produtos em pó ricos em açúcares e sua relação com a adesividade e a transição vítrea (KOUASSI; ROOS, 2001; ADHIKARI et al., 2004; TRUONG; BHANDARI; HOWES, 2005a, 2005b; GOULA; ADAMOPOULOS, 2008a, 2008b). Estes compostos são pouco higroscópicas e por essa razão têm aplicação em produtos onde ganhos significantes de umidade são indesejáveis (TAKEITI, 2007).

Em geral, a quantidade necessária de maltodextrinas que deve ser adicionada para o êxito da secagem depende de três fatores importantes: a composição do produto a ser desidratado, a temperatura de secagem e o tipo de maltodextrina (BHANDARI et al., 1997). A especificidade das propriedades das maltodextrinas está ligada ao seu valor de dextrose equivalente (DE) e ao grau de polimerização, que mudam com o grau de hidrólise e o tratamento enzimático. A  $T_g$  de uma mistura aumenta com o aumento da massa molecular do aditivo e, conseqüentemente, com a diminuição da dextrose equivalente (TAKEITI, 2007).

Goula e Adamopoulos (2008a) investigaram o efeito de maltodextrinas na adesividade da polpa de tomate seca em *spray dryer*, utilizando ar desumidificado. Os experimentos foram conduzidos variando a DE das maltodextrinas (6, 12 e 21), a razão entre sólidos da polpa de tomate e sólidos da maltodextrina (1:4, 1:1 e 4:1) e a temperatura do ar de secagem (130, 140 e 150 °C). Os resultados indicaram que a adição de maltodextrina diminuiu a taxa de secagem e quanto maior sua dextrose equivalente, menor foi esta taxa.

No mesmo trabalho, foi observado que os valores de rendimento de produto (80-90%) foram muito superiores aos reportados por outros pesquisadores, que também acrescentaram maltodextrinas a alimentos ricos em açúcar para reduzir os problemas de deposição nas paredes do secador, embora tenham sido utilizadas semelhantes condições operacionais e conteúdos de maltodextrina. Segundo os autores, esta diferença foi devido à baixa temperatura do ar na saída e à elevada taxa de secagem quando ar desumidificado foi usado como meio de secagem. Assim, a combinação da adição de maltodextrina e utilização do ar desumidificado pode ser a solução para o problema de deposição durante a secagem da polpa de tomate por *spray drying* (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008a).

Na continuação deste trabalho, Goula e Adamopoulos (2008b) apresentam o efeito da adição de maltodextrina nas principais propriedades do pó de tomate obtido por *spray drying* utilizando ar desumidificado. Todas as condições operacionais foram iguais ao trabalho citado anteriormente (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008a). As propriedades avaliadas foram: conteúdo de umidade, densidade aparente, solubilidade, higroscopicidade e grau de *caking*. O aumento da concentração de maltodextrina provocou o aumento do conteúdo de umidade e da solubilidade do pó e diminuição da densidade aparente, do grau de *caking* e da higroscopicidade do pó. Em estudos semelhantes, porém conduzidos utilizando ar não previamente desumidificado, o conteúdo de umidade foi mais alto e a densidade aparente foi menor ao encontrado no trabalho citado, corroborando com a hipótese de que a adição de maltodextrina e a utilização de ar desumidificado podem ser uma maneira efetiva de produzir tomate em pó (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008b).

## 3 MATERIAL E MÉTODOS

### 3.1 MATERIAL

#### 3.1.1 Matéria-Prima

Foram utilizados tomates da variedade Roma, destinada ao uso industrial, adquiridos na CEASA-Campinas (Centrais de Abastecimento de Campinas S.A.).

Os tomates eram provenientes de um único lote e foram adquiridos com diferentes estádios de maturação, com o intuito de utilizar a mesma matéria-prima, tanto na caracterização físico-química, quanto nos ensaios de secagem.

Os frutos foram lavados em água potável corrente para remoção de sujidades, secos ao ar e separados de acordo com a cor em três grupos: verde, pintado e vermelho (Figura 3.1). Os tomates maduros (vermelhos) foram acondicionados sob refrigeração ( $\pm 6\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) e os demais frutos foram acondicionados sob temperatura ambiente ( $\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) até atingirem a coloração vermelha.



**Figura 3.1** - Tomates com diferentes estádios de maturação.

#### 3.1.2 Agente carreador

Maltodextrina *MOR-REX® 1910* (10DE), da Corn Products (Mogi-Guaçu, Brasil), foi utilizada como agente carreador. Este material foi escolhido por apresentar um baixo custo e por ser comumente usado na secagem de sucos de fruta por *spray drying*.

### 3.1.3 *Spray-dryer*

A secagem por atomização foi realizada em equipamento de escala laboratorial, modelo MSD 1.0 (Labmaq do Brasil Ltda.), disponível no Laboratório de Engenharia de Processos, do Departamento de Engenharia de Alimentos (Faculdade de Engenharia de Alimentos - UNICAMP).

O *spray dryer* utilizado no trabalho é composto por uma câmara de secagem de vidro com altura de 50 cm e 18 cm de diâmetro interno, bico atomizador do tipo duplo fluido, com mistura externa e orifício de saída de 1,2 mm. O equipamento opera em regime co-corrente e a atomização é realizada com utilização de ar comprimido. A alimentação do equipamento é realizada através de uma bomba peristáltica e um ciclone faz a separação do pó obtido no processo. Uma fotografia do equipamento é mostrada na Figura 3.2, a seguir.



**Figura 3.2** - Mini *spray dryer* MSD 1.0 Labmaq do Brasil Ltda.

## 3.2 MÉTODOS

### 3.2.1 Obtenção da Polpa de Tomate

Foram realizados ensaios preliminares para definir o melhor método para obtenção da polpa de tomate. Foram testados diferentes equipamentos (liquidificador, mixer, centrífuga tipo *juicer*) e frações de polpa, sendo que o procedimento escolhido levou em consideração as melhores características de polpa (maior homogeneidade, partículas em suspensão com menor tamanho e rendimento de processo) para posterior alimentação no *spray dryer*.

O equipamento escolhido para obtenção da polpa de tomate foi uma centrífuga tipo *juicer* (marca Britânia), conforme mostrado na Figura 3.3.



**Figura 3.3** - Centrífuga Turbo Juicer Prime Britânia.

Para obtenção da polpa de tomate, os frutos maduros e inteiros foram triturados na centrífuga, sendo a polpa coletada em um recipiente e casca/sementes coletados em outro. Para garantir total separação das sementes, a polpa foi posteriormente peneirada através de uma malha de abertura de 0,60 mm. Este processo apresentou rendimento médio de 65% de polpa em relação aos frutos inteiros.

### **3.2.2 Caracterização Físico-Química da Polpa de Tomate**

A polpa de tomate foi caracterizada em relação a: umidade, proteína, cinzas, fibras, açúcares totais e redutores, de acordo com as normas contidas na A.O.A.C. (2005); acidez e pH de acordo com Normas do Instituto Adolfo Lutz (1976); sólidos solúveis de acordo com Carvalho et al. (1990); conteúdo de ácido ascórbico, segundo metodologia da A.O.A.C. (1984), modificada por Benassi e Antunes (1988) e teor de carotenóides, de acordo com metodologia de Rodriguez-Amaya (1999).

### **3.2.3 Preparo da Polpa de Tomate para Secagem**

Foram realizadas algumas tentativas de secagem da polpa de tomate sem adição de maltodextrina, porém houve grande aderência do produto às paredes do secador, o que resultou em um rendimento de pó muito baixo (<5%). Assim, antes da secagem, o agente carreador foi adicionado à polpa, em concentrações pré-determinadas, sendo esta mistura mantida sob agitação magnética a temperatura ambiente, até a completa dissolução da maltodextrina.

### 3.2.4 Secagem em *Spray Dryer*

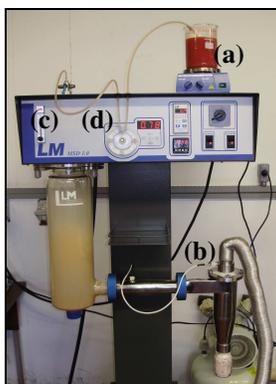
As principais variáveis do processo de secagem por *spray drying* foram avaliadas através de um delineamento composto central rotacional  $2^3$  (DCCR) com 8 pontos fatoriais, 6 pontos axiais e 3 repetições do ponto central, totalizando 17 ensaios. As variáveis independentes estudadas foram: temperatura do ar de secagem ( $T$ ), vazão de alimentação ( $V$ ) e concentração de maltodextrina ( $M$ ).

A Tabela 3.1 apresenta os níveis utilizados para cada variável e a Tabela 3.2 mostra a matriz do planejamento experimental, com as condições utilizadas em cada ensaio de secagem (níveis reais e codificados). As faixas de estudo foram definidas, principalmente, em função das condições operacionais do *spray dryer*.

**Tabela 3.1** - Valores das variáveis independentes utilizados em cada nível do DCCR.

Variáveis	-1,68	-1	0	+1	+1,68
Temperatura do ar de secagem (°C)	153	160	170	180	187
Vazão de alimentação (l/h)	0,57	0,62	0,70	0,78	0,83
Maltodextrina (%)	3,3	5	7,5	10	11,7

Em todos os ensaios, a vazão de ar comprimido foi mantida constante em 40 l/min, a alimentação foi mantida sob agitação magnética à temperatura ambiente e a temperatura de saída do ar foi monitorada através de um termopar localizado na parte superior do ciclone de separação do pó, a fim de se observar sua variação em função dos parâmetros adotados na alimentação do secador e das características do produto (Figura 3.4).



**Figura 3.4** - *Spray dryer* em funcionamento durante a secagem da polpa de tomate. (a) agitação da mistura; (b) termopar para monitoramento da temperatura de saída do ar; (c) válvula para controle da vazão de ar comprimido; (d) bomba de alimentação.

**Tabela 3.2** - Matriz do DCCR para secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

Ensaio	<i>T</i> ( <i>t</i> )	<i>V</i> ( <i>v</i> )	<i>M</i> ( <i>m</i> )
1	160 (-1)	0,62 (-1)	5 (-1)
2	180 (+1)	0,62 (-1)	5 (-1)
3	160 (-1)	0,78 (+1)	5 (-1)
4	180 (+1)	0,78 (+1)	5 (-1)
5	160 (-1)	0,62 (-1)	10 (+1)
6	180 (+1)	0,62 (-1)	10 (+1)
7	160 (-1)	0,78 (+1)	10 (+1)
8	180 (+1)	0,78 (+1)	10 (+1)
9	153 (-1,68)	0,70 (0)	7,5 (0)
10	187 (+1,68)	0,70 (0)	7,5 (0)
11	170 (0)	0,57 (-1,68)	7,5 (0)
12	170 (0)	0,83 (+1,68)	7,5 (0)
13	170 (0)	0,70 (0)	3,3 (-1,68)
14	170 (0)	0,70 (0)	11,7 (+1,68)
15	170 (0)	0,70 (0)	7,5 (0)
16	170 (0)	0,70 (0)	7,5 (0)
17	170 (0)	0,70 (0)	7,5 (0)

\* as concentrações de maltodextrina de 3,3 e 11,7% correspondem a razão entre sólidos da polpa de tomate e sólidos da maltodextrina de 1:0,66 e 1:2,34, respectivamente.

As respostas avaliadas no planejamento foram: rendimento do processo (calculado como a razão entre a quantidade de sólidos totais do produto final e a quantidade de sólidos totais da mistura antes de entrar no secador), diâmetro médio das partículas, conteúdo de umidade, atividade de água, densidade do leite, higroscopicidade, solubilidade, tempo de instantaneização, conteúdo de carotenóides e conteúdo de ácido ascórbico. Os pós ainda foram caracterizados em relação à distribuição de tamanho de partícula e cor.

Os resultados foram relacionados às variáveis independentes codificadas (*t*, *v* e *m*) de acordo com um modelo polinomial de segunda ordem (Equação 3.1), através da análise dos coeficientes de regressão utilizando o método dos mínimos quadrados.

$$y = \beta_0 + \beta_1 t + \beta_2 v + \beta_3 m + \beta_{11} t^2 + \beta_{22} v^2 + \beta_{33} m^2 + \beta_{12} tv + \beta_{13} tm + \beta_{23} vm \quad (3.1)$$

Os coeficientes do polinômio estão representados por  $\beta_0$  (termo constante);  $\beta_1$ ,  $\beta_2$  e  $\beta_3$  (efeitos de primeira ordem);  $\beta_{11}$ ,  $\beta_{22}$  e  $\beta_{33}$  (efeitos de segunda ordem) e  $\beta_{12}$ ,  $\beta_{13}$  e  $\beta_{23}$  (interação entre os efeitos).

Através da análise de variância (ANOVA), os efeitos lineares, quadráticos e as interações entre estes foram determinados, bem como o erro, o coeficiente  $t$  e a significância estatística ( $p$ ).

Os valores dos efeitos estimados indicam quanto cada fator influencia na resposta estudada. Quanto maior é o seu valor, maior é a sua influência, e um efeito positivo indica que ao passar de um valor mínimo a um valor máximo da variável, a resposta aumenta. Um efeito negativo indica o contrário, ou seja, ao passar de um valor mínimo para o valor máximo, a resposta diminui.

O valor de  $t$  indica o quão grande é a variável em relação ao seu desvio. Assim, quanto maior o valor de  $t$ , maior a probabilidade de a variável ser estatisticamente significativa.

O valor do coeficiente  $p$  está relacionado ao nível de significância da variável independente sobre a resposta em estudo. A significância dos coeficientes do polinômio ( $p$ ) foi avaliada estatisticamente, ao nível de 10%, e os termos não significativos foram excluídos, sendo o modelo polinomial recalculado posteriormente. O polinômio final, após a exclusão de todos os termos não significativos, foi reportado junto dos valores de coeficiente de determinação ( $R^2$ ).

Foram considerados válidos os polinômios (modelos) que apresentaram  $R^2 \geq 0,75$  e valor de  $F_{\text{calculado}}$  da regressão superior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$  ( $p \leq 0,10$ ).

A análise de variância (ANOVA), o teste de falta de ajuste (teste F), a determinação dos coeficientes de regressão e a obtenção das superfícies de resposta foram realizadas com o auxílio do software STATISTICA versão 6.0 (StatSoft Inc., 2001).

### 3.2.5 Caracterização do Tomate em Pó

#### 3.2.5.1 Distribuição de Tamanho e Diâmetro Médio

A análise da distribuição do tamanho de partículas foi determinada em um aparelho com difração a laser (Laser Scattering Spectrometer Mastersizer S, modelo MAM 5005 - Malvern Instruments Ltd., U.K), disponível no Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração (Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP), utilizando água como líquido sedimentador. Um ultra-som acoplado ao equipamento foi utilizado para aumentar a dispersibilidade da amostra.

O diâmetro médio das partículas (*DMP*) foi determinado com base no diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume da partícula (diâmetro médio de Brouckere  $D_{4,3}$ , equação 3.2), geralmente utilizado para caracterizar partículas de pó (RAMALHO; OLIVEIRA, 1999). Para a análise, uma pequena quantidade do produto em pó foi dispersa no líquido sedimentador e submetida a 5 leituras de distribuição de tamanho de partículas.

$$DMP = D_{4,3} = \frac{\sum n_i D_i^4}{\sum n_i D_i^3} \quad (3.2)$$

Onde  $n_i$  corresponde ao número de partículas com diâmetro  $D_i$ .

#### 3.2.5.2 Umidade

O teor de umidade dos pós foi determinado por gravimetria, em estufa à vácuo a 70 °C utilizando-se metodologia da A.O.A.C. (2005). O percentual de umidade das amostras, em base seca, foi calculado de acordo com a Equação 3.3.

$$UBS = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \times 100 \quad (3.3)$$

Onde  $m_1$  e  $m_2$  representam as respectivas massas da amostra antes e depois da secagem em estufa.

### 3.2.5.3 Atividade de Água

A atividade de água ( $a_w$ ) foi determinada em um higrômetro digital Aqualab 3TE (Decagon, Pullman, USA), a 25 °C.

### 3.2.5.4 Densidade do Leito

A determinação da densidade do leito, também chamada densidade volumétrica (*bulk density*) foi realizada através da medida do volume ocupado por 2 g da amostra em pó em uma proveta graduada de 50 ml (GOULA; ADAMOPOULOS, 2004). A densidade foi calculada de acordo com a Equação 3.4:

$$\rho_b = \frac{m}{V} \quad (3.4)$$

Onde  $m$  é a massa (g) e  $V$  é o volume (ml) da amostra.

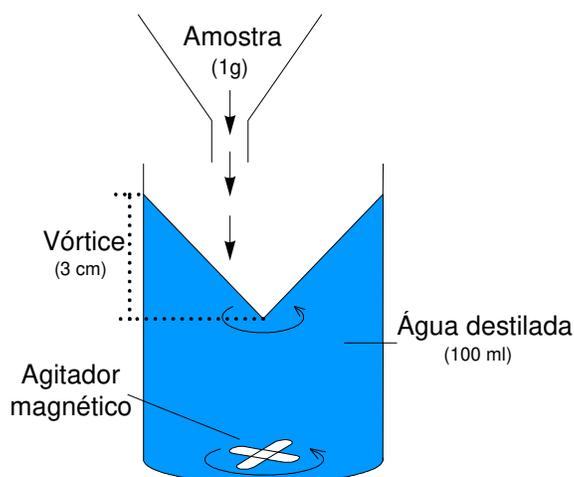
### 3.2.5.5 Higroscopicidade

A higroscopicidade (*HIG*) foi determinada de acordo com a metodologia proposta por Cai e Corke (2000), com modificações de Tonon, Brabet e Hubinger (2008). Colocou-se cerca de 1 g de cada amostra em um recipiente hermético contendo uma solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75,29%) a 25 °C e, após uma semana, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade foi expressa em termos da fração de umidade adsorvida (g) por 100 g de massa seca de amostra (g/100g).

### 3.2.5.6 Solubilidade

A solubilidade (*SOL*), ou fração solúvel, foi determinada de acordo com a metodologia proposta por Dacanal e Menegalli (2009), com algumas modificações. O teste é baseado na metodologia padrão para medir a dissolução de pó na indústria láctea e consiste na determinação da porcentagem de material não-solubilizado após 1 minuto de agitação. O dispositivo utilizado é composto por um becker, agitador magnético, funil para inserção da amostra e sistema de filtração (Figura 3.5).

Adicionou-se, ao becker, cerca de 100 ml de água destilada a 27 °C. Utilizando-se um agitador magnético, a agitação do líquido foi iniciada mantendo a altura do vórtice em torno de 30 mm. Com a agitação do líquido estabilizada, adicionou-se cerca de 1 g de amostra através de um funil, mantido a uma altura de 20 mm do vórtice.



**Figura 3.5** - Esquema do dispositivo de agitação utilizado no teste de solubilidade (NIRO, 2005, adaptado por DACANAL; MENEGALLI, 2009).

Imediatamente após a inserção de amostra, iniciou-se a contagem do tempo, utilizando-se um cronômetro. Exatamente após 1 minuto de agitação, a solução foi rapidamente filtrada com filtro de papel previamente pesado. O filtro de papel com o material retido foi seco em estufa à temperatura de 105 °C, por 24 horas. A massa seca de amostra retida no filtro foi determinada e o percentual de solubilidade do pó foi calculado de acordo com a Equação 3.5.

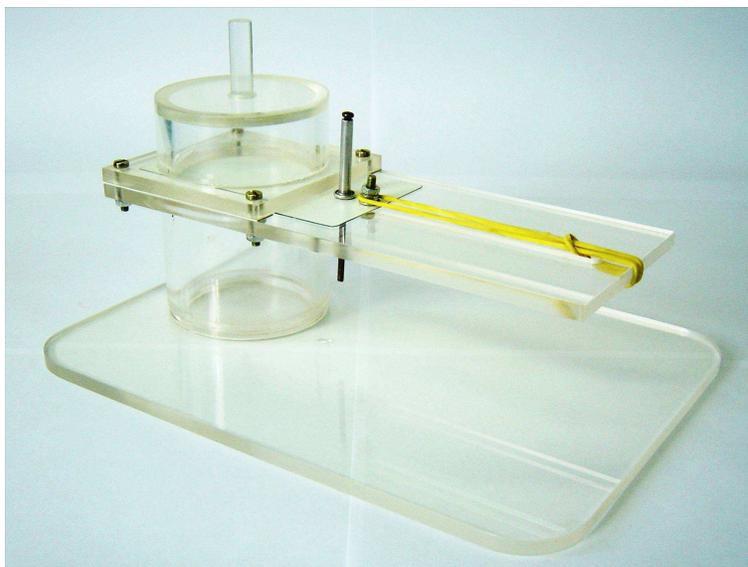
$$SOL = 100 - \left[ \frac{m_2}{m_1(1-UBU)} \times 100 \right] \quad (3.5)$$

Onde  $m_1$  é a massa inicial das amostras,  $m_2$  é a massa de amostra remanescente no filtro e  $UBU$  é o teor de umidade inicial da amostra analisada, em base úmida.

### 3.2.5.7 Tempo de Instantaneização

O tempo de instantaneização (*TIN*), ou tempo de molhamento, é o tempo necessário para que uma amostra de pó fique completamente submersa após ter sido colocada sobre a superfície de um líquido. O dispositivo utilizado para os testes de instantaneização, mostrado na Figura 3.6, foi construído por Dacanal (2005), baseando-se no esquema apresentado por HogeKamp e Schubert (2003). O aparelho consiste de um recipiente de 80 ml para o líquido e um compartimento para a amostra de pó, localizada acima do recipiente que contém o líquido. Uma lâmina, que possui um sistema de acionamento por meio elástico, forma a base da seção para a amostra de pó.

A determinação do tempo de instantaneização foi realizada através do seguinte procedimento: preencheu-se o recipiente reservado para o líquido com cerca de 50 ml de água destilada, a uma temperatura entre 27 e 29 °C, e tampou-se o reservatório com a lâmina presa ao sistema elástico; distribuiu-se uniformemente 1 g de amostra sobre a superfície da lâmina; o teste foi iniciado quando o sistema elástico foi acionado; com o deslocamento da lâmina, a amostra de pó entrou em contato com o líquido e o tempo de instantaneização foi determinado com o auxílio de um cronômetro; o teste foi finalizado quando ocorreu a imersão completa da camada de partículas.



**Figura 3.6** - Dispositivo para determinação do tempo de instantaneização (HOG EKAMP; SCHUBERT, 2003, adaptado por DACANAL, 2005).

### 3.2.5.8 Conteúdo de Carotenóides

O conteúdo de carotenóides (*CAR*) foi determinado de acordo com a metodologia descrita por Rodriguez-Amaya (1999), baseada na extração dos carotenóides com acetona, seguida de separação em éter de petróleo, diluição em balão volumétrico e posterior leitura em espectrofotômetro\*. O resultado, expresso em termos de licopeno ( $\mu\text{g/g}$ ), foi calculado de acordo com a Equação 3.6.

$$CAR = \frac{Vol \times Abs \times 10^4}{E_{1cm}^{1\%} \times m} \quad (3.6)$$

Onde: *Vol* é o volume de diluição utilizado (ml); *Abs* é a absorbância máxima lida no espectrofotômetro no intervalo de 420 a 520 nm; *m* é a massa inicial da amostra em base seca (g);  $E_{1cm}^{1\%}$  é o coeficiente de absorção do licopeno em éter de petróleo = 3450 (DAVIES, 1976).

De modo a avaliar a influência das diferentes condições de processo sobre o conteúdo de carotenóides, os resultados foram convertidos em termos de retenção de carotenóides (*RC*), levando em conta o conteúdo presente na polpa de tomate antes da secagem e desconsiderando a concentração de maltodextrina presente no pó, conforme a Equação 3.7.

$$RC = \frac{CAR_{pó} \times 100}{CAR_{polpa} \times X_{tomate}} \quad (3.7)$$

Onde:  $CAR_{pó}$  e  $CAR_{polpa}$  representam o conteúdo de carotenóides do pó e da polpa de tomate antes da secagem, respectivamente ( $\mu\text{g/g}$ );  $X_{tomate}$  é a fração mássica de tomate presente no pó.

### 3.2.5.9 Conteúdo de Ácido Ascórbico

Para a determinação do conteúdo de ácido ascórbico, foi utilizada metodologia padrão da A.O.A.C. (1984), modificada por Benassi e Antunes (1988), na qual utiliza como solução extratora o ácido oxálico, substituindo a solução de ácido metafosfórico, e titulação com solução de 2,6-diclorofenol-indofenol (DCFI)\*.

O conteúdo de ácido ascórbico (mg/100g amostra) foi calculado pela Equação 3.8.

$$ASC = \left( \frac{DCFI_{amostra}}{DCFI_{padr\tilde{a}o}} \right) \left( \frac{100}{m_{amostra}} \right) \left( \frac{m_{solvente} + m_{amostra}}{m_{extrato}} \right) \left( \frac{50}{V_{aliquota}} \right) \quad (3.8)$$

Onde:  $DCFI_{amostra}$  é o volume gasto de DCFI na titulação da amostra (ml);  $DCFI_{padr\tilde{a}o}$  é o volume gasto de DCFI na titulação da solução padrão de ácido ascórbico (ml);  $m_{amostra}$  é a massa inicial de amostra em base seca (g);  $m_{solvente}$  é a massa de solvente adicionado a amostra (g);  $m_{extrato}$  é a massa de amostra+solvente utilizada para diluição (g);  $V_{aliquota}$  é o volume de extrato diluído utilizado para titulação com DCFI (ml).

De modo a avaliar a influência das diferentes condições de processo sobre o conteúdo de ácido ascórbico, os resultados foram convertidos em termos de retenção do ácido ( $RA$ ), levando em conta o conteúdo presente na polpa de tomate antes da secagem e desconsiderando a concentração de maltodextrina presente no pó, conforme a Equação 3.9.

$$RA = \frac{ASC_{p\acute{o}} \times 100}{ASC_{polpa} \times X_{tomate}} \quad (3.9)$$

Onde:  $ASC_{p\acute{o}}$  e  $ASC_{polpa}$  representam o conteúdo de ácido ascórbico do pó e da polpa de tomate antes da secagem, respectivamente ( $\mu\text{g/g}$ );  $X_{tomate}$  é a fração mássica de tomate presente no pó.

---

\* As metodologias detalhadas utilizadas para determinação do conteúdo de carotenóides e conteúdo de ácido ascórbico no tomate em pó encontram-se no Apêndice C.

### 3.2.5.10 Cor

A cor das amostras de pó foi avaliada em espectrofotômetro de bancada ScanVis, marca Hunter Lab (Riston, Virginia, EUA), calibrado previamente, utilizando-se como sistema referência o módulo de Reflectância Especular Excluída (RSEX) e operando com iluminante D65 e ângulo de observação de 10°, através do sistema de leitura de três parâmetros, CIELAB, proposto pela Comissão Internationale de l'Eclairage (CIE) em 1971. As medidas de cor foram expressas em termos da luminosidade  $L^*$  ( $L^* = 0$  preto e  $L^* = 100$  branco) e da cromaticidade definida por  $a^*$  ( $+a^*$  = vermelho e  $-a^*$  = verde) e  $b^*$  ( $+b^*$  = amarelo e  $-b^*$  = azul). A partir destes parâmetros, foram calculadas as coordenadas cilíndricas  $C^*$  e  $h^\circ$ , onde  $C^*$  define o croma e  $h^\circ$  o ângulo de tom (Equações 3.10 e 3.11). Para a leitura, as amostras foram colocadas em uma cubeta de quartzo cúbica de 50 mm<sup>3</sup>.

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (3.10)$$

$$h^\circ = \arctan\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad (3.11)$$



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização da Polpa de Tomate

A composição físico-química da polpa de tomate utilizada nos ensaios de secagem está apresentada na Tabela 4.1. Os dados correspondem à média de, no mínimo, três determinações, juntamente com seu desvio padrão.

**Tabela 4.1** - Composição físico-química da polpa de tomate.

Componente	Média ± Desvio Padrão
Umidade (% b.u.)	95,1 ± 0,3
Proteína (% b.s.)	25,5 ± 1,9
Fibras (% b.s.)	5,5 ± 0,3
Cinzas (% b.s.)	9,1 ± 0,8
Açúcares Totais (% b.s.)	60,0 ± 3,9
Açúcares Redutores (% b.s.)	50,4 ± 4,4
Sólidos Solúveis (°Brix)	4,4 ± 0,0
Acidez (% ác. cítrico, b.s.)	9,8 ± 0,3
pH	4,27 ± 0,0
Ácido Ascórbico (% b.s.)	0,24 ± 0,0
Licopeno (mg/100g b.s.)	119,2 ± 2,7

Os resultados apresentados na Tabela 4.1 mostram que a polpa de tomate possui alto conteúdo de umidade, seguido pelo conteúdo de carboidratos e proteína. Comparando os resultados obtidos experimentalmente com os dados apresentados nas Tabelas 2.1 e 2.2 (pág. 7), para frutos inteiros, observa-se que a polpa obtida possui composição semelhante em relação à umidade, porém o tratamento aplicado na obtenção da polpa de tomate levou a uma redução considerável no conteúdo de fibras e aumentou a concentração de açúcares e proteína. Esta redução é vantajosa, considerando a aplicação desejada, uma vez que as fibras dificultam a passagem da polpa pelo *spray dryer*, causando, por exemplo, entupimento do bico aspersor.

O valor do pH da polpa está entre os valores encontrados por Tonon (2005) e Camargo (2005) em tomates inteiros: 4,21 e 4,35, respectivamente. Já o conteúdo de acidez foi superior ao encontrado pelos mesmos autores, porém está de acordo com o apresentado na Tabela 2.2.

O conteúdo de ácido ascórbico da polpa de tomate foi de 9,5 mg por 100 g de polpa (b.u.). Este resultado é bastante inferior aos valores encontrados na literatura, para frutos inteiros, que estão em torno de 21 mg por 100 g de fruto fresco (CAMARGO, 2005; TACO, 2006; MARFIL; SANTOS; TELIS, 2008), indicando que o processamento do tomate levou à degradação do ácido ascórbico, facilmente oxidável por fatores como luz e oxigênio (UDDIN; HAWLADER; ZHOU, 2001). Além disso, Toor e Savage (2005) determinaram a atividade antioxidante em diferentes frações (pele, sementes e polpa) de três cultivares de tomate e observaram que a pele do tomate, nas três cultivares, apresentou níveis significativamente mais altos de ácido ascórbico do que a polpa e sementes. De acordo com os autores, a remoção de pele e sementes do tomate durante o processamento resulta em perdas significativas de ácido ascórbico, sendo que estas partes do fruto contêm 43% do conteúdo total do ácido.

O teor de carotenóides da polpa de tomate, expresso em termos de licopeno, foi de 119 mg por 100 g (b.s.). Sharma e Le Maguer (1996), processando tomate para obtenção de polpa em condições bem semelhantes, encontraram conteúdo de licopeno igual a 186 mg por 100 g (b.s.). Esta variação pode ter sido causada pela diferença de variedade do fruto usada no estudo, do seu estágio de maturação ou, ainda, pelas condições ambientais de cultivo.

## **4.2 Planejamento Experimental**

Conforme descrito no item 3.2.4, a secagem da polpa de tomate foi realizada de acordo com um delineamento composto central rotacional  $2^3$  completo, totalizando 17 ensaios. Este planejamento teve como objetivo avaliar a influência das variáveis: temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação da polpa e concentração de maltodextrina, sobre o rendimento do processo e sobre as principais características do pó obtido.

### 4.2.1 Rendimento

Os rendimentos obtidos em cada ensaio de secagem estão apresentados na Tabela 4.2, juntamente com a respectiva temperatura média de saída do produto ( $T_{saída}$ ).

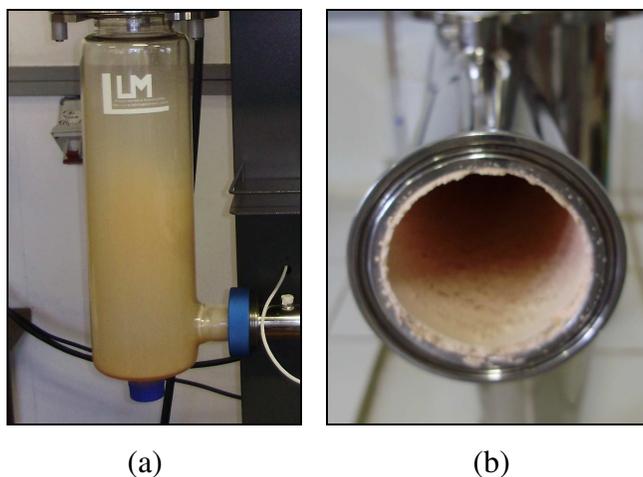
**Tabela 4.2** - Rendimento do processo de secagem da polpa de tomate por *spray drying*.

Ensaio	$T$ (t)	$V$ (v)	$M$ (m)	Rendimento (%)	$T_{saída}$ ( $\pm 1^\circ\text{C}$ )
1	160 (-1)	0,62 (-1)	5 (-1)	19,2	96
2	180 (+1)	0,62 (-1)	5 (-1)	19,3	95
3	160 (-1)	0,78 (+1)	5 (-1)	22,3	90
4	180 (+1)	0,78 (+1)	5 (-1)	26,4	94
5	160 (-1)	0,62 (-1)	10 (+1)	26,3	90
6	180 (+1)	0,62 (-1)	10 (+1)	28,4	113
7	160 (-1)	0,78 (+1)	10 (+1)	12,7	83
8	180 (+1)	0,78 (+1)	10 (+1)	29,6	104
9	153 (-1,68)	0,70 (0)	7,5 (0)	12,4	79
10	187 (+1,68)	0,70 (0)	7,5 (0)	28,5	108
11	170 (0)	0,57 (-1,68)	7,5 (0)	23,1	105
12	170 (0)	0,83 (+1,68)	7,5 (0)	16,4	90
13	170 (0)	0,70 (0)	3,3 (-1,68)	10,8	97
14	170 (0)	0,70 (0)	11,7 (+1,68)	31,4	99
15	170 (0)	0,70 (0)	7,5 (0)	27,9	96
16	170 (0)	0,70 (0)	7,5 (0)	27,4	97
17	170 (0)	0,70 (0)	7,5 (0)	28,0	99

Considerando todos os ensaios, é possível observar que o rendimento médio de pó de tomate foi de aproximadamente 23%. Segundo Wang e Langrish (2009), o rendimento de um processo de *spray drying* é altamente afetado pela quantidade de material que fica depositado no interior do secador.

O baixo rendimento pode ser explicado pela natureza termoplástica das moléculas de açúcar com baixo peso molecular e dos ácidos orgânicos presentes na polpa de tomate, causando aderência das gotículas pulverizadas e do pó seco na parede da câmara do secador e formação de aglomerados indesejáveis nos sistemas de transmissão (GOULA; ADAMOPOULOS, 2005a, 2006). Tanto a aderência das partículas no interior da câmara, quanto a deposição do pó no sistema que conecta a câmara ao ciclone, foram visíveis em todos os experimentos realizados. A Figura 4.1 mostra estes dois problemas, ocorridos durante uma das secagens do planejamento.

Além disso, as dimensões da câmara de secagem também afetam consideravelmente o rendimento do processo. Teoricamente, não haveria problemas de deposição de material se a câmara do secador fosse suficientemente grande (TRUONG; BHANDARI; HOWES, 2005a). No entanto, o secador utilizado neste trabalho, por se tratar de um equipamento de escala laboratorial, possui uma câmara com dimensões que não garantem que as partículas estejam totalmente secas ao colidir na parede, ocasionando depósito de material molhado, diminuindo assim o rendimento do processo.



**Figura 4.1** - Problemas ocorridos durante a secagem em *spray drying*. (a) aderência das partículas no interior da câmara; (b) deposição do pó no sistema que conecta a câmara de secagem ao ciclone.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de rendimento, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.3. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.3** – Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *Rendimento*.

Fatores *	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	$t$ (7)	Significância Estatística ( $p$ )
<b>Média</b>	<b>27,5578</b>	<b>2,6186</b>	<b>10,5238</b>	<b>0,0000</b>
<b><math>t</math> (L)</b>	<b>3,6986</b>	<b>1,2297</b>	<b>3,0077</b>	<b>0,0197</b>
$t$ (Q)	-1,9123	1,3535	-1,4128	0,2006
$v$ (L)	-0,9896	1,2297	-0,8047	0,4475
$v$ (Q)	-2,1491	1,3535	-1,5879	0,1563
<b><math>m</math> (L)</b>	<b>3,2617</b>	<b>1,2297</b>	<b>2,6524</b>	<b>0,0328</b>
$m$ (Q)	-1,6825	1,3535	-1,2431	0,2539
$t \times v$	2,3600	1,6067	1,4688	0,1853
$t \times m$	1,8525	1,6067	1,1530	0,2868
$v \times m$	-2,8300	1,6067	-1,7614	0,1216

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.4 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *Rendimento*.

**Tabela 4.4** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *Rendimento*.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{tabelado}}^*$
Regressão	332,12	2	166,06	6,22	2,73
Resíduos	373,70	14	26,69		
Falta de Ajuste	373,48	12	31,12	290,78	9,41
Erro Puro	0,21	2	0,11		
Total	705,81	16			

\* Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar o rendimento de pó resultante do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.1:

$$\mathbf{Rendimento = 22,94 + 3,70 t + 3,26 m} \quad (4.1)$$

Onde:  $t$  e  $m$  representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem e concentração de maltodextrina, respectivamente.

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,4705, mostrando que o modelo explicou apenas 47,05% da variação dos dados observados. Embora o valor de  $F_{\text{calculado}}$  da regressão tenha sido maior que o valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , o pequeno valor de  $R^2$  indica que o modelo não é válido, não podendo ser considerado preditivo para a resposta *Rendimento*. Além disso, os resultados preditos pelo modelo apresentam desvios de até 77% em relação aos dados obtidos experimentalmente. Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

De acordo com a Tabela 4.3, é possível observar que apenas os termos lineares de  $T$  e  $M$  foram significativos a 90% de confiança. Isto indica que, tanto temperaturas mais elevadas, quanto maiores concentrações de maltodextrina resultaram em maiores rendimentos de pó. O efeito significativo de  $T$  e  $M$  está de acordo com Bhandari et al. (1993). Os autores relataram que, além da quantidade de agente carreador, o rendimento de pó num processo de *spray drying* de produtos ricos em açúcares é amplamente afetado pela temperatura do ar de secagem.

O efeito da temperatura pode ser explicado pela maior eficiência nos processos de transferência de calor e massa que ocorre quando maiores temperaturas de secagem são utilizadas. De acordo com Goula e Adamopoulos (2005a), temperaturas elevadas aumentam as taxas de secagem, resultando em partículas mais secas ao colidirem com a parede interna da câmara. Isto, por sua vez, acarreta em menor aderência do produto no interior do equipamento, levando a maiores rendimentos de pó. O mesmo efeito foi verificado por diversos autores em trabalhos com secagem por atomização (GOULA; ADAMOPOULOS, 2005a; GOULA; ADAMOPOULOS, 2008a; TONELI, 2006; TONON; BRABET; HUBINGER, 2008).

Em relação à concentração de agente carreador, pode ser verificado que o menor rendimento (10,8%) e o maior rendimento de pó (31,4%) foram obtidos nos ensaios das condições axiais de concentração de maltodextrina (ensaios 13 e 14, Tabela 4.2), indicando que seu uso é efetivo na secagem da polpa de tomate.

Muitos autores mencionam que o aumento na concentração de maltodextrina aumenta a concentração de sólidos totais da polpa o que, conseqüentemente, resulta numa maior quantidade de pó (BHANDARI et al., 1997; PAPADAKIS; GARDELI; TZYA, 2006; ROUSTAPOUR; HOSSEINALIPOUR; GHOBADIAN, 2006). Shrestha et al. (2007) estudando a secagem de suco de laranja em *spray dryer*, utilizando maltodextrina (DE 6) em condições semelhantes de *T* e *M* aos ensaios 1 e 3, obtiveram rendimento de pó de 22%. O aumento da concentração do agente para 7,5% resultou num rendimento de pó de 78%. Acima desta concentração, não foram observados aumentos significativos no rendimento, permanecendo em torno de 80%.

Goula e Adamopoulos (2008a) investigaram o efeito da adição de maltodextrina no rendimento de pó durante a secagem da polpa de tomate em *spray dryer*, utilizando ar desumidificado. As variáveis estudadas foram: DE das maltodextrinas (6, 12 e 21), razão sólidos na polpa de tomate / sólidos na maltodextrina (1:4, 1:1 e 4:1) e temperatura do ar de secagem (130, 140 e 150 °C). Os rendimentos foram em torno de 80-90% de pó, sendo que os próprios autores relatam que estes resultados estão muito superiores aos reportados por outros pesquisadores, que acrescentaram maltodextrinas a alimentos ricos em açúcar. Segundo os mesmos, esta diferença foi devido à baixa temperatura do ar na saída e à elevada taxa de secagem quando ar desumidificado foi usado como meio de secagem, que resultam na formação de partículas com superfície sólida, diminuindo o acúmulo de resíduos e minimizando o número de partículas termoplásticas que aderem na parede do secador.

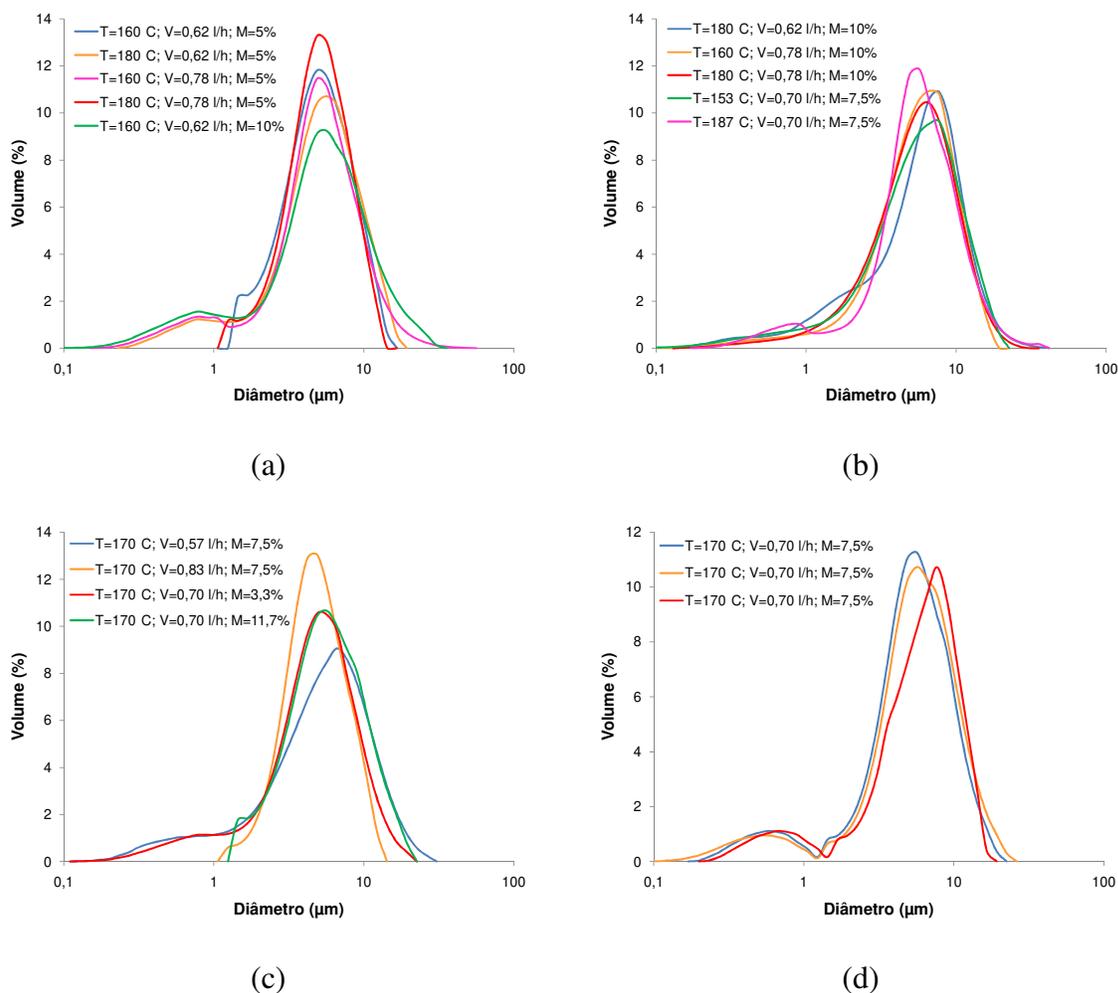
Embora tenha sido observado efeito positivo de *M* sobre o rendimento de pó, foi observado em ensaios preliminares que concentrações de maltodextrina superiores a 15% não resultaram em rendimentos maiores que 35%. Além disso, deve ser mencionado que a quantidade de aditivos limita a qualidade sensorial do produto final, sendo desejável uma quantidade que não altere muito as propriedades do produto nem incremente seu custo (BHANDARI et al., 1997).

## 4.2.2 Caracterização do Tomate em Pó

A Tabela 4.5 apresenta a caracterização dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer* em relação a: diâmetro médio ( $DMP$ ), umidade ( $UBS$ ), atividade de água ( $a_w$ ), densidade do leito ( $\rho_b$ ), higroscopicidade ( $HIG$ ), solubilidade ( $SOL$ ), tempo de instantaneização ( $TIN$ ), conteúdo de carotenóides ( $CAR$ ) e conteúdo de ácido ascórbico ( $ASC$ ).

### 4.2.2.1 Distribuição de Tamanho e Diâmetro Médio

A Figura 4.2 apresenta a distribuição de tamanho de partícula dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.



**Figura 4.2** - Distribuição de tamanho de partícula dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*. (a) ensaios 1 a 5; (b) ensaios 6 a 10; (c) ensaios 11 a 14; (d) ensaios 15 a 17.

**Tabela 4.5** – Caracterização dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

<b>Ensaio</b>	<b><i>T</i></b>	<b><i>V</i></b>	<b><i>M</i></b>	<b><i>DMP</i></b>	<b><i>UBS</i></b>	<b><math>a_w</math></b>	<b><math>\rho_b</math></b>	<b><i>HIG</i></b>	<b><i>SOL</i></b>	<b><i>TIN</i></b>	<b><i>CAR</i></b>	<b><i>ASC</i></b>
1	160	0,62	5	5,0	6,1	0,121	0,383	21,3	94,6	6,0	59,6	111,4
2	180	0,62	5	5,2	7,3	0,128	0,325	21,0	89,2	11,2	58,8	113,3
3	160	0,78	5	5,3	6,0	0,127	0,374	18,1	90,6	8,9	48,0	73,3
4	180	0,78	5	5,0	6,1	0,118	0,395	20,7	90,2	8,3	63,9	113,9
5	160	0,62	10	5,7	5,6	0,128	0,414	18,4	91,6	6,6	42,1	44,9
6	180	0,62	10	7,2	4,2	0,107	0,361	16,5	92,1	12,0	27,8	55,1
7	160	0,78	10	5,4	5,0	0,128	0,371	17,6	93,5	12,5	30,3	38,2
8	180	0,78	10	6,2	4,7	0,112	0,361	15,7	89,1	13,8	34,3	67,9
9	153	0,70	7,5	5,8	5,3	0,124	0,358	19,2	93,0	10,9	45,6	93,1
10	187	0,70	7,5	5,3	6,3	0,116	0,407	18,0	92,3	9,9	37,4	78,2
11	170	0,57	7,5	5,7	5,8	0,122	0,389	19,0	90,4	8,0	36,1	84,4
12	170	0,83	7,5	5,8	6,0	0,132	0,408	18,6	91,6	8,8	32,1	35,6
13	170	0,70	3,3	5,0	8,5	0,123	0,316	24,2	92,9	9,3	78,3	127,0
14	170	0,70	11,7	5,9	4,6	0,118	0,388	16,7	95,7	12,6	30,3	51,4
15	170	0,70	7,5	5,4	6,5	0,118	0,414	19,1	94,8	7,4	39,3	72,3
16	170	0,70	7,5	5,5	6,5	0,116	0,415	19,2	95,6	7,6	39,8	68,5
17	170	0,70	7,5	5,4	6,5	0,113	0,410	19,3	96,5	7,2	38,3	65,4

**OBS:** Os resultados representam a média de, no mínimo, três determinações. Os desvios padrões, bem como as diferenças estatísticas entre as médias (Teste de Tukey) estão apresentados no Apêndice A.

Pode ser observado que, na maioria dos ensaios, as partículas apresentaram uma distribuição bimodal, indicando dois tamanhos de partículas predominantes (Figura 4.2). O primeiro pico apresentou um menor volume (< 2%) e menores diâmetros de partícula (< 1  $\mu\text{m}$  para os ensaios 2, 3, 5, 10, 11, 13, 15, 16 e 17) do que o segundo pico (volume entre 8 e 13% e diâmetros entre 6 e 10  $\mu\text{m}$ ). Esta distribuição bimodal permite maior compactação do pó no armazenamento, já que as partículas menores podem penetrar nos espaços presentes entre as partículas maiores, ocupando menor espaço (TONON, 2009).

Por outro lado, a presença de partículas muito pequenas pode representar propriedades de instantaneidade mais pobres, uma vez que a redução dos interstícios pode prejudicar a penetração da água, afetando negativamente propriedades como a molhabilidade e a dispersibilidade do produto (HOGEKAMP; SCHUBERT, 2003).

A presença de partículas de menor tamanho pode ser atribuída às partículas do agente carreador que não conseguiram encapsular a polpa de tomate, ou ainda às partículas da polpa que não foram encapsuladas, enquanto a presença de partículas de maior tamanho pode ser atribuída a um possível início de processo de aglomeração, onde ocorre a formação de pontes de ligação entre as partículas e, conseqüentemente, a formação de partículas maiores (RODRIGUES, 2004).

As partículas de tomate em pó apresentaram diâmetros variando de 0,07 a 48,3  $\mu\text{m}$ . Tonon (2009) encontrou diâmetros de partícula variando de 0,11 a 301,7  $\mu\text{m}$  no suco de açaí atomizado com 10, 20 e 30% de maltodextrina. Kurozawa (2009) obteve partículas de hidrolisado protéico atomizado com diâmetros variando de 2 a 35  $\mu\text{m}$ , utilizando concentrações de 10 e 20% de maltodextrina, e diâmetros variando de 2 a 70  $\mu\text{m}$ , utilizando 30% de maltodextrina.

Em relação ao diâmetro médio das partículas, foram obtidos valores entre 5 e 7,2  $\mu\text{m}$ , sendo que a diferença entre a maioria das amostras foi pequena (Tabela 4.5). Estes resultados estão dentro da faixa encontrada por Al-Asheh et al. (2003) no pó de tomate produzido por *spray drying*. Os autores obtiveram diâmetros médios variando entre 1,7 e 8,9  $\mu\text{m}$ .

Papadakis, Gardeli e Tzia (2006), trabalhando com *spray drying* de suco de uva seca e maltodextrina como agente carreador, encontraram diâmetro médio de partícula um pouco superior, na faixa de 5 a 20  $\mu\text{m}$ . Kurozawa (2009) obteve diâmetros próximos a estes valores, em seu trabalho com hidrolisado protéico atomizado com maltodextrina. O diâmetro médio do pó foi 8,9  $\mu\text{m}$ , quando foram utilizadas concentração de 10 e 20% de maltodextrina, e 13,4  $\mu\text{m}$ , quando foi utilizada concentração de 30% do mesmo agente carreador.

Righetto (2003) determinou o diâmetro médio em suco de acerola microencapsulado com maltodextrina 20DE e goma arábica, sendo que as formulações com predomínio do primeiro agente apresentaram diâmetro médio de 16 a 17  $\mu\text{m}$ , enquanto as produzidas com o segundo agente apresentaram diâmetro médio entre 19 e 20  $\mu\text{m}$ . Tonon (2009) obteve diâmetros médios próximos em suco de açaí atomizado com maltodextrina, variando de 13,3 a 21,4  $\mu\text{m}$ .

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de *DMP*, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.6. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.6** – Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente *t* e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *DMP*.

Fatores*	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	<i>t</i> (7)	Significância Estatística ( <i>p</i> )
<b>Média</b>	<b>5,4297</b>	<b>0,2032</b>	<b>26,7213</b>	<b>0,0000</b>
<i>t</i> (L)	0,0974	0,0954	1,0208	0,3413
<i>t</i> (Q)	0,0473	0,1050	0,4507	0,6658
<i>v</i> (L)	-0,0761	0,0954	-0,7976	0,4513
<i>v</i> (Q)	0,1302	0,1050	1,2401	0,2549
<b><i>m</i> (L)</b>	<b>0,4032</b>	<b>0,0954</b>	<b>4,2254</b>	<b>0,0039</b>
<i>m</i> (Q)	0,0044	0,1050	0,0417	0,9679
<i>t</i> x <i>v</i>	-0,1576	0,1247	-1,2643	0,2466
<b><i>t</i> x <i>m</i></b>	<b>0,2801</b>	<b>0,1247</b>	<b>2,2468</b>	<b>0,0595</b>
<i>v</i> x <i>m</i>	-0,1664	0,1247	-1,3345	0,2238

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.7 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *DMP*.

**Tabela 4.7** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *DMP*.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado*</sub>
Regressão	2,85	2	1,42	11,67	2,73
Resíduos	1,71	14	0,12		
Falta de Ajuste	1,71	12	0,14	549,57	9,41
Erro Puro	0,00	2	0,00		
Total	4,56	16			

\*Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar o diâmetro médio das partículas resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de *T*, *V* e *M* estudados, é descrito pela Equação 4.2:

$$DMP = 5,58 + 0,40 m + 0,28 t m \quad (4.2)$$

Onde: *t* e *m* representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem e concentração de maltodextrina, respectivamente.

A razão  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  foi 4,27, indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. O elevado valor do  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste em relação ao  $F_{\text{tabelado}}$  pode ser explicado pelo pequeno valor do erro puro em relação à falta de ajuste, o que indica uma boa repetibilidade da análise. No entanto, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,6250, indicando que o modelo explicou apenas 62,5% da variação dos dados observados, não podendo ser considerado preditivo para a resposta *DMP*. Os pequenos desvios observados nos resultados preditos pelo modelo em relação aos dados experimentais (Apêndice B) podem ser explicados pela pequena variação nos resultados (Tabela 4.5) e não pelo bom ajuste do modelo, conforme mostrado o baixo  $R^2$ .

A concentração de maltodextrina foi a variável que mais influenciou o diâmetro médio das partículas. A vazão de alimentação e a temperatura do ar de secagem não apresentaram efeito estatisticamente significativo, mas a interação entre  $T$  e  $M$  mostrou efeito significativo sobre o  $DMP$ , conforme pode ser observado na Tabela 4.6.

De modo geral, em um sistema de secagem por atomização, o tamanho das partículas secas depende do tamanho das gotículas atomizadas no secador. Este, por sua vez, é função do modo de atomização, das propriedades físicas e da concentração de sólidos do produto na alimentação (MASTERS, 1979). De acordo com Goula e Adamopoulos (2004), o aumento na concentração de maltodextrina leva a um aumento na viscosidade do líquido que está sendo atomizado. Quanto maior a viscosidade, maiores são as gotas formadas durante a atomização, resultando em maiores partículas de pó obtidas.

Keogh, Murray e O’Kennedy (2003) observaram um aumento linear do tamanho das partículas com o aumento da viscosidade do fluido de alimentação, trabalhando com secagem em *spray drying* de leite integral ultrafiltrado, em um atomizador de bicos duplo fluido. Outros autores também observaram o efeito positivo da concentração de alimentação sobre o tamanho de partícula: Cai e Corke (2000), Al-Asheh et al. (2003), Goula e Adamopoulos (2004), Grabowski, Truong e Daubert (2008), Jinapong, Supphantharika e Jamnong (2008) e Tonon, Brabet e Hubinger (2008).

Em relação ao efeito de  $T$  sobre o  $DMP$ , pode ser observado (Tabela 4.5) que existe uma relação inversa quando utilizadas concentrações de maltodextrina abaixo ou acima de 7,5% (interação estatisticamente significativa). Para  $M \leq 7,5\%$ , menores diâmetros foram obtidos quando foram utilizadas maiores temperaturas (ensaios 3-4 e 9-10), enquanto que para  $M > 7,5\%$ , observou-se comportamento contrário (ensaios 5-6 e 7-8).

De acordo com Reineccius (2001), os processos realizados em condições de maiores taxas de secagem (maiores temperaturas) produzem partículas maiores que aqueles realizados com menores taxas, já que a secagem mais rápida promove a formação de uma estrutura oca, evitando, assim, que as partículas encolham durante a secagem. Quando a temperatura do ar de secagem é baixa, a partícula fica mais encolhida e, dessa forma, com diâmetro menor.

#### 4.2.2.2 Umidade

A umidade dos pós de tomate variou de 4,2 a 8,5%. Estes resultados são semelhantes aos obtidos por Goula e Adamopoulos (2008b), secando polpa de tomate com diferentes concentrações de maltodextrina (12DE) na temperatura de 150 °C. Os autores encontraram valores de umidade variando entre 3,5 e 8,5% (b.s.) e na condição com razão sólidos polpa/sólidos maltodextrina igual a 1:1 (semelhante aos ensaios com 5% do agente) foi obtido pó com 6% de umidade (b.s.). Comparando este valor com os obtidos nos ensaios em condições operacionais mais semelhantes (ensaios 1 e 3), observa-se que foi um pouco superior, o que poderia ser atribuído pela menor temperatura do ar de secagem utilizada pelos autores. Quanto maior o gradiente de temperatura entre o ar de secagem e o produto atomizado, maior é a taxa de transferência de calor entre as partículas, resultando numa maior evaporação de água do produto.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de *UBS*, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.8. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.8** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente *t* e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *UBS*.

Fatores*	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	<i>t</i> (7)	Significância Estatística ( <i>p</i> )
<b>Média</b>	<b>6,5681</b>	<b>0,3279</b>	<b>20,0306</b>	<b>0,0000</b>
<i>t</i> (L)	0,1016	0,1540	0,6598	0,5305
<b><i>t</i> (Q)</b>	<b>-0,3586</b>	<b>0,1695</b>	<b>-2,1156</b>	<b>0,0722</b>
<i>v</i> (L)	-0,0804	0,1540	-0,5222	0,6177
<i>v</i> (Q)	-0,3109	0,1695	-1,8345	0,1092
<b><i>m</i> (L)</b>	<b>-0,9209</b>	<b>0,1540</b>	<b>-5,9805</b>	<b>0,0006</b>
<i>m</i> (Q)	-0,1005	0,1695	-0,5928	0,5720
<i>t</i> x <i>v</i>	-0,0041	0,2012	-0,0202	0,9845
<b><i>t</i> x <i>m</i></b>	<b>-0,3884</b>	<b>0,2012</b>	<b>-1,9307</b>	<b>0,0948</b>
<i>v</i> x <i>m</i>	0,1472	0,2012	0,7316	0,4882

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.9 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *UBS*.

**Tabela 4.9** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *UBS*.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado*</sub>
Regressão	13,70	3	4,57	15,79	2,56
Resíduos	3,76	13	0,29		
Falta de Ajuste	3,76	11	0,34	18587,60	9,40
Erro Puro	0,00	2	0,00		
Total	17,46	16			

\*Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

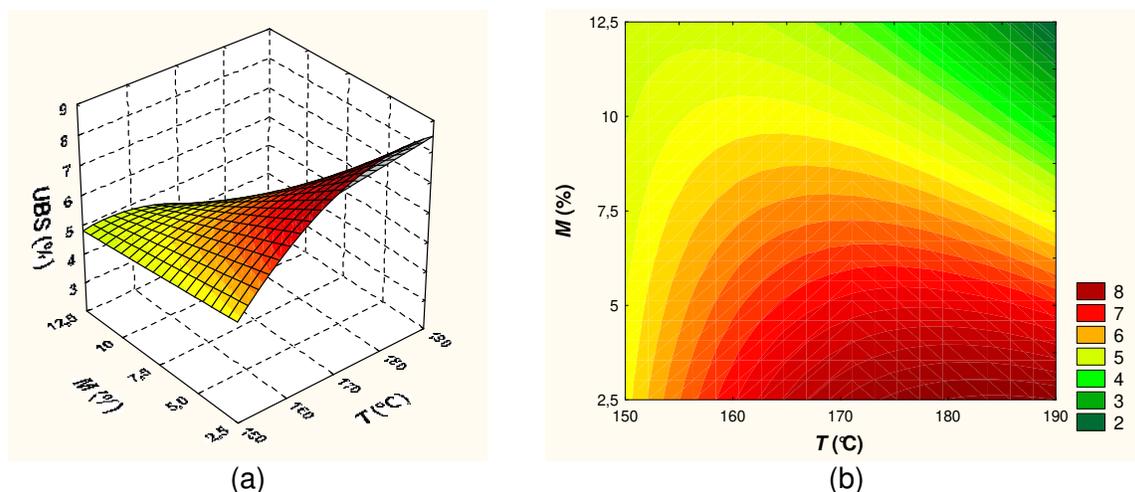
O modelo codificado proposto para representar o conteúdo de umidade dos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de *T*, *V* e *M* estudados, é descrito pela Equação 4.3:

$$UBS = 6,16 - 0,26 t^2 - 0,92 m - 0,39 t m \quad (4.3)$$

Onde: *t* e *m* representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem e concentração de maltodextrina, respectivamente.

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,7847, indicando que o modelo explicou 78,47% da variação dos dados observados. A razão  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  foi 6,17, indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. O alto valor do  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste em relação ao  $F_{\text{tabelado}}$  pode ser explicado pelo pequeno valor do erro puro em relação à falta de ajuste, o que indica uma boa repetibilidade da análise. Os resultados preditos pelo modelo apresentaram desvios relativos inferiores a 10% (com exceção dos ensaios 4 e 10, com desvios de 17,5% e 14,2%, respectivamente) em relação aos dados experimentais, confirmando que o modelo é preditivo para a resposta *UBS*. Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

A Figura 4.3 mostra a superfície de resposta (a) e curva de contorno (b), geradas através do modelo proposto para *UBS*, para as variáveis *T* e *M*, considerando *V* igual a 0,70 l/h.



**Figura 4.3** - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) para a resposta *UBS*, em função de *T* e *M* para *V* igual a 0,70 l/h.

De acordo com a Tabela 4.8, observa-se que *M* foi o fator que mais influenciou a umidade final do produto, seguida por *T*. A concentração do agente carreador apresentou um efeito negativo na resposta avaliada, ou seja, maiores concentrações levaram à produção de pós com umidades menores, conforme pode ser claramente observado na Figura 4.3. Este efeito foi comprovado por Goula e Adamopoulos (2004) estudando diferentes concentrações de sólidos na secagem por atomização da polpa de tomate.

Grabowski, Truong e Daubert (2008), Quek, Chok e Swedlund (2007) e Gong et al. (2008), utilizando diferentes concentrações de maltodextrina na secagem por atomização de purê de batata-doce, suco de melancia e suco de *bayberry*, respectivamente, também observaram o mesmo comportamento em relação ao conteúdo de umidade: quanto maior a concentração de maltodextrina, menor foi o conteúdo de umidade do pó obtido.

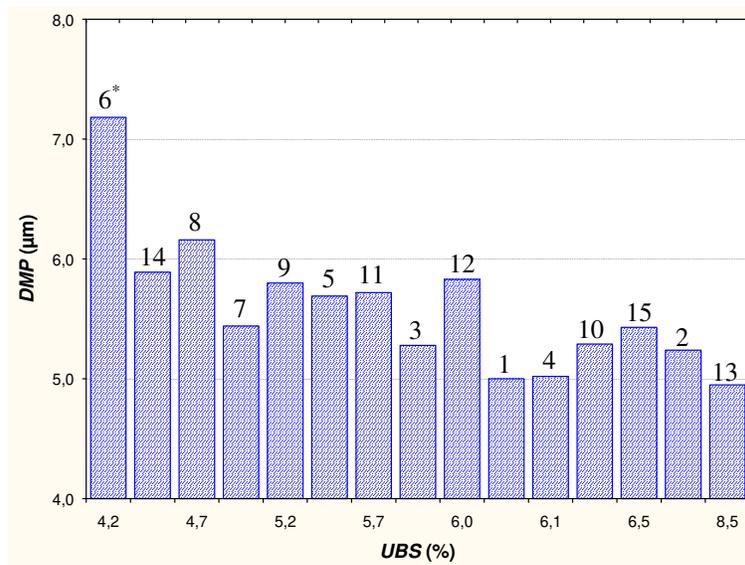
O aumento do conteúdo de sólidos da alimentação reduz a quantidade de água disponível para evaporação, resultando num pó mais seco. Além disso, devido ao alto peso molecular da maltodextrina, as amostras formuladas com estes compostos são menos higroscópicas que a amostra pura, resultando em um pó com menor umidade final.

No entanto, Goula e Adamopoulos (2008b) reportaram que a umidade de polpa de tomate em pó aumentou com o aumento da concentração de maltodextrina. De acordo com os autores, as moléculas deste agente carreador, por serem grandes, dificultaram a difusão das moléculas de água durante a secagem.

Em relação ao efeito da temperatura do ar sobre a umidade dos pós, pode ser observado que este está relacionado com a concentração de maltodextrina adicionada ao produto, concordando com a interação estatisticamente significativa, mostrada na Tabela 4.8. Para altas concentrações do agente (>7,5%), menores umidades são observadas com maiores temperaturas do ar de secagem, porém, quando se utiliza menor concentração de maltodextrina (< 7,5%), maiores temperaturas levam a produção de pós com maior conteúdo de umidade. Este efeito pode ser explicado pela maior quantidade de açúcares de baixo peso molecular presentes no tomate, em relação à quantidade de maltodextrina.

Segundo Bhandari, Datta e Howes (1997), devido à alta concentração de açúcares com baixa  $T_g$ , o produto pode permanecer como um xarope, mesmo a baixas umidades, dentro do secador. Dependendo da composição do produto e das condições de secagem, a superfície das partículas pode permanecer plástica, resultando na aderência às paredes do secador ou mesmo entre as partículas. Esta estrutura pode dificultar a saída de água, resultando num produto final mais úmido. De acordo com os mesmos autores, para evitar que o pó resultante do processo apresente estas características, a temperatura do ar na saída do secador não deve ultrapassar a temperatura de transição vítrea do produto em mais de 20 °C. A adição de maltodextrina aumenta a  $T_g$  da mistura, impedindo que o produto obtido apresente estas características, sendo que a quantidade que deve ser adicionada é dependente da composição do produto, da temperatura de secagem e do tipo de maltodextrina. No entanto, baixas concentrações do agente carreador podem não ser suficientes para evitar estes problemas quando o produto é submetido a altas temperaturas de secagem.

O efeito da concentração de maltodextrina e da interação entre temperatura do ar de secagem e concentração do agente sobre a umidade dos pós foi o oposto do ocorrido no diâmetro médio de partícula, conforme discutido anteriormente no Item 4.2.2.1. Esta relação pode ser visualizada na Figura 4.4.



**Figura 4.4** - Diâmetro médio e conteúdo de umidade dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray drying* para os ensaios do planejamento experimental\*.

É possível observar que existe uma relação inversamente proporcional entre o conteúdo de umidade e o diâmetro médio de partícula, ou seja, em geral os ensaios realizados com maiores concentrações de maltodextrina levaram a produção de pós com menor conteúdo de umidade e maior diâmetro de partícula, o que é altamente desejável num processo de secagem para obtenção de um produto em pó, pois resultam em maiores rendimentos de produtos com melhores propriedades de instantaneização.

#### 4.2.2.3 Atividade de Água

A atividade de água dos pós de tomate variou de 0,107 a 0,132, sendo que a maioria dos pós não apresentou valores estatisticamente diferentes entre si (Apêndice A). Valores de atividade de água inferiores a 0,3 são bastante favoráveis à estabilidade dos alimentos, uma vez que não permitem a multiplicação de microrganismos e retardam o escurecimento não-enzimático, uma das principais reações de deterioração (FENNEMA, 1996).

Os resultados obtidos são inferiores ao encontrados por Tonon (2009) em suco de açaí produzido por *spray drying* com maltodextrina 10DE. O autor obteve pó com atividade de água igual a 0,229, o que pode ser atribuído à menor temperatura de secagem utilizada no processo, 140 °C.

Papadakis, Gardeli e Tzia (2006) trabalhando com suco de uva seca e maltodextrina 12DE como carreador, obtiveram valores de atividade de água entre 0,146 e 0,196, quando foi utilizada temperatura de secagem de 140 °C, enquanto que a atividade de água decresceu para 0,100 quando a temperatura de secagem aumentou para 200 °C.

A atividade de água é um importante índice de pós produzidos por *spray drying*, pois pode afetar significativamente a vida útil do produto. Embora os pós de tomate obtidos sejam relativamente estáveis microbiologicamente, eles necessitam de condições especiais de armazenamento. Um pó com baixa atividade de água e alto conteúdo de açúcares mostra-se altamente higroscópico, necessitando ser armazenado em embalagens impermeáveis ao ar e mantido em lugar seco e fresco (QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007).

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de  $a_w$ , obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.10. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.10** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para  $a_w$ .

Fatores*	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	$t$ (7)	Significância Estatística ( $p$ )
Média	<b>0,1157</b>	<b>0,0024</b>	<b>48,0869</b>	<b>0,0000</b>
$t$ (L)	<b>-0,0038</b>	<b>0,0011</b>	<b>-3,3868</b>	<b>0,0116</b>
$t$ (Q)	0,0011	0,0012	0,9205	0,3880
$v$ (L)	0,0014	0,0011	1,2184	0,2625
$v$ (Q)	<b>0,0036</b>	<b>0,0012</b>	<b>2,9100</b>	<b>0,0227</b>
$m$ (L)	-0,0020	0,0011	-1,7598	0,1218
$m$ (Q)	0,0013	0,0012	1,0270	0,3386
$t \times v$	-0,0013	0,0015	-0,8888	0,4036
$t \times m$	<b>-0,0043</b>	<b>0,0015</b>	<b>-2,9374</b>	<b>0,0218</b>
$v \times m$	0,0009	0,0015	0,6377	0,5440

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.11 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta  $a_w$ .

**Tabela 4.11** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para  $a_w$ .

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado*</sub>
Regressão	$4,73 \times 10^{-4}$	3	$1,58 \times 10^{-4}$	8,25	2,56
Resíduos	$2,49 \times 10^{-4}$	13	$1,91 \times 10^{-5}$		
Falta de Ajuste	$2,38 \times 10^{-4}$	11	$2,16 \times 10^{-5}$	3,96	9,40
Erro Puro	$1,09 \times 10^{-4}$	2	$5,45 \times 10^{-6}$		
Total	$7,22 \times 10^{-4}$	16			

\*Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar a atividade de água dos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.4:

$$a_w = 0,1181 - 0,0038 t + 0,0031 v^2 - 0,0043 t m \quad (4.4)$$

Onde:  $t$ ,  $v$  e  $m$  representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, respectivamente.

A razão  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  foi 3,22, indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança, e falta de ajuste não significativa no mesmo nível de confiança ( $F_{\text{calculado}}$  inferior ao  $F_{\text{tabelado}}$ ). No entanto, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi 0,6556, indicando que o modelo explicou apenas 65,56% da variação dos dados observados, não podendo ser considerado válido para prever a atividade de água dos pós em função das variáveis independentes estudadas.

A temperatura do ar de secagem e a vazão de alimentação quadrática influenciaram a atividade de água dos pós. No entanto, a interação entre concentração de maltodextrina e temperatura do ar de secagem mostrou efeito mais significativo dentro do limite de 90% de confiança (maior coeficiente de regressão).

A interação significativa entre  $T$  e  $M$  mostra que a atividade de água está diretamente relacionada ao conteúdo de umidade dos pós, pois o mesmo efeito foi observado. Pós produzidos com maiores concentrações de maltodextrina e maiores temperaturas de secagem apresentaram menor conteúdo de umidade e, conseqüentemente, menor atividade de água (Tabela 4.5). O efeito quadrático de  $V$  indica que a condição utilizada no seu ponto central (0,70 l/h), ou condição próxima a ela, leva à produção de pós com menor  $a_w$ .

#### 4.2.2.4 Densidade do Leito

Os pós obtidos da secagem por atomização da polpa de tomate apresentaram densidade do leito entre 0,316 e 0,415 g/ml. Estes resultados estão de acordo com Tonon (2009), que encontrou densidades de 0,390 e 0,370 g/ml para o suco de açaí (3% de sólidos totais) atomizado, utilizando maltodextrina 10DE e 20DE, respectivamente. A concentração de agente carreador foi de 6% e a temperatura de secagem foi 140 °C.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de  $\rho_b$ , obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.12. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.12** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para  $\rho_b$ .

Fatores *	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	$t$ (7)	Significância Estatística ( $p$ )
<b>Média</b>	<b>0,4133</b>	<b>0,0133</b>	<b>31,1340</b>	<b>0,0000</b>
$t$ (L)	-0,0013	0,0062	-0,2111	0,8388
$t$ (Q)	-0,0114	0,0069	-1,6644	0,1400
$v$ (L)	0,0036	0,0062	0,5771	0,5819
$v$ (Q)	-0,0058	0,0069	-0,8394	0,4290
$m$ (L)	0,0112	0,0062	1,7953	0,1157
<b><math>m</math> (Q)</b>	<b>-0,0222</b>	<b>0,0069</b>	<b>-3,2337</b>	<b>0,0144</b>
$t \times v$	0,0152	0,0081	1,8691	0,1038
$t \times m$	-0,0032	0,0081	-0,3893	0,7087
$v \times m$	-0,0132	0,0081	-1,6238	0,1484

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.13 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta  $\rho_b$ .

**Tabela 4.13** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para  $\rho_b$ .

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado*</sub>
Regressão	0,0043	1	0,0043	6,21	3,07
Resíduos	0,0105	15	0,0007		
Falta de Ajuste	0,0105	13	0,0008	110,29	9,35
Erro Puro	0,0000	2	0,0000		
Total	0,0148	16			

\*Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar a densidade do leito de partículas, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.5:

$$\rho_b = 0,3963 - 0,0183 m^2 \quad (4.5)$$

Onde  $m$  representa a variável codificada para concentração de maltodextrina.

O valor de  $F_{\text{calculado}}$  da regressão foi superior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. O alto valor do  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste em relação ao  $F_{\text{tabelado}}$  pode ser explicado pelo pequeno valor do erro puro em relação à falta de ajuste, o que indica uma boa repetibilidade da análise.

No entanto, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi 0,2929, indicando que o modelo explicou apenas 29,29% da variação dos dados observados, não podendo ser considerado válido para prever a densidade do leito dos pós em função das variáveis independentes estudadas. Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

Goula e Adamopoulos (2008b) explicam que um aumento na concentração agente carreador pode causar aumento no volume de ar preso no interior das partículas. Partículas atomizadas, que utilizam material de parede, geralmente apresentam bolhas, que podem ocorrer como resultado da dessorção de ar que estava inicialmente presente no líquido de alimentação ou que foi absorvido durante a atomização (KWAPINSKA; ZBICINSKI, 2005). Geralmente um aumento no volume de ar causa diminuição da densidade da partícula, que por sua vez leva à diminuição da densidade do leito (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008b).

O efeito da concentração de agente carreador foi verificado por Kurozawa (2009) na produção de hidrolisado protéico por *spray drying*. A densidade do leito do hidrolisado protéico diminuiu de 0,330 para 0,296 g/ml quando a concentração de maltodextrina aumentou de 10 para 30%. Resultados semelhantes também foram observados por Goula e Adamopoulos (2008b), utilizando polpa de tomate e Abadio et al. (2004), utilizando polpa de abacaxi, na secagem por *spray dryer*, com maltodextrina como carreador.

No entanto, pode ser observado (Tabela 4.12) que o termo quadrático da concentração de maltodextrina foi o único fator que apresentou efeito estatisticamente significativo sobre a resposta avaliada, dentro do intervalo de confiança considerado (90%), o que indica a existência de uma região em torno do ponto central onde a densidade do leito é máxima (ponto de máximo), dentro dos níveis de  $M$  estudados ( $3,3 \leq M \leq 11,7\%$ ).

Este efeito pode ser explicado pelas possíveis microestruturas diferentes dos pós de tomate, em função das diferentes condições de processo utilizadas no planejamento experimental. Segundo Barbosa-Cánovas e Juliano (2005), a densidade do leito considera o volume do material e todos os poros internos e externos da partícula, sendo que estas características são dependentes das condições de secagem aplicadas. Diferentes condições do processo de secagem por atomização resultam em pós com microestruturas diferentes. Sheu e Rosenberg (1998) observaram variações na estrutura superficial de microcápsulas de proteínas do soro e carboidratos, obtidas na secagem por atomização. Foram observadas variações na distribuição de tamanho e, muitas vezes, a formação de dobras na superfície das partículas, o que prejudicou o escoamento dos pós. Também foram observadas a formação de fissuras ou buracos na superfície externa das partículas.

De acordo com Goula e Adamopoulos (2008b), o aumento da temperatura do ar também pode causar a redução da densidade do leito, uma vez que a taxa de evaporação é alta, resultando na formação de partículas maiores e, conseqüentemente, com uma estrutura mais porosa ou fragmentada. O aumento da temperatura do ar de secagem geralmente produz partículas com vacúolos em seu interior, resultando na diminuição da densidade do leito e na densidade da partícula.

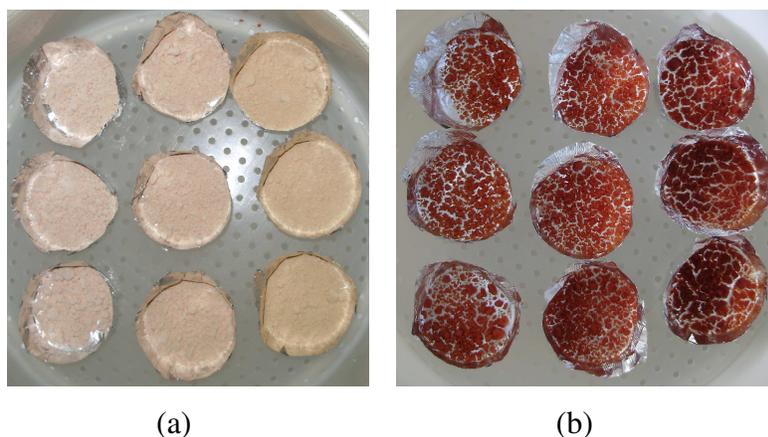
Quando há uma alta taxa de evaporação, há uma rápida formação de uma camada seca superficial, ocorrendo o “puffing” das partículas e a formação de vacúolos em seu interior, resultando na diminuição da densidade (WALTON; MUMFORD, 1999). No entanto, não foi verificado efeito estatisticamente significativo da temperatura do ar de secagem sobre a densidade do leito, o que pode ser devido ao intervalo de temperatura utilizado no planejamento experimental ( $153 \leq T \leq 187$  °C).

#### **4.2.2.5 Higroscopicidade**

A higroscopicidade dos pós de tomate variou de 15,7 a 24,2 g de umidade por 100 g de sólidos do pó. Estes resultados estão próximos dos encontrados por Ruiz-Cabrera et al. (2009) em suco de maracujá em pó, produzido por *spray drying* utilizando lactose e maltodextrina como carreadores. Os autores realizaram 26 ensaios, variando a temperatura do ar de secagem (180-190 °C), a pressão do ar (0,10-0,20 MPa) e a razão lactose:maltodextrina (8:5-12:5) e encontraram valores de higroscopicidade entre 17,4 e 35,4 g/100g, sendo que a maioria dos pós apresentou higroscopicidade entre 20 e 30 g/100 g.

Tonon, Brabet e Hubinger (2008) encontraram valores de higroscopicidade um pouco inferiores para o suco de açaí atomizado, utilizando maltodextrina como agente carreador. No estudo, a higroscopicidade dos pós variou de 12,5 a 15,8 g/100 g, o que pode ser atribuído à maior concentração de maltodextrina utilizada (10 a 30%), visto que a maltodextrina é um material que apresenta baixa higroscopicidade. Moreira et al. (2009), secando polpa de acerola por *spray drying* e utilizando maltodextrina e goma de cajueiro como agentes carreadores, encontraram valores de higroscopicidade bem elevados, variando de 34,7 a 52,3 g/100 g. Neste caso, os altos valores obtidos podem ser devido à exposição dos pós a um ambiente com maior umidade relativa (90%).

Durante a análise de higroscopicidade, foram observadas mudanças nas características físicas dos pós. Após 24 horas, as amostras começaram a formar aglomerados e, após 7 dias, as amostras apresentaram aglomerados sólidos, que ficaram bastante aderidos na cápsula de alumínio, e também bem escuros em relação ao pó original (Figura 4.5).



**Figura 4.5** - Mudanças nas características físicas do pó de tomate mantido a 25 °C e 75,29% de UR. (a) tempo = 0 dias; (b) tempo = 7 dias.

O fenômeno ocorrido no pó de tomate é conhecido como *caking*. De acordo com Aguilera, Del Valle e Karel (1995), o *caking* é um fenômeno danoso no qual um pó totalmente solto e com baixo teor de umidade é transformado em torrões, formando em seguida um aglomerado sólido, e finalmente um material adesivo, resultando em perda de funcionalidade e redução da qualidade do produto.

Diversos autores citam a formação de *caking* em pós obtidos por *spray drying*, submetidos a diferentes condições de umidade relativa (GOULA; ADAMOPOULOS, 2008b; JAYA; DAS, 2004; PAPADAKIS; GARDELI; TZIA, 2006; TONON, 2009). Segundo Downton, Flores-Luna e King (1982), o *caking* de pós produzidos a partir de alimentos com alta concentração de açúcares pode ser atribuído à absorção de umidade. A água é adsorvida na superfície das partículas, formando uma solução saturada e tornando as partículas pegajosas, capazes de formar pontes líquidas. Portanto, o grau de *caking* do pó está intimamente relacionado com sua higroscopicidade.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de *HIG*, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.14. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.14** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *HIG*.

<b>Fatores*</b>	<b>Coeficiente Regressão</b>	<b>Erro Padrão</b>	<b><math>t</math> (7)</b>	<b>Significância Estatística (<math>p</math>)</b>
<b>Média</b>	<b>19,2187</b>	<b>0,4744</b>	<b>40,5138</b>	<b>0,0000</b>
$t$ (L)	-0,2559	0,2228	-1,1489	0,2883
$t$ (Q)	-0,3474	0,2452	-1,4169	0,1994
$v$ (L)	<b>-0,4247</b>	<b>0,2228</b>	<b>-1,9066</b>	<b>0,0983</b>
$v$ (Q)	-0,2789	0,2452	-1,1377	0,2927
$m$ (L)	<b>-1,8836</b>	<b>0,2228</b>	<b>-8,4553</b>	<b>0,0001</b>
$m$ (Q)	0,3071	0,2452	1,2527	0,2506
$t \times v$	0,3692	0,2911	1,2684	0,2452
$t \times m$	<b>-0,7659</b>	<b>0,2911</b>	<b>-2,6314</b>	<b>0,0338</b>
$v \times m$	0,2468	0,2911	0,8479	0,4245

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.15 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *HIG*.

**Tabela 4.15** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *HIG*.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>F<sub>calculado</sub></b>	<b>F<sub>tabelado*</sub></b>
Regressão	55,61	3	18,54	20,78	2,56
Resíduos	11,60	13	0,89		
Falta de Ajuste	11,58	11	1,05	94,08	9,40
Erro Puro	0,02	2	0,01		
Total	67,21	16			

\* Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar a higroscopicidade dos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.6:

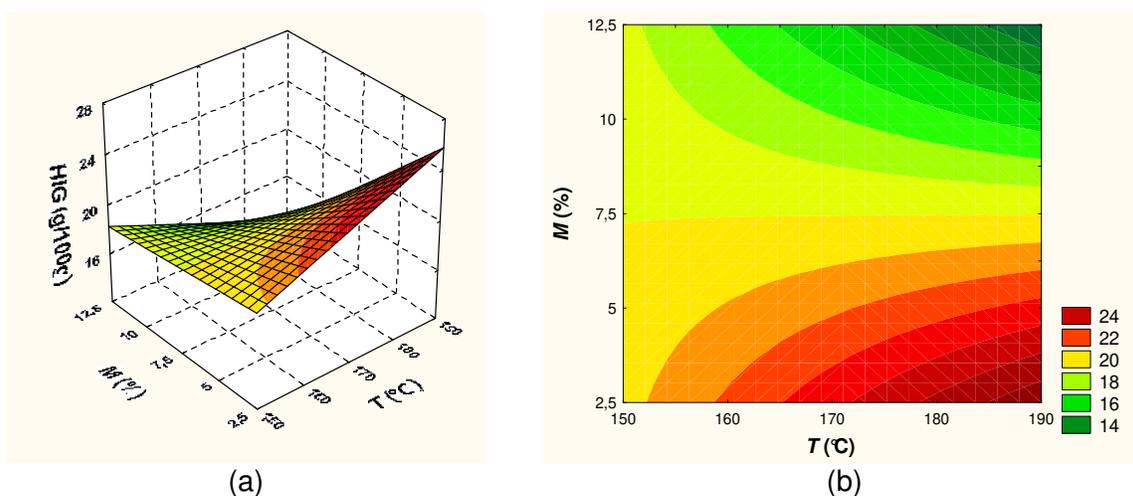
$$HIG = 18,96 - 0,42 v - 1,88 m - 0,77 t m \quad (4.6)$$

Onde:  $t, v$  e  $m$  representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, respectivamente.

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,8274, indicando que o modelo explicou 82,74% da variação dos dados observados. A razão  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  foi 8,12, indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. O alto valor do  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste em relação ao  $F_{\text{tabelado}}$  pode ser explicado pelo pequeno valor do erro puro em relação à falta de ajuste, o que indica uma boa repetibilidade da análise.

Os resultados preditos pelo modelo apresentaram desvios relativos inferiores a 10% em relação aos dados experimentais, confirmando que o modelo pode ser considerado preditivo para a resposta  $HIG$ . Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

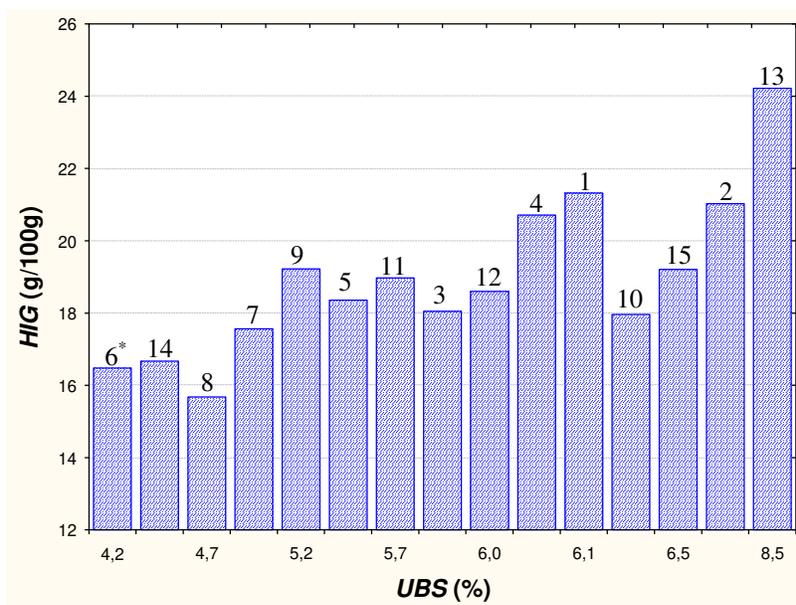
A Figura 4.6 mostra a superfície de resposta (a) e curva de contorno (b), geradas através do modelo para  $HIG$ , para as variáveis  $T$  e  $M$ , considerando  $V$  igual a 0,70 l/h.



**Figura 4.6** - Superfície de resposta (a) e curva de contorno (b) para a resposta  $HIG$ , em função de  $T$  e  $M$  para  $V$  igual a 0,70 l/h.

A concentração de maltodextrina foi o fator que mais influenciou a higroscopicidade do produto. A concentração do agente apresentou um efeito negativo na resposta avaliada, ou seja, maiores concentrações levaram à produção de pós menos higroscópicos. Moreira et al. (2009), Tonon, Brabet e Hubinger (2008) e Ruiz-Cabrera et al. (2009), utilizando diferentes concentrações de maltodextrina na secagem por atomização de polpa de acerola, suco de açaí e suco de maracujá, respectivamente, também observaram o mesmo comportamento em relação ao conteúdo de higroscopicidade: quanto maior a concentração de maltodextrina utilizada, menor foi o conteúdo de higroscopicidade do pó obtido.

De acordo com Goula e Adamopoulos (2003, 2008a), a polpa de tomate é um produto difícil de secar por *spray drying* devido sua à higroscopicidade e comportamento termoplástico. A alta higroscopicidade da polpa de tomate reflete no conteúdo de umidade dos pós. De acordo com as superfícies de resposta para umidade (Figura 4.4) e higroscopicidade (Figura 4.8), é possível observar efeito semelhante da concentração de maltodextrina e da interação entre a temperatura do ar de secagem e concentração do agente carreador sobre as respostas. De maneira geral, as amostras menos higroscópicas levaram a produção de pós com menor conteúdo de umidade final, conforme pode ser observado pela Figura 4.7. A mesma relação foi observada por Moreira et al. (2009), na secagem de polpa de acerola em *spray dryer*, utilizando maltodextrina e goma de cajueiro como carreadores.



**Figura 4.7** - Higroscopicidade e conteúdo de umidade dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray drying* para os ensaios do planejamento experimental\*.

Goula et al. (2008) determinaram as isotermas de adsorção de água do tomate em pó obtido por *spray drying* a diferentes temperaturas (20 a 70 °C) e sem agente carreador. Foi verificado que o ganho de umidade foi superior a 50 g por 100 g de sólidos secos, quando o produto foi submetido a um ambiente com umidade relativa de 75% e temperatura de 25 °C. Por outro lado, as maltodextrinas são compostos que apresentam baixa higroscopicidade. Takeiti (2007) determinou as isotermas de adsorção de umidade da maltodextrina *MOR-REX® 1910* (10DE), submetidas a temperatura de 25 °C e umidade relativa de 75%, e obteve higroscopicidade igual a 16 g por 100 g de sólidos secos.

Goula e Adamopoulos (2008b) verificaram uma redução superior a 50% na higroscopicidade dos pós de tomate contendo diferentes concentrações de maltodextrina (3,5 a 56%), comparado a uma amostra de pó de tomate obtida nas mesmas condições operacionais, isenta de maltodextrina, confirmando sua eficiência como agente carreador, no sentido de diminuir a higroscopicidade dos produtos desidratados em *spray dryer*.

#### **4.2.2.6 Solubilidade**

Pode ser observado na Tabela 4.5 que todos os pós foram bastante solúveis, com resultados variando de 89 a 96%. Estes valores estão de acordo com vários trabalhos encontrados na literatura sobre *spray drying* de sucos de frutas. Moreira et al. (2009), secando polpa de acerola por *spray drying* utilizando maltodextrina e goma de cajueiro como agentes carreadores, encontraram valores de solubilidade bem semelhantes, variando de 90 a 96%.

Dacanal e Menegalli (2009) utilizaram suco de acerola produzido por atomização e maltodextrina DE10 como agente carreador. O suco de acerola em pó apresentou solubilidade de 94%. Cano-Chauca et al. (2005), em seu trabalho sobre secagem por atomização de suco de manga, também observaram valores de solubilidade em torno de 95% para os pós produzidos com maltodextrina e goma arábica. Oliveira (2008) secou suco de caju por *spray drying* adicionado de maltodextrina 10DE e goma de cajueiro como agentes carreadores e obteve valores de solubilidade variando de 91 a 96%.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de *SOL*, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.16. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.16** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *SOL*.

Fatores*	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	$t$ (7)	Significância Estatística ( $p$ )
<b>Média</b>	<b>95,6710</b>	<b>1,0846</b>	<b>88,2079</b>	<b>0,0000</b>
$t$ (L)	-0,8007	0,5093	-1,5720	0,1600
<b><math>t</math> (Q)</b>	<b>-1,2921</b>	<b>0,5606</b>	<b>-2,3048</b>	<b>0,0546</b>
$v$ (L)	-0,1705	0,5093	-0,3347	0,7477
<b><math>v</math> (Q)</b>	<b>-1,8751</b>	<b>0,5606</b>	<b>-3,3449</b>	<b>0,0123</b>
$m$ (L)	0,4585	0,5093	0,9002	0,3979
$m$ (Q)	-0,7118	0,5606	-1,2697	0,2448
$t \times v$	0,0083	0,6655	0,0125	0,9904
$t \times m$	0,2357	0,6655	0,3541	0,7337
$v \times m$	0,2428	0,6655	0,3648	0,7260

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.17 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *SOL*.

**Tabela 4.17** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *SOL*.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	$F_{\text{calculado}}$	$F_{\text{tabelado}}^*$
Regressão	40,66	2	20,33	6,55	2,73
Resíduos	43,45	14	3,10		
Falta de Ajuste	41,94	12	3,49	4,61	9,41
Erro Puro	1,52	2	0,76		
Total	84,11	16			

\*Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar a solubilidade dos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.7:

$$SOL = 94,76 - 1,08 t^2 - 1,66 v^2 \quad (4.7)$$

Onde:  $t$  e  $v$  representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem e vazão de alimentação, respectivamente.

O valor de  $F_{\text{calculado}}$  da regressão foi superior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança, e falta de ajuste não significativa no mesmo nível ( $F_{\text{calculado}}$  inferior ao  $F_{\text{tabelado}}$ ). No entanto, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi 0,4834, indicando que o modelo explicou apenas 48,34% da variação dos dados observados, não podendo ser considerado válido para prever a solubilidade dos pós em função das variáveis independentes estudadas. Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

A vazão de alimentação foi a variável que apresentou maior efeito estatisticamente significativo sobre a resposta avaliada (termo quadrático), seguida pelo termo quadrático da temperatura do ar de secagem (Tabela 4.16). Isto indica a existência de uma região em torno do ponto central de  $T$  e  $V$  onde a solubilidade do pó é máxima (ponto de máximo), dentro dos limites de  $T$  e  $V$  estudados ( $153 \leq T \leq 187$  °C e  $0,54 \leq V \leq 0,86$  l/h).

A concentração de maltodextrina não apresentou efeito estatisticamente significativo sobre a solubilidade do pó de tomate. Isto pode ser atribuído a faixa de concentração estudada (3 a 12%), pois no caso de Moreira et al. (2009) a alta proporção de agente carreador tendeu ligeiramente a diminuir a solubilidade da polpa de acerola em pó, produzido por *spray drying*, o que também foi verificado por Abadio et al. (2004) e Cano-Chauca et al. (2005).

Goula, Adamopoulos e Kazakis (2004) verificaram uma diminuição na solubilidade do tomate em pó obtido por *spray dryer*, quando utilizadas temperaturas elevadas de secagem. De acordo com os autores, temperaturas muito altas podem resultar em maior desnaturação das proteínas, afetando a solubilidade do produto.

As maiores solubilidades obtidas nos ensaios do ponto central (ensaios 15, 16 e 17) podem estar associadas à densidade do leito de partículas, pois nas mesmas condições de secagem foram obtidos os maiores valores de densidade do leito. O que, por sua vez, pode estar relacionado à microestrutura das partículas de pó de tomate, conforme discutido anteriormente no item 4.2.2.4.

#### **4.2.2.7 Tempo de Instantaneização**

O tempo de instantaneização (ou molhabilidade) dos pós de tomate variou de 6 a 12,6 minutos, sendo que, em geral, os menores tempos foram obtidos nos pós com menores concentrações de maltodextrina. Estes resultados estão de acordo com Tonon (2009), produzindo suco de açaí por atomização, utilizando maltodextrina 10DE e 20DE, que obteve pós com tempo de instantaneização de 8,6 e 6,2 minutos, respectivamente.

Por outro lado, Jinapong, Suphantharika e Jammong (2008), estudando a produção de leite de soja por *spray drying*, obtiveram pós com tempo de instantaneização bem menores, variando de 1 a 5 minutos. Neste caso, não foi utilizado nenhum agente carreador durante a secagem. Como a molhabilidade pode ser caracterizada pela susceptibilidade das partículas em serem penetradas pela água, ela está relacionada tanto à composição química do alimento, quanto aos fatores físicos, especialmente tamanho e forma das partículas e temperatura da água de reconstituição (TONON, 2009).

Todas as amostras apresentaram a formação de grumos quando em contato com a água, o que resultou em tempos de instantaneização relativamente longos. A baixa molhabilidade dos pós muito finos se deve à sua elevada tensão superficial e à camada viscosa formada na superfície do líquido que impede o fluxo por capilaridade entre os poros intergranulares (SCHUBERT, 1993).

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de *TIN*, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.18. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.18** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *TIN*.

<b>Fatores</b>	<b>Coeficiente Regressão</b>	<b>Erro Padrão</b>	<b><math>t</math> (7)</b>	<b>Significância Estatística (<math>p</math>)</b>
<b>Média</b>	<b>7,3993</b>	<b>0,7654</b>	<b>9,6670</b>	<b>0,0000</b>
<b><math>t</math> (L)</b>	<b>0,7166</b>	<b>0,3594</b>	<b>1,9937</b>	<b>0,0864</b>
<b><math>t</math> (Q)</b>	<b>1,0202</b>	<b>0,3956</b>	<b>2,5788</b>	<b>0,0365</b>
$v$ (L)	0,6651	0,3594	1,8504	0,1067
$v$ (Q)	0,3310	0,3956	0,8366	0,4304
<b><math>m</math> (L)</b>	<b>1,1876</b>	<b>0,3594</b>	<b>3,3039</b>	<b>0,0131</b>
<b><math>m</math> (Q)</b>	<b>1,2254</b>	<b>0,3956</b>	<b>3,0975</b>	<b>0,0174</b>
<b><math>t \times v</math></b>	<b>-1,2356</b>	<b>0,4696</b>	<b>-2,6310</b>	<b>0,0339</b>
$t \times m$	0,2506	0,4696	0,5336	0,6101
<b><math>v \times m</math></b>	<b>0,9712</b>	<b>0,4696</b>	<b>2,0679</b>	<b>0,0775</b>

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.19 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *TIN*.

**Tabela 4.19** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *TIN*.

<b>Fonte de Variação</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>	<b>F<sub>calculado</sub></b>	<b>F<sub>tabelado*</sub></b>
Regressão	67,51	6	11,25	5,59	2,46
Resíduos	20,13	10	2,01		
Falta de Ajuste	20,07	8	2,51	77,41	9,37
Erro Puro	0,06	2	0,03		
Total	87,64	16			

\* Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar o tempo de instantaneização dos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.8:

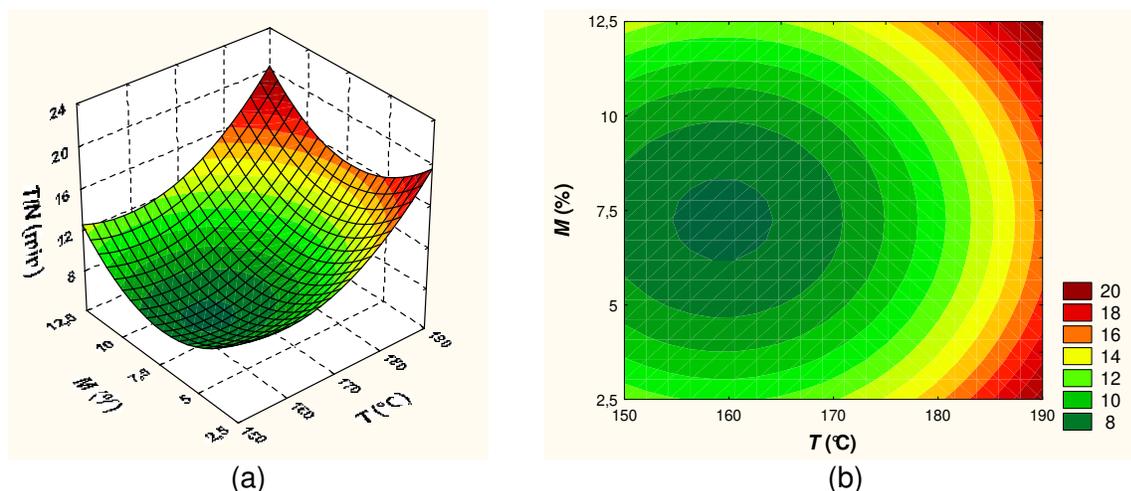
$$TIN = 7,82 + 0,72 t + 0,92 t^2 + 1,19 m + 1,13 m^2 - 1,24 t v + 0,97 v m \quad (4.8)$$

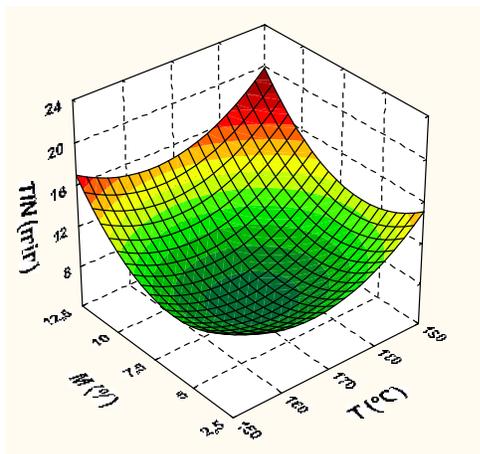
Onde:  $t$ ,  $v$  e  $m$  representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, respectivamente.

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,7703, indicando que o modelo explicou 77,03% da variação dos dados observados. O valor de  $F_{\text{calculado}}$  da regressão foi superior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. O alto valor do  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste em relação ao  $F_{\text{tabelado}}$  pode ser explicado pelo pequeno valor do erro puro em relação à falta de ajuste, o que indica uma boa repetibilidade da análise.

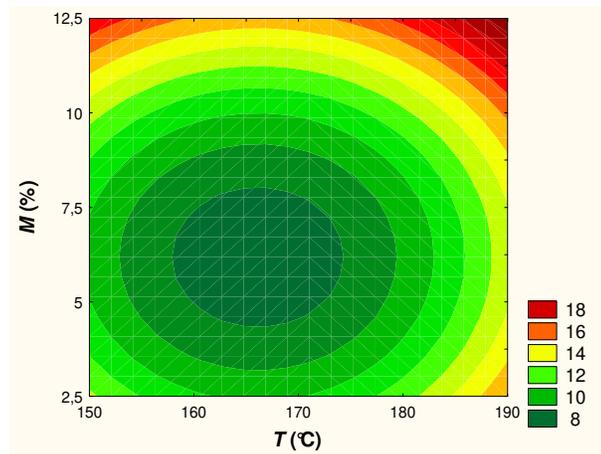
Os resultados preditos pelo modelo apresentaram desvios relativos inferiores a 20% (com exceção dos ensaios 1 e 5, com desvios de 29% e 23%, respectivamente) em relação aos dados experimentais, confirmando que o modelo pode ser considerado preditivo para a resposta  $TIN$ . Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

A Figura 4.8 mostra as superfícies de resposta e curvas de contorno, geradas através do modelo proposto para  $TIN$ , para as variáveis  $T$  e  $M$ , considerando  $V$  igual a: 0,62 l/h (a) e (b), 0,70 l/h (c) e (d) e 0,78 l/h (e) e (f).

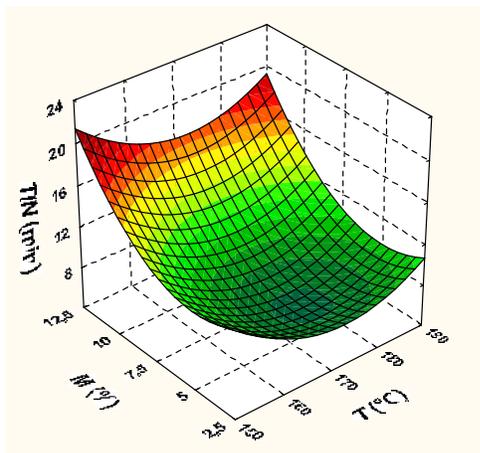




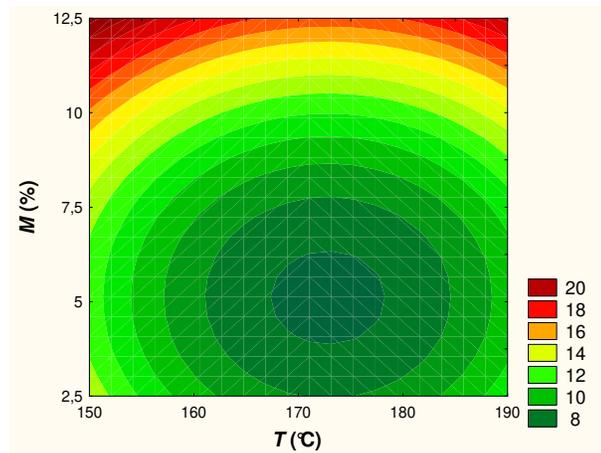
(c)



(d)



(e)



(f)

**Figura 4.8** - Superfícies de resposta e curvas de contorno para  $TIN$ , em função de  $T$  e  $M$ . (a) e (b)  $V$ : 0,62 l/h; (c) e (d)  $V$ : 0,70 l/h; (e) e (f)  $V$ : 0,78 l/h.

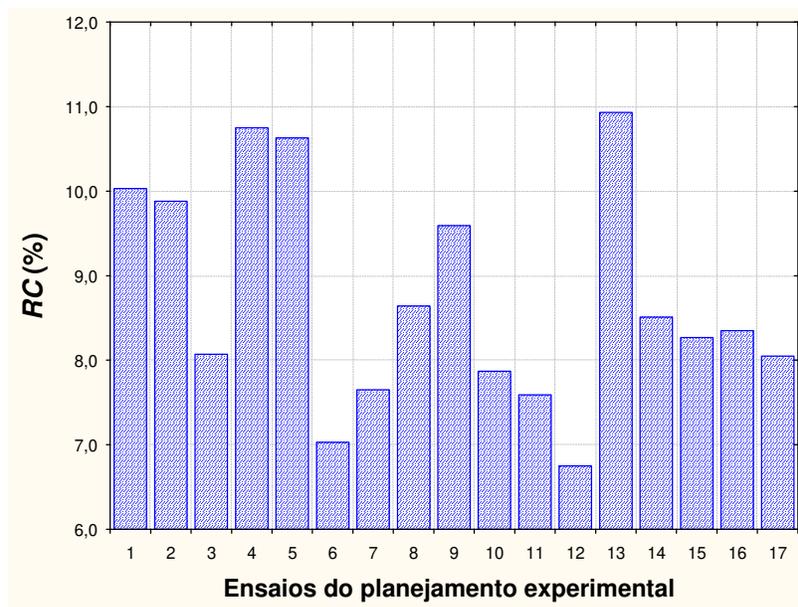
De acordo com a Tabela 4.18, observa-se que todas as variáveis ( $T$ ,  $V$  e  $M$ ) apresentaram efeito significativo sobre o tempo de instantaneização dos pós de tomate. A interação entre  $T$  e  $V$  e o termo quadrático de  $M$  foram os fatores com maior efeito significativo, ao nível de 90% de confiança. A vazão de alimentação não apresentou efeito quando avaliada independentemente, porém sua interação com as outras variáveis mostrou efeito estatisticamente significativo. O efeito destas interações pode ser claramente visualizado na Figura 4.8. Para maiores  $V$ , menores  $M$  e maiores  $T$  são requeridas para a obtenção de pós com menores tempos de instantaneização.

Chegini e Ghobadian (2005) avaliaram o efeito das condições operacionais da secagem por atomização nas propriedades do suco de laranja em pó e verificaram que o aumento na temperatura do ar de secagem resultou no aumento do tempo de instantaneização. De acordo com os autores, isto pode ser explicado devido ao menor conteúdo de umidade do pó, quando temperaturas mais altas de secagem são utilizadas. Bhandari et al. (1993) também mostraram que a propriedade de molhamento dos pós de frutas obtidos em temperaturas de secagem menores é melhor do que os obtidos em temperaturas mais elevadas.

De acordo com Schubert (1993), a dispersão de um pó seco em um líquido é conduzida em quatro etapas: penetração do líquido para o interior da estrutura porosa devido à capilaridade (molhabilidade), imersão das partículas ou porções do pó dentro do líquido (imersibilidade), dispersão das partículas no líquido (dispersibilidade) e dissolução, caso as partículas sejam solúveis (solubilidade). As propriedades associadas a estas quatro etapas são denominadas propriedades de instantaneização. Segundo o autor, para um pó com boas propriedades de instantaneidade, estes passos devem ocorrer em poucos segundos. Dessa forma, pode-se dizer que as partículas do pó de tomate apresentaram um tempo de molhamento muito alto, o que representa um aspecto negativo em relação à instantaneidade do produto, ou seja, o pó obtido na secagem por atomização da polpa de tomate não pode ser considerado um produto instantâneo.

#### **4.2.2.8 Retenção de Carotenóides**

Os valores de retenção de licopeno (*RC*) variaram entre 6,8 e 10,9% (Figura 4.9), sendo que a maior retenção foi obtida no ensaio de número 13, condição de menor concentração de maltodextrina. Rocha (2009) estudou a produção e caracterização de microcápsulas de licopeno obtidas por *spray drying*. O autor utilizou amido modificado como agente encapsulante e uma dispersão de licopeno em óleo (10% de licopeno) como material ativo e verificou que os valores de retenção de licopeno variaram entre 21 e 29%, sendo observada, ainda, uma influência inversamente proporcional da quantidade de recheio utilizada no valor de retenção do composto antioxidante.



**Figura 4.9** - Retenção de carotenóides obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

O licopeno é um composto facilmente oxidado quando exposto à alta temperatura e um dos motivos da baixa eficiência encontrada pode estar relacionado às altas temperaturas do ar de entrada utilizada no *spray dryer*. Shu et al. (2006) afirmam que a alta temperatura do ar de entrada pode quebrar o equilíbrio entre a taxa de evaporação e a de formação da partícula, reduzindo a retenção do licopeno.

Shu et al. (2006) microencapsularam licopeno em gelatina e sacarose por atomização em *spray dryer*. Foram utilizadas amostras de licopeno com pureza de 6%, 30%, 52%, 75% e 90%. Foi verificado que a retenção de licopeno foi muito baixa, 12 e 32%, quando foi utilizado licopeno com 6 e 30% de pureza, respectivamente. O uso de licopeno com maior pureza levou a um aumento significativo da retenção do composto (80% em média). Segundo os mesmos autores, as substâncias ativas como ácidos graxos livres, material insaponificável, etc., que estavam presentes em maior quantidade na dispersão de licopeno com menor grau de pureza poderiam interagir com a gelatina e a sacarose, dificultando a efetiva formação do sistema de parede, levando à baixa eficiência de encapsulação. Assim, o licopeno que não foi encapsulado pode ter sido facilmente destruído quando exposto as altas temperaturas do *spray dryer*, levando a uma baixa retenção do composto durante o processo de secagem.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de *RC*, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.20. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.20** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente *t* e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para *RC*.

Fatores	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	<i>t</i> (7)	Significância Estatística ( <i>p</i> )
<b>Média</b>	<b>8,1909</b>	<b>0,3236</b>	<b>25,3105</b>	<b>0,0000</b>
<i>t</i> (L)	-0,2183	0,1520	-1,4361	0,1941
<i>t</i> (Q)	0,2959	0,1673	1,7693	0,1202
<i>v</i> (L)	-0,2843	0,1520	-1,8704	0,1036
<i>v</i> (Q)	-0,2560	0,1673	-1,5306	0,1697
<b><i>m</i> (L)</b>	<b>-0,6486</b>	<b>0,1520</b>	<b>-4,2677</b>	<b>0,0037</b>
<b><i>m</i> (Q)</b>	<b>0,6442</b>	<b>0,1673</b>	<b>3,8515</b>	<b>0,0063</b>
<b><i>t</i> x <i>v</i></b>	<b>0,9272</b>	<b>0,1986</b>	<b>4,6695</b>	<b>0,0023</b>
<b><i>t</i> x <i>m</i></b>	<b>-0,6436</b>	<b>0,1986</b>	<b>-3,2415</b>	<b>0,0142</b>
<i>v</i> x <i>m</i>	-0,0346	0,1986	-0,1740	0,8668

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.21 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta *RC*.

**Tabela 4.21** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para *RC*.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado*</sub>
Regressão	21,19	4	5,30	9,91	2,48
Resíduos	6,42	12	0,53		
Falta de Ajuste	6,37	10	0,64	26,66	9,39
Erro Puro	0,05	2	0,02		
Total	27,61	16			

\*Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

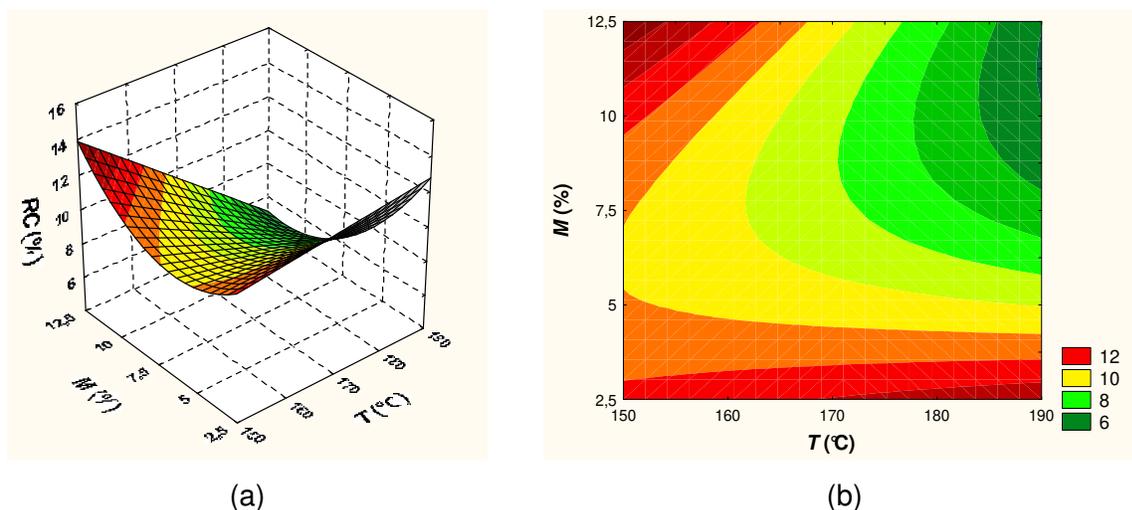
O modelo codificado proposto para representar a retenção de carotenóides nos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.9:

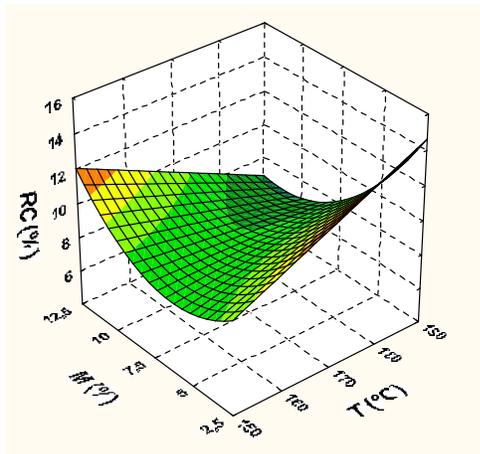
$$RC = 8,23 - 0,65 m + 0,64 m^2 + 0,93 t v - 0,64 t m \quad (4.9)$$

Onde:  $t$ ,  $v$  e  $m$  representam as variáveis codificadas para temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, respectivamente.

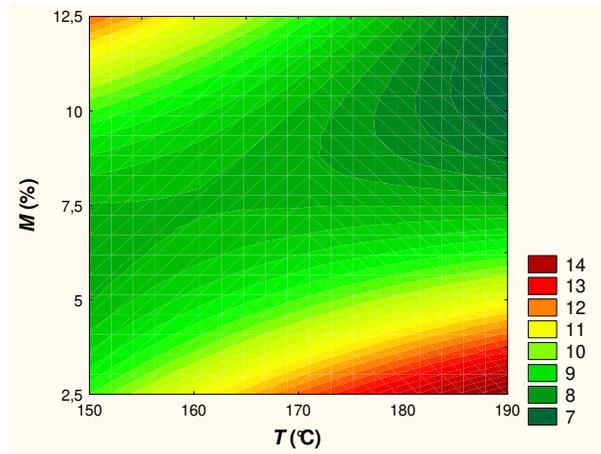
O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,7676, indicando que o modelo explicou 76,76% da variação dos dados observados. A razão  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  foi 4,0, indicando que o modelo apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. O maior valor do  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste em relação ao  $F_{\text{tabelado}}$  pode ser explicado pelo pequeno valor do erro puro em relação à falta de ajuste, o que indica uma boa repetibilidade da análise. Os resultados preditos pelo modelo apresentaram desvios relativos inferiores a 10% (com exceção dos ensaios 9 e 12 com desvios de 14,2 e 21,9%, respectivamente) em relação aos dados experimentais, confirmando que o modelo pode ser considerado preditivo para a resposta  $RC$ . Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

A Figura 4.10 mostra as superfícies de resposta e curvas de contorno, geradas através do modelo proposto para  $RC$ , para as variáveis  $T$  e  $M$ , considerando  $V$  igual a: 0,62 l/h (a) e (b), 0,70 l/h (c) e (d) e 0,78 l/h (e) e (f).

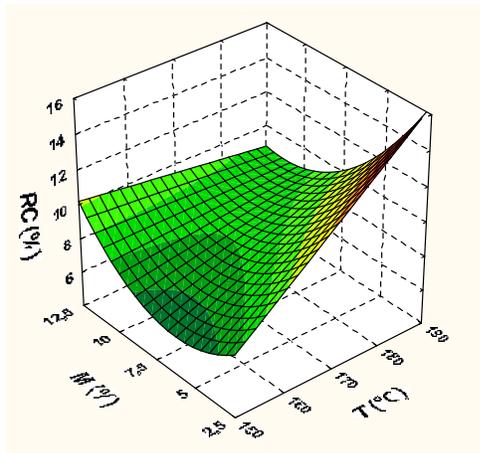




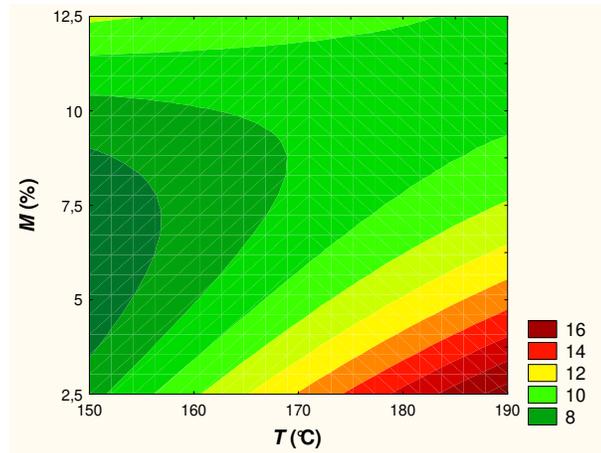
(c)



(d)



(e)



(f)

**Figura 4.10** - Superfícies de resposta e curvas de contorno para  $RC$ , em função de  $T$  e  $M$ . (a) e (b)  $V$ : 0,62 l/h; (c) e (d)  $V$ : 0,70 l/h; (e) e (f)  $V$ : 0,78 l/h.

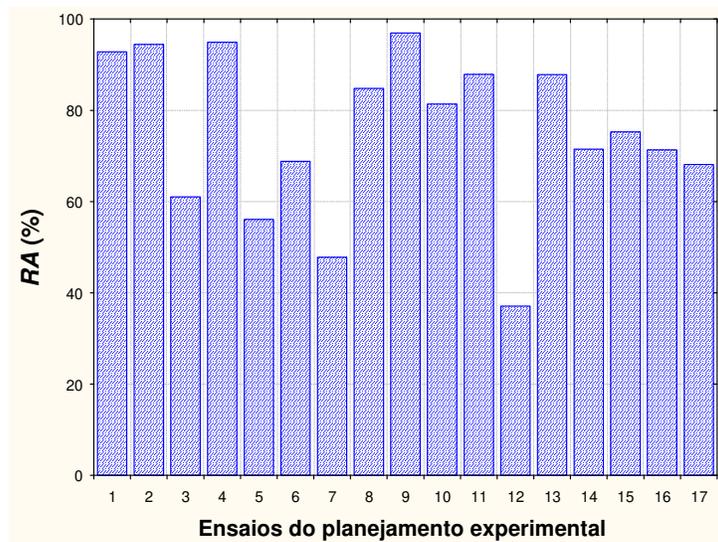
Conforme mostrado na Tabela 4.20, todas as variáveis independentes mostraram efeito significativo sobre a retenção de licopeno. A temperatura do ar e a vazão de alimentação não apresentaram efeito estatisticamente significativo quando avaliadas independentemente, porém a interação entre elas e a interação entre temperatura do ar e concentração de maltodextrina mostraram efeito significativo ( $p \leq 0,10$ ), dentro dos níveis de estudo. É possível verificar o efeito destas interações pelas superfícies de resposta e curvas de contorno, apresentadas na Figura 4.10. Para uma determinada concentração de maltodextrina, o efeito da temperatura do ar de secagem sobre a retenção de licopeno varia quando a vazão de alimentação varia.

De acordo com Shi e Le Maguer (2000), as principais causas de degradação do licopeno são sua isomerização e sua oxidação, sendo estas influenciadas pelas condições ambientais como ar, luz e temperatura. O licopeno presente em alimentos submetidos a processamentos térmicos sofre isomerização, passando da forma *trans* para a forma *cis*, menos colorida, sendo que a quantidade de isômeros *cis* aumenta com o aumento da temperatura e do tempo de processo.

Goula e Adamopoulos (2005c) estudaram o efeito das condições de secagem em *spray drying* na degradação de licopeno da polpa de tomate. Os autores verificaram que maiores perdas ocorreram quando foram utilizadas maiores temperaturas do ar de secagem. No entanto, os autores avaliaram temperaturas de secagem menores (110 a 140 °C), o que pode explicar a elevada retenção de licopeno que foi obtida (80-90%), além de não terem utilizado agente carreador. Além disso, os autores sugerem que a diminuição do conteúdo de licopeno durante a secagem da polpa de tomate em *spray drying* é devido a uma degradação real do licopeno, ao invés de uma progressiva conversão do isômero *trans* para a forma menos colorida, o isômero *cis*.

#### 4.2.2.9 Retenção de Ácido Ascórbico

A Figura 4.11 exibe a retenção de ácido ascórbico (*RA*) no pó de tomate resultante de cada secagem do planejamento experimental.



**Figura 4.11** - Retenção de ácido ascórbico obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

Os valores de retenção de ácido ascórbico variaram entre 38 a 96%. A menor retenção foi obtida no ensaio de número 12, condição de maior vazão de alimentação e a maior retenção foi obtida no ensaio de número 9, condição de menor temperatura do ar de secagem.

Righetto (2003) estudou a produção e caracterização de suco de acerola verde microencapsulado por atomização, utilizando maltodextrina 20DE e goma arábica como agentes encapsulantes. Foi observada uma retenção média de 78% de ácido ascórbico no suco de acerola microencapsulado. No mesmo estudo, ácido ascórbico sintético, microencapsulado nas mesmas condições do suco de acerola, apresentou retenção média de ácido de 69%. Ruiz-Cabrera et al. (2009), trabalhando com *spray drying* de suco de maracujá, utilizando diferentes concentrações de maltodextrina e lactose como agentes carreadores, verificaram retenção de 39 a 57% do conteúdo de ácido ascórbico.

Sahlin, Savage e Lister (2004) investigaram as propriedades antioxidantes de tomates após diferentes condições de processamento. Os frutos inteiros, de duas cultivares (Aranca e Excell), foram submetidos a três tratamentos: fervura (100 °C durante 10 minutos), assamento (200 °C durante 18 minutos) e fritura (110 °C durante 4 minutos). A retenção de ácido ascórbico foi de 76% nos tomates fervidos, 92 e 53% nos tomates assados e 57 e 40% nos tomates fritos das cultivares Aranca e Excell, respectivamente. Estes resultados indicam que não só fatores externos influenciam na retenção de ácido ascórbico, mas também a variedade e as condições de cultivo dos frutos.

Os resultados da análise estatística aplicados aos dados experimentais de RA, obtidos na secagem da polpa de tomate, são apresentados na Tabela 4.22. Os coeficientes de regressão em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

**Tabela 4.22** - Coeficientes de regressão, erro padrão, coeficiente  $t$  e grau de significância estatística, para cada fator do modelo codificado para RA.

Fatores	Coeficiente Regressão	Erro Padrão	$t$ (7)	Significância Estatística ( $p$ )
<b>Média</b>	<b>71,7331</b>	<b>8,2300</b>	<b>8,7160</b>	<b>0,0001</b>
$t$ (L)	4,3340	3,8649	1,1214	0,2991
$t$ (Q)	5,6979	4,2539	1,3395	0,2223
$v$ (L)	<b>-7,9834</b>	<b>3,8649</b>	<b>-2,0656</b>	<b>0,0777</b>
$v$ (Q)	-3,7294	4,2539	-0,8767	0,4097
<b><math>m</math> (L)</b>	<b>-8,2849</b>	<b>3,8649</b>	<b>-2,1436</b>	<b>0,0693</b>
$m$ (Q)	2,3352	4,2539	0,5490	0,6001
$t \times v$	7,0662	5,0497	1,3993	0,2044
$t \times m$	1,7770	5,0497	0,3519	0,7353
$v \times m$	4,8614	5,0497	0,9627	0,3678

\* Os termos em negrito são significativos a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ).

Eliminando os fatores não-significativos do modelo, verificou-se a significância da regressão e da falta de ajuste em relação a 90% de confiança ( $p \leq 0,10$ ), através do teste F, na análise de variância (ANOVA). A Tabela 4.23 apresenta os valores da ANOVA para o modelo ajustado para a resposta RA.

**Tabela 4.23** - Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para RA.

Fonte de Variação	SQ	GL	QM	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado*</sub>
Regressão	1807,81	2	903,91	4,12	2,73
Resíduos	3072,48	14	219,46		
Falta de Ajuste	3046,74	12	253,90	19,73	9,41
Erro Puro	25,74	2	12,87		
Total	4880,30	16			

\* Valores tabelados de F a  $p \leq 0,10$ .

SQ = soma de quadrados, GL = graus de liberdade, QM = quadrado médio

O modelo codificado proposto para representar a retenção de ácido ascórbico nos pós, resultantes do processo de secagem da polpa de tomate, dentro dos limites de  $T$ ,  $V$  e  $M$  estudados, é descrito pela Equação 4.10:

$$RA = 75,19 - 7,98 v - 8,28 m \quad (4.10)$$

Onde:  $v$  e  $m$  representam as variáveis codificadas para vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, respectivamente.

O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi de 0,3704, mostrando que o modelo explicou apenas 37,04% da variação dos dados observados. No  $F_{\text{calculado}}/F_{\text{tabelado}}$  foi muito pequena (1,51), indicando que o modelo obtido não apresentou regressão significativa ao nível de 90% de confiança, não podendo ser considerado preditivo para a resposta  $RA$ .

O valor de  $F_{\text{calculado}}$  da regressão foi superior ao valor de  $F_{\text{tabelado}}$ , porém o valor de  $F_{\text{calculado}}$  da falta de ajuste foi superior ao  $F_{\text{tabelado}}$ , indicando que o modelo não apresentou regressão significativa, ao nível de 90% de confiança. Além disso, o coeficiente de determinação ( $R^2$ ) para o modelo ajustado foi 0,3704, indicando que o modelo explicou apenas 37,04% da variação dos dados observados, não podendo ser considerado válido para prever a  $RA$  dos pós em função das variáveis independentes estudadas. Os resultados preditos pelo modelo apresentaram desvios de até 67% em relação aos dados obtidos experimentalmente, confirmando o mau ajuste do mesmo aos dados experimentais. Os desvios (absoluto e relativo), bem como o gráfico que representa os valores experimentais *versus* os valores preditos encontram-se no Apêndice B.

A vazão de alimentação e a concentração de maltodextrina foram os fatores que influenciaram significativamente a retenção de ácido ascórbico. Nos dois casos o efeito das variáveis foi negativo, ou seja, menores valores de  $V$  e  $M$  levaram à produção de pós com maior retenção do ácido.

Embora a perda de ácido ascórbico em processos de secagem seja afetada principalmente pelas altas temperaturas, a temperatura do ar de secagem não apresentou efeito estatisticamente significativo, nem sua interação com as outras variáveis ( $p \leq 0,10$ ), dentro da faixa utilizada neste estudo (153-187 °C). Este comportamento poderia ser explicado pelo curto tempo de residência do produto no interior da câmara de secagem, isto é, pelo pequeno tempo de contato entre o produto que está sendo seco e a alta temperatura do ar de secagem, resultando em baixa degradação do ácido ascórbico.

Ruiz-Cabrera et al. (2009) avaliaram o efeito de condições operacionais da secagem em *spray drying* na retenção de ácido ascórbico do suco de maracujá. Foram avaliadas: a temperatura do ar de secagem (180-190 °C), a pressão do ar (0,10-0,20 MPa) e a razão lactose:maltodextrina (8:5-12:5). Os autores verificaram que a retenção de ácido ascórbico foi afetada pela concentração de agente carreador, pela pressão do ar e pelas interações entre temperatura e pressão do ar e entre pressão do ar e concentração de agente carreador. A retenção de ácido ascórbico foi maior quando foi utilizada menor temperatura, maior pressão do ar e razão de lactose-maltodextrina de 10:5%. Goula e Adamopoulos (2006) estudaram a taxa de degradação de ácido ascórbico durante o processo de secagem de metades de tomate em secador de bandejas (80-110 °C) e de polpa de tomate em *spray dryer* (110-130 °C). Foi observado que a reação de degradação é dependente, não só da temperatura, mas também do conteúdo de umidade do produto.

#### 4.2.2.10 Cor

A imagem dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray drying* está apresentada na Figura 4.12.





**Figura 4.12** - Imagem dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*, de acordo com os ensaios do planejamento experimental\*.

Os parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ , bem como as coordenadas cilíndricas cromática ( $C^*$ ) e o ângulo de tom ( $h^\circ$ ) dos pós, estão apresentados na Tabela 4.24. Os resultados representam a média de três determinações, com seu respectivo desvio padrão.

Pode ser observado na Figura 4.12 que, em geral, todas as amostras apresentaram cor pouco intensa, o que já era esperado em função da baixa retenção do conteúdo de licopeno, o carotenóide responsável pela cor vermelha do tomate. Os pós apresentaram tonalidades variando entre rosado e bege, o que está de acordo com o parâmetro  $h^\circ$  (tom), mostrado na Tabela 30, onde os pós apresentaram valores de  $h^\circ$  entre 38 e 56, pois valor de  $h^\circ$  igual a 0 (zero) indica tonalidade vermelha e valor de  $h^\circ$  igual a 90 indica tonalidade amarela.

O parâmetro  $C^*$ , que indica a saturação ou pureza da cor, apresentou valores entre 16,4 e 22,8. Uma cor é tanto mais saturada quanto menos quantidade de branco ou preto tiver. Assim é possível dizer que os pós apresentaram cor pouco saturada e, neste caso, com maior quantidade de branco, que pode ser atribuído a presença da maltodextrina no pó. Já os valores do parâmetro  $L^*$  foram elevados, variando entre 64,2 e 69,5, com exceção da amostra resultante do ensaio 4, que apresentou luminosidade bem menor (54,5). O parâmetro  $L^*$  está associado ao brilho da amostra, sendo que valor de  $L^*$  igual a 0 indica preto e  $L^*$  igual a 100 indica branco.

**Tabela 4.24** - Parâmetros de cor dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

Ensaio	$L^*$	$a^*$	$b^*$	$C^*$	$h^\circ$
1	65,40±1,19 <sup>a,f</sup>	12,75±3,19 <sup>a,c,d</sup>	15,75±3,45 <sup>a,b</sup>	20,26±4,69 <sup>a,b</sup>	51,15±0,93 <sup>a,b</sup>
2	65,80±0,18 <sup>a,f</sup>	12,89±0,19 <sup>a,c,d</sup>	17,58±0,41 <sup>b,f,h</sup>	21,80±0,33 <sup>b</sup>	53,74±0,78 <sup>a,c</sup>
3	67,70±0,08 <sup>b,e</sup>	12,07±0,11 <sup>a,b,c,d</sup>	13,06±0,61 <sup>a,c</sup>	17,79±0,38 <sup>a,c</sup>	47,24±1,56 <sup>d,f</sup>
4	54,52±0,18 <sup>c</sup>	10,11±0,02 <sup>b</sup>	13,23±0,06 <sup>a,c</sup>	16,65±0,06 <sup>a,c</sup>	52,62±0,06 <sup>a,e</sup>
5	69,54±0,15 <sup>d</sup>	10,74±0,22 <sup>a,b</sup>	11,60±0,32 <sup>c,d</sup>	15,81±0,33 <sup>c</sup>	47,18±0,76 <sup>d,f</sup>
6	68,67±0,05 <sup>b,d</sup>	10,73±0,02 <sup>a,b</sup>	13,02±0,13 <sup>a,c,d</sup>	16,87±0,10 <sup>a,c</sup>	50,50±0,30 <sup>b,c,i</sup>
7	67,55±0,22 <sup>e</sup>	11,46±0,37 <sup>a,b,c</sup>	11,73±0,26 <sup>c,d</sup>	16,40±0,44 <sup>c</sup>	45,66±0,33 <sup>f</sup>
8	65,96±0,20 <sup>a,f</sup>	10,67±0,34 <sup>a,b</sup>	12,23±0,32 <sup>c,d</sup>	16,23±0,40 <sup>c</sup>	48,90±0,83 <sup>b,d,g</sup>
9	68,37±0,51 <sup>b,e</sup>	11,09±0,41 <sup>a,b,c</sup>	13,39±0,06 <sup>a,d,e</sup>	17,39±0,31 <sup>a,c</sup>	50,39±0,92 <sup>b,e</sup>
10	66,28±0,16 <sup>f</sup>	10,68±0,40 <sup>a,b</sup>	13,53±0,25 <sup>a,d,e</sup>	17,24±0,44 <sup>a,c</sup>	51,72±0,53 <sup>a,e,g</sup>
11	68,20±0,45 <sup>b,e</sup>	11,74±0,35 <sup>a,b,c</sup>	15,17±0,56 <sup>a,f,g</sup>	19,18±0,62 <sup>a,b,c</sup>	52,24±0,67 <sup>a,e</sup>
12	68,09±0,06 <sup>b,e</sup>	11,94±0,49 <sup>a,b,c,d</sup>	12,25±0,45 <sup>c,d,e</sup>	17,11±0,67 <sup>a,c</sup>	45,74±0,15 <sup>f</sup>
13	65,22±0,06 <sup>a,f,g</sup>	12,70±0,14 <sup>a,c,d</sup>	18,88±0,06 <sup>h</sup>	22,75±0,07 <sup>b</sup>	56,08±0,34 <sup>c</sup>
14	68,15±0,17 <sup>b,e</sup>	13,29±0,16 <sup>c,e,f</sup>	10,55±0,02 <sup>c</sup>	16,97±0,13 <sup>a,c</sup>	38,34±0,33 <sup>h</sup>
15	68,20±0,23 <sup>b,e</sup>	11,11±0,11 <sup>a,b,e</sup>	12,40±1,10 <sup>c,e,g</sup>	16,66±0,74 <sup>a,c</sup>	48,07±2,84 <sup>d,f,i</sup>
16	64,20±0,07 <sup>g</sup>	14,42±0,42 <sup>d,f</sup>	12,56±0,21 <sup>c,e,g</sup>	19,12±0,43 <sup>a,b,c</sup>	41,05±0,50 <sup>h</sup>
17	64,97±0,31 <sup>a,g</sup>	10,85±0,55 <sup>a,b,e</sup>	13,40±0,32 <sup>a,d,g</sup>	17,24±0,58 <sup>a,c</sup>	51,01±0,83 <sup>a,e,g,i</sup>

Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ( $p \leq 0,05$ ).

Além disso, foi observado que as amostras com menor quantidade de maltodextrina mostraram tonalidade mais amarelada, enquanto as amostras produzidas com maior quantidade do agente mostraram tonalidade mais avermelhada. Este efeito pode ser visto nas imagens dos ensaios (13) e (14) da Figura 4.12, condições de menor e maior concentração de maltodextrina, respectivamente. Isso indica que as amostras com maior concentração do agente, embora tenham apresentado em média menor retenção de licopeno, apresentam uma matriz polimérica formada entre o agente carreador e a polpa de tomate. Esta matriz protege a degradação de outros compostos como açúcares, ácidos e aminoácidos, impedindo a alteração de cor em produtos processados à base de tomate devido à formação de pigmentos escuros (GOULD, 1991).



## 5 CONCLUSÃO

- O estudo das condições de secagem da polpa de tomate em *spray dryer* mostrou que todas as variáveis independentes avaliadas (temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina) apresentaram influência significativa sobre as características do produto em pó obtido;
- O rendimento do processo foi baixo, variando de 10,8 a 31,4%, o que já era esperado em função das características higroscópicas da polpa de tomate (alta concentração de ácidos e açúcares de baixo peso molecular) e, principalmente, em função das condições estruturais do equipamento utilizado. O uso da maltodextrina, que mostrou ação afetiva na minimização destes problemas, aliado à utilização de um equipamento de maior escala apresenta-se como uma alternativa válida para aumentar este rendimento;
- Os pós de tomate apresentaram dois tamanhos de partículas predominantes (distribuição bimodal), com diâmetro médio de partícula variando de 5 a 7,2  $\mu\text{m}$ . As demais características foram: umidade entre 4,2 a 8,5% (b.s.), atividade de água entre 0,107 e 0,132, densidade aparente entre 0,316 a 0,414 g/ml, higroscopicidade entre 15,7 e 24,2 g/100g, solubilidade entre 89 e 96%, tempo de instantaneização entre 6,6 e 13,8 min, retenção de carotenóides entre 6,8 e 10,9% e retenção de ácido ascórbico entre 38 e 96%;
- A concentração de maltodextrina foi a variável com efeito sobre a maioria das respostas (*Rendimento*, *DMP*, *UBS*,  $a_w$ ,  $\rho_b$ , *HIG*, *TIN*, *RC* e *RA*). A concentração do agente exerceu um efeito positivo sobre o rendimento de pó e um efeito negativo na retenção de ácido ascórbico. Nos outros casos, seu efeito mostrou interação significativa com a temperatura do ar de secagem (*DMP*, *UBS*,  $a_w$ , *HIG* e *RC*) e com a vazão de alimentação (*TIN*). O aumento da temperatura do ar de secagem levou ao aumento no rendimento de pó. A vazão de alimentação foi a variável com menor influência ( $a_w$ , *HIG*, *SOL* e *RA*), apresentando efeito negativo sobre a higroscopicidade e sobre a retenção de ácido ascórbico. A interação entre a temperatura e a vazão de alimentação foi significativa nas respostas *TIN* e *RC*, ao nível de 90% de confiança.

- Através da determinação dos coeficientes de regressão e da análise de variância (ANOVA), foi possível obter modelos para prever as respostas: umidade, higroscopicidade, tempo de instantaneização e retenção de carotenóides, em função das variáveis estudadas. A análise das superfícies de resposta indicou que a obtenção de um produto com baixo conteúdo de umidade ( $UBS \leq 5\%$ ) e higroscopicidade ( $HIG \leq 18 \text{ g}/100\text{g}$ ), menor tempo de instantaneização ( $TIN \leq 9 \text{ min}$ ) e maior retenção de carotenóides ( $RC \geq 10\%$ ) pode ser conseguida utilizando-se temperatura do ar de secagem de  $160 \text{ }^\circ\text{C}$ , vazão de alimentação de  $0,62 \text{ l/h}$  e concentração de maltodextrina de  $10\%$  (razão sólidos polpa:sólidos maltodextrina de 1:2);

- Para as demais respostas (*Rendimento*, *DMP*,  $a_w$ ,  $\rho_b$ , *SOL* e *RA*), os modelos obtidos não foram estatisticamente significativos, dentro dos valores (níveis) utilizados para cada variável independente do planejamento experimental. Isto indica ser necessário o estabelecimento de outros níveis de estudo para que seja realizada a otimização destas propriedades do pó, o que, no caso do presente trabalho, não foi possível devido as condições operacionais disponíveis do *spray dryer* utilizado;

- O tomate em pó, obtido por atomização, apresenta grande potencial de utilização, devido suas propriedades como solubilidade e alta retenção de ácido ascórbico, além do baixo conteúdo de umidade e atividade de água, que facilitam seu armazenamento e transporte. O pequeno diâmetro de partícula, a baixa densidade aparente e o alto tempo de molhamento do pó, que implicam em propriedades de instantaneização pobres, poderiam ser melhorados com a aplicação de um processo adicional à secagem, como a aglomeração, visando melhorar estas propriedades.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar o processo de secagem da polpa de tomate utilizando outros tipos de agente carreador (goma arábica, goma de cajueiro, maltodextrina com diferentes DE) e também combinações entre eles, que possam resultar em produtos de boa qualidade e com um bom rendimento de processo;
- Avaliar o efeito de outras variáveis de processo, como a temperatura da polpa na entrada do *spray dryer* e a vazão de ar comprimido, e utilizar um equipamento que permita definir outros níveis das variáveis de processo já estudadas, para a otimização de todas as respostas desejadas;
- Analisar a microestrutura das partículas, através da análise de morfologia por microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Estudar a estabilidade dos pós quando expostos a diferentes umidades relativas e determinar as condições críticas de estocagem (atividade de água e umidade), através da construção de isotermas de sorção e da determinação da temperatura de transição vítrea das partículas expostas a diferentes umidades relativas;
- Aglomerar o pó obtido visando à obtenção de um produto com partículas maiores, que resultem em melhores propriedades de instantaneização;
- Aplicar o pó de tomate em alguns produtos como molhos, sopas ou cremes e avaliar as características físico-químicas e a aceitação sensorial dos mesmos.



## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABADIO, F. D. B. et al. Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice – effect of maltodextrin concentration and atomization speed. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 3, p.285-287, 2004.
- ADHIKARI, B. et al. Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: experiments and modelling. **Journal of Food Engineering**, v. 62, n. 1, p.53-68, 2004.
- AGUILERA, M. J.; DEL VALLE, J. M.; KAREL, M. Caking phenomena in amorphous food powder. **Trends in Food Science and Technology**, v.6, n.5, p.149-155, 1995.
- AL-ASHEH, S. et al. The use of experimental factorial design for analysing the effect of *spray dryer* operating variables on the production of tomato powder. **Trans IChemE**, v. 81c, p.81-88, 2003.
- AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis**. 18th ed. Gaithersburg, Maryland, 2005.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). **Encapsulated and powdered foods**. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005. cap.3, p.39-71.
- BENASSI, M. T.; ANTUNES, A. J. A comparison of metaphosphoric and oxalic acids as extractant solutions for the determination of vitamin C in selected vegetables. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**, v. 31, n. 4, p.507-513, 1988.
- BHANDARI, B. R.; DATTA, N.; HOWES, T. Problems associated with *spray drying* of sugar-rice foods. **Drying Technology**, v. 15, n. 2, p.671-684, 1997.
- BHANDARI, B. R. et al. A semi-empirical approach to optimise the quantity of drying aids required to spray dry sugar-rich foods. **Drying Technology**, v. 15, n. 10, p.2509-2525, 1997.
- BHANDARI, B. R. et al. *Spray drying* of concentrated fruit juices. **Drying Technology**, v. 11, n. 5, p.1081-1092, 1993.
- BLUESTEIN, P. M.; LABUZA, T. P. Effects of moisture removal on nutrients. In *Nutritional Evaluation of Food Processing*; Karmas, E., Harris, R. S., Eds.; Van Nostrand Reinhold: New York, 1988; 289–322.
- CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p.1248-1252, 2000.
- CAMARGO, G. A. **Novas tecnologias e pré-tratamento: tomate seco embalado à vácuo**. 2005. 162 p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.
- CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carries on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 5, n. 4, p.420-428, 2005.

CARVALHO, C. R. L. et al. **Análises Químicas de Alimentos (Manual Técnico)**. Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1990. 121 p.

CHANG, C. H. et al. Comparisons on the antioxidant properties of fresh, freeze-dried and hot-air-dried tomatoes. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 3, p.478-485, 2006.

CHEGINI, G. R.; GHOBADIAN, B. Effect of Spray-Drying Conditions on Physical Properties of Orange Juice Powder. **Drying Technology**, v. 23, n. 3, p.657-668, 2005.

CHEN, R. Y. et al. Effect of storage and thermal treatment on the antioxidant activity of tomato fruits. **Journal of the Chinese Agricultural Chemical Society (Taiwan)**, v. 38, p-353-360, 2000.

COUCHMAN, P. R.; KARASZ, F. E. A classical thermodynamic discussion of the effect of composition on glass transition temperatures. **Macromolecules**, v. 11, n. 1, p.117-119, 1978.

DACANAL, G. C. **Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leite fluidizado**. 2005. 112 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

DACANAL, G. C.; MENEGALLI, F. C. Experimental study and optimization of the agglomeration of acerola powder in a conical fluid bed. **Powder Technology**, v. 188, n.3, p.187-194, 2009.

DAVIES, B. H. **Carotenoids in Chemistry and Biochemistry of Plant Pigments**. 2 ed. Edt. W. Goodwin. London: Academic Press, London, 1976, p.38-165.

DAVIES, J. N.; HOBSON, G. E. The constituents of tomato fruit – the influence of environment, nutrition and genotype. **CRC: Critical Review in Food Science and Nutrition**, n.15, p.205-280, 1981.

DAVOODI, M. G. et al. Effect of different pre-treatments and dehydration methods on quality characteristics and storage stability of tomato powder. **LWT - Food Science and Technology**, v. 40, n. 10, p.1832-1840, 2007.

DEWANTO, V. et al. Thermal Processing Enhances the Nutritional Value of Tomatoes by Increasing Total Antioxidant Activity. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 50, n. 10, p.3010-3014, 2002.

DZIEZAK, J. D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, v. 42, n. 4, p.136-148, 1988.

DOYMAZ, I. Air-drying characteristics of tomatoes. **Journal of Food Engineering**, v. 78, n. 4, p.1291-1297, 2007.

DOWNTON, G. E. FLORES-LUNA, J. L. KING, C. J. Mechanism of stickiness in hygroscopic, amorphous powders. *Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals*, v. 21, n. 4, p.447-451, 1982.

ERDMAN JR, J. W.; FORD, N. A.; LINDSHIELD, B. L. Are the health attributes of lycopene related to its antioxidant function? **Archives of Biochemistry and Biophysics**, v. 483, n. 2, p.229-235, 2009.

FARAHNAKY, A. et al. The use of tomato pulp powder as a thickening agent in the formulation of tomato ketchup. **Journal of Texture Studies**, v. 39, n. 2, p.169-182, 2008.

FENNEMA, O. R. Water and ice. In: FENNEMA, O.R. (Ed.). **Food Chemistry**. New York, Marcel Dekker, 1996, p.17-94.

FOUST, A. et al. **Princípios de Operações Unitárias**. 2 ed. Rio de Janeiro: Editora LTCb, 1982, p.401-410.

GARTNER, C.; STAHL, W.; SIES, H. Lycopene is more bioavailable from tomato paste than from fresh tomatoes. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 66, n. 1, p.116-122, 1997.

GIOVANELLI, G. et al. Water sorption, drying and antioxidant properties of dried tomato products. **Journal of Food Engineering**, v. 52, n. 2, p.135-141, 2002.

GIOVANNUCCI, E. Tomatoes, Tomato-Based Products, Lycopene, and Cancer: Review of the Epidemiologic Literature. **Journal of the National Cancer Institute**, v. 91, n. 4, p.317-331, 1999.

GONG, Z. et al. Spray drying and Agglomeration of Instant Bayberry Powder. **Drying Technology**, v. 26, n. 1, p.116-121, 2008.

GORDON, M.; TAYLOR, J. S. Ideal copolymers and the second-order transitions of syntetic rubbers. I. Non-crystalline copolymers. **Journal of Applied Chemistry**, v. 2, n. 9, p.493-500, 1952.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of Maltodextrin Addition during Spray Drying of Tomato Pulp in Dehumidified Air: I. Drying Kinetics and Product Recovery. **Drying Technology**, v. 26, n. 6, p.714-725, 2008a.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of Maltodextrin Addition during Spray Drying of Tomato Pulp in Dehumidified Air: II. Powder Properties. **Drying Technology**, v. 26, n. 6, p.726-737, 2008b.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G.; KAZAKIS, N. A. Influence of *Spray Drying* Conditions on Tomato Powder Properties. **Drying Technology**, v. 22, n. 5, p.1129-1151, 2004.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Retention of ascorbic acid during drying of tomato halves and tomato pulp. **Drying Technology**, v. 24, n. 1, p.57-64, 2006.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp: Effect of feed concentration. **Drying Technology**, Filadélfia, v. 22, n. 10, p. 2309-2330, 2004.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. **Journal of Food Engineering**, v. 66, n. 1, p.25-34, 2005a.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. **Journal of Food Engineering**, v. 66, n. 1, p.35-42, 2005b.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray Drying Performance of a Laboratory Spray Dryer for Tomato Powder Preparation. **Drying Technology**, v. 21, n. 7, p.1273-1289, 2003.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Stability of lycopene during spray drying of tomato pulp. **LWT - Food Science and Technology**, v. 38, n. 5, p.479-487, 2005c.

GOULA, A. M. et al. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 1, p.73-83, 2008.

GOULD, W. A. Tomato Production, Processing and Quality Evaluation. **The AVI Publishing Company, Inc.** Westport, Connecticut, USA, 1991.

GRABOWSKI, J. A.; TRUONG, V. -D.; DAUBERT, C. R. Nutritional and rheological characterization of spray dried sweetpotato powder. **LWT – Food Science and Technology**, v. 41, n. 2, p.206-216, 2008.

GUALBERTO, R.; OLIVEIRA, P. S. R.; GUIMARÃES, A. M. Desempenho de cultivares de tomateiro para mesa em ambiente protegido. **Horticultura Brasileira**, Brasília, v. 25, n. 2, p.244-246, abr./maio 2007.

HART, D. J.; SCOTT, K. J. Development and evaluation of an HPLC method for the analysis of carotenoids in foods, and the measurement of the carotenoid content of vegetables and fruits commonly consumed in the UK. **Food Chemistry**, v. 54, n. 1, p.101-111, 1995.

HAWLADER, M. N. A. et al. Drying characteristics of tomatoes. **Journal of Food Engineering**, v. 14, n. 4, p.259-268, 1991.

HOGKAMP, S.; SCHUBERT, H. Rehydration of food powders. **Food Science and Technology International**, v. 9, n. 3, p.223-235, 2003.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 2. ed. Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, 1976. 371 p.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA – IBGE. Disponível em: [ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao\\_Agricola/Producao\\_Agricola\\_Municipal\\_\[anua\]/2008/](ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao_Agricola/Producao_Agricola_Municipal_[anua]/2008/). Acesso em: 20 fev. 2009.

JAYA, S.; DAS, H. Effect of maltodextrin, glycerol monostearate and tricalcium phosphate on vacuum dried mango powder properties. **Journal of Food Engineering**, v. 63, n. 2, p.125-134, 2004.

JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, *spray drying* and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 84, n. 4, p.391-403, 2008.

KEOGH, M. K.; MURRAY, C. A.; O’KENNEDY, B. T. Effects of ultrafiltration of whole milk on some properties of spray-dried milk powders. **International Dairy Journal**, v. 13, n. 12, p.995-1002, 2003.

KIM, E. H. -J.; CHEN, X. D.; PEARCE, D. Surface composition of industrial spray-dried milk powders. 1. Development of surface composition during manufacture. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 2, p.163-169, 2009a.

KIM, E. H. -J.; CHEN, X. D.; PEARCE, D. Surface composition of industrial spray-dried milk powders. 2. Effects of spray drying conditions on the surface composition. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 2, p.169-181, 2009b.

KLAUI, H.; BAUERNFEIND, J.C. Carotenoids as food colors. In: BAUERNFEIND, J.C. (Ed). **Carotenoids as colorants and vitamin A precursors**. New York (NY): Academic Press, 1981, p. 47-319.

KOUASSI, K.; ROOS, Y. H. Glass transition and water effects on sucrose inversion in noncrystalline carbohydrate food systems. **Food Research International**, v. 34, n. 10, p.895–901, 2001.

KUROZAWA, L. E. **Estudos dos processos de hidrólise enzimática e secagem por atomização para obtenção de hidrolisado protéico de frango em pó**. 2009. 148 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

KWAPINSKA, M; ZBICINSKI, I. Prediction of final product properties after cocurrent spray drying. **Drying Technology**, v. 23, n. 8, p.1653-11665, 2005.

KWEI, T. The effect of hydrogen bonding on the glass transition temperature of polymer mixtures. **Journal of Polymer Science**, v. 22, n. 6 p.307-313, 1984.

LEITE, J. T. C. **Obtenção de extrato de inulina de chicória (*Cichorium intybus*) por abaixamento de temperatura e secagem por *spray dryer***. 2001. 112 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

LEWICKI, P. P.; LE, H. V.; POMARAŃSKA-Ł AZUKA, W. Effect of pre-treatment on convective drying of tomatoes. **Journal of Food Engineering**, v. 54, n. 2, p.141-146, 2002.

MARFIL, P. H. M.; SANTOS, E. M.; TELIS, V. R. N. Ascorbic acid degradation kinetics in tomatoes at different drying conditions. **LWT - Food Science and Technology**, v. 41, n. 9, p.1642-1647, 2008.

MASTERS, K. **Spray drying handbook**. 3rd ed. New York: John Wiley & Sons Inc., 1979. 687p.

MOREIRA, G. E. G. et al. Physical properties of spray dried acerola pomace extract as affected by temperature and drying aids. **LWT – Food Science and Technology**, v. 42, n.2 , p.641-645, 2009.

MUJUMDAR, A. S. **Handbook of industrial drying**. Montreal: McGill University, 1987. 948p.

MURATORE, G. et al. Partial dehydration of cherry tomato at different temperature, and nutritional quality of the products. **Food Chemistry**, v. 111, n. 4, p.887-891, 2008.

OLIVEIRA, M. A. **Avaliação da influência de adjuvantes de secagem sobre as propriedades do suco de caju atomizado**. 2008. 63 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2008.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS PARA AGRICULTURA E ALIMENTAÇÃO. Disponível em: <<http://faostat.fao.org/site/567/default.aspx#ancor>>. Acesso em: 20 set. 2008.

PAPADAKIS, S. E.; GARDELI, C.; TZYA, C. Spray Drying of Raisin Juice Concentrate. **Drying Technology**, v. 24, n. 2, p.173-180, 2006.

PEREIRA, I. E.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. Características físico-químicas do tomate em pó durante o armazenamento. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v. 6, n. 1, p.83-90, 2006.

PINAL, R. Entropy of Mixing and the Glass Transition of Amorphous Mixtures. **Entropy**, v. 10, n. 3, p.207-223, 2008.

QUEK, S. Y.; CHOK, N. K.; SWEDLUND, P. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. **Chemical Engineering and Processing**, v. 46, n. 5, p.386-392, 2007.

RAMALHO, J. B. V. S.; OLIVEIRA, M. C. K. Metodologia para determinação da distribuição do diâmetro de gotas em emulsões de petróleo do tipo água-óleo por difração a laser. **Boletim Técnico Petrobrás**, v.42, p.72-76, 1999.

REINECCIUS, G. A. Multiple-core encapsulation: the spray drying of food ingredients. In: VILSTRUP, P. **Microencapsulation of food ingredients**. Surrey, Leatherhead Publishing, 2001, p.151-185.

RIGHETTO, A. M. **Caracterização físico-química e estabilidade de suco de acerola verde microencapsulado por atomização e liofilização**. 2003. 165 p. Tese (Doutorado em Ciência da Nutrição) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003.

ROCHA, G. A. **Produção, caracterização, estabilidade e aplicação de microcápsulas de licopeno**. 2009. 82 p. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

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

RODRIGUES, R. A. F. **Preparo, caracterização e avaliação sensorial de microcápsulas obtidas por spray drying, contendo extrato de café crioconcentrado**. 2004. 240 p. Tese (Doutorado em Ciência da Nutrição) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

ROOS, Y.; KAREL, M. Phase Transitions of Mixtures of Amorphous Polysaccharides and Sugars. **Biotechnology Progress**, v. 7, n. 1, p.49-53, 1991.

ROSA, E. D.; TSUKADA, M.; FREITAS, L. A. P. **Secagem por atomização na indústria alimentícia: Fundamentos e aplicações**. Disponível em: < <http://www.fcf.usp.br/Ensino/Graduacao/Disciplinas/Exclusivo/Inserir/Anexos/LinkAnexos/secagem%20de%20materiais.pdf>>. Acesso em: 20 nov. 2009.

ROUSTAPOUR, O. R.; HOSSEINALIPOUR, M.; GHOBADIAN, B. An Experimental Investigation of Lime Juice Drying in a Pilot Plant Spray Dryer. **Drying Technology**, v. 24, n. 2, p.181-188, 2006.

RUIZ-CABRERA, M. A. et al. Spray-Drying of Passion Fruit Juice Using Lactose-Maltodextrin Blends as the Support Material. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 52, n. 4, p.1011-1018, 2009.

SAHLIN, E.; SAVAGE, G. P.; LISTER, C. E. Investigation of the properties of tomatoes after processing. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 17, n. 5, p.635-647, 2004.

SCHUBERT, H. Instantization of powdered food products. **International Chemical Engineering**, v. 33, n. 1, p.28-45, 1993.

SHARMA, S. K.; LE MAGUER, M. Kinetics of lycopene degradation in tomato pulp solids under different processing and storage conditions. **Food Research International**, v. 29, n. 3-4, p.309-315, 1996.

SHEU, T-Y; ROSENBERG, M. Microestrutura de microcapsulas de whey proteins e carboidratos. **Journal of Food Science**, v. 63, n. 3, p.491-494, 1998.

SHI, J. et al. Lycopene degradation and isomerization in tomato dehydration. **Food Research International**, v. 32, n. 1, p.15-21, 1999.

SHI, J.; LE MAGUER, M. Licopene in tomatoes: Chemical and physical properties affected by food processing. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 40, n. 1, p.1-42, 2000.

SHRESTHA, A. K. et al. Glass transition behavior of spray dried orange juice powder measured by differential scanning calorimetry (DSC) and thermal mechanical compression test (TMCT). **International Journal of Food Properties**, v.10, n. 3, p.661-673, 2007.

SHU, B. et al. Study on microencapsulation of lycopene by spray-drying. **Journal of Food Engineering**, v. 76, n. 4, p.664-669, 2006.

SOGI, D. S. et al. Water Sorption Isotherm and Drying Characteristics of Tomato Seeds. **Biosystems Engineering**, v. 84, n. 3, p.297-301, 2003.

SOUZA, A. S. et al. Influence of spray drying conditions on the physical properties of dried pulp tomato. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 2, p.291-294, 2009.

STEVENS, M. A. Citrate and malate concentrations in tomato fruits: genetic control and mutational effects. **Journal American Society Hortical Science**. v. 97, p.655-658, 1972.

STAHL, W.; SIES, H. Uptake of lycopene and its geometrical isomers is greater from heat-processed than from unprocessed tomato juice in humans. **The Journal of Nutrition**, v. 122, n. 11, p.2161-2166, 1992.

TACO - TABELA BRASILEIRA DE COMPOSIÇÃO DE ALIMENTOS. Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentação. Universidade Estadual de Campinas. Versão II, 2ª ed., Campinas: NEPA – UNICAMP, 2006, 113p. Disponível em: <[http://www.unicamp.br/nepa/taco/contar/taco\\_versao2.pdf](http://www.unicamp.br/nepa/taco/contar/taco_versao2.pdf)>. Acesso em: 5 set. 2008.

TAKEITI, C. Y. **Estudo da Influência da Transição Vítreia sobre a Instantaneização de Maltodextrinas por Processo de Aglomeração Úmida**. 2007. 171 p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

TELIS, V. R. N.; SOBRAL, P. J. A. Glass transitions for freeze-dried and air-dried tomato. **Food Research International**, v. 35, n. 5, p.435-443, 2002.

TONELI, J. T. C. L. **Processos de separação física e secagem de inulina obtida a partir de raízes de chicória (*Cichorium intybus L.*)**. 2006. 177 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

TONON, R. V.; BARONI, A. F.; HUBINGER, M. D. Estudo da Desidratação Osmótica de Tomate em Soluções Ternárias pela Metodologia de Superfície de Resposta. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, n. 3, p.715-723, jul./set. 2006.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p.411-418, 2008.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 2, p.444-450, abr./jun. 2009.

TONON, R. V. **Influência das variáveis de processo sobre a cinética de desidratação osmótica de tomate em soluções ternárias de cloreto de sódio e sacarose**. 2005. 125 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

TONON, R. V. **Secagem por atomização do suco de açaí: Influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto**. 2009. 212 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

TOOR, R. K.; SAVAGE, G. P. Antioxidant activity in different fractions of tomatoes. **Food Research International**, v. 38, n. 5, p.487-494, 2005.

TOOR, R. K.; SAVAGE, G. P. Effect of semi-drying on the antioxidant components of tomatoes. **Food Chemistry**, v. 94, n. 1, p.90-97, 2006.

TRUONG, V.; BHANDARI, B. R.; HOWES, T. Optimization of co-current *spray drying* process of sugar-rich foods. Part I – Moisture and glass transition temperature profile during drying. **Journal of Food Engineering**, v. 71, n. 1, p.55-65, 2005a.

TRUONG, V.; BHANDARI, B. R.; HOWES, T. Optimization of co-current *spray drying* process of sugar-rich foods. Part II – Optimization of *spray drying* process based on glass transition concept. **Journal of Food Engineering**, v. 71, n. 1, p.66-72, 2005b.

UDDIN, M. S.; HAWLADER, M. N. A.; ZHOU, L. Kinetics of ascorbic acid degradation in dried kiwifruits during storage. **Drying Technology**, v. 19, n.2, p.437-446, 2001.

VISSOTTO, F. Z. et al. Avaliação da influência dos processos de lecitinização e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 3, p.666-671, 2006.

WALTON, D. E.; MUMFORD, C. J. The morphology of spray-dried particles. The effect of process variables upon the morphology of spray-dried particles. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 77, n. 5, p.442-460, 1999.

WANG, H.; CAO, G. H.; PRIOR, R. L. Total antioxidant capacity of fruits. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 44, n. 3, p.701-705, 1996.

WANG, S.; LANGRISH, T. A review of process simulations and the use of additives in spray drying. **Food Research International**, v. 42, n. 1, p.13-25, 2009.

WOO, M. W. et al. Controlling food powder deposition in spray dryers: Wall surface energy manipulation as an alternative. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 2, p.192-198, 2008.

ZANONI, B. et al. Oxidative heat damage of tomato halves as affected by drying. **Food Research International**, v. 31, n. 5, p. 395-401, 1999.

## APÊNDICE A

**Tabela A.1** – Valores\* de diâmetro médio de partícula, umidade, atividade de água, densidade do leite e higroscopicidade dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

Ensaio	DMP ± DP	UBS ± DP	$a_w$ ± DP	$\rho_b$ ± DP	HIG ± DP
1	5,00 ± 0,13 <sup>a</sup>	6,09 ± 0,21 <sup>a,c</sup>	0,121 ± 0,001 <sup>a,b,c,e</sup>	0,383 ± 0,002 <sup>a,c,d</sup>	21,32 ± 0,63 <sup>a</sup>
2	5,24 ± 0,04 <sup>b</sup>	7,33 ± 0,66 <sup>b</sup>	0,128 ± 0,002 <sup>a,c,e</sup>	0,325 ± 0,003 <sup>b</sup>	21,03 ± 0,53 <sup>a</sup>
3	5,28 ± 0,12 <sup>b</sup>	6,00 ± 0,33 <sup>a,c</sup>	0,127 ± 0,008 <sup>a,c,e</sup>	0,374 ± 0,004 <sup>c,f</sup>	18,05 ± 0,35 <sup>b,e</sup>
4	5,02 ± 0,07 <sup>a</sup>	6,13 ± 0,09 <sup>a,c</sup>	0,118 ± 0,005 <sup>a,b,c,e</sup>	0,395 ± 0,007 <sup>d,g,i,j</sup>	20,71 ± 0,49 <sup>a</sup>
5	5,69 ± 0,27 <sup>c</sup>	5,60 ± 0,19 <sup>c,d</sup>	0,128 ± 0,001 <sup>a,c,e</sup>	0,414 ± 0,004 <sup>e,j</sup>	18,36 ± 0,50 <sup>b,c,e</sup>
6	7,18 ± 0,30 <sup>d</sup>	4,20 ± 0,28 <sup>e</sup>	0,107 ± 0,006 <sup>b</sup>	0,361 ± 0,004 <sup>f</sup>	16,48 ± 0,79 <sup>d</sup>
7	5,44 ± 0,36 <sup>b,c,f</sup>	5,01 ± 0,35 <sup>d,f</sup>	0,128 ± 0,010 <sup>c,e</sup>	0,371 ± 0,005 <sup>a,c,f</sup>	17,56 ± 0,55 <sup>e</sup>
8	6,16 ± 0,18 <sup>e</sup>	4,68 ± 0,31 <sup>e,f,g</sup>	0,112 ± 0,006 <sup>b,d</sup>	0,361 ± 0,006 <sup>f</sup>	15,68 ± 0,48 <sup>f</sup>
9	5,80 ± 0,10 <sup>c</sup>	5,27 ± 0,21 <sup>d,g,h,i,j</sup>	0,124 ± 0,002 <sup>a,c,d,e</sup>	0,358 ± 0,002 <sup>f</sup>	19,22 ± 0,67 <sup>g</sup>
10	5,29 ± 0,15 <sup>b,f</sup>	6,31 ± 0,07 <sup>a,c</sup>	0,116 ± 0,002 <sup>a,b,c</sup>	0,407 ± 0,007 <sup>e,g,k</sup>	17,96 ± 0,80 <sup>b,e</sup>
11	5,72 ± 0,20 <sup>c</sup>	5,84 ± 0,03 <sup>a,c,h</sup>	0,122 ± 0,003 <sup>a,c,d,e</sup>	0,389 ± 0,006 <sup>a,c,g,h</sup>	18,97 ± 0,62 <sup>c,g</sup>
12	5,83 ± 0,06 <sup>c</sup>	6,02 ± 0,31 <sup>a,c</sup>	0,132 ± 0,002 <sup>e</sup>	0,408 ± 0,003 <sup>e,h,i</sup>	18,60 ± 0,46 <sup>b,g</sup>
13	4,95 ± 0,10 <sup>a</sup>	8,46 ± 0,15 <sup>k</sup>	0,123 ± 0,003 <sup>a,c,d,e</sup>	0,316 ± 0,007 <sup>b</sup>	24,22 ± 0,56 <sup>h</sup>
14	5,89 ± 0,19 <sup>c,e</sup>	4,59 ± 0,09 <sup>e,f,i</sup>	0,118 ± 0,006 <sup>a,b,c,e</sup>	0,388 ± 0,012 <sup>c,d,e,h</sup>	16,67 ± 0,67 <sup>d</sup>
15	5,43 ± 0,07 <sup>f</sup>	6,54 ± 0,47 <sup>a</sup>	0,118 ± 0,003 <sup>a,b,c,e</sup>	0,414 ± 0,002 <sup>e,j</sup>	19,06 ± 0,91 <sup>c,g</sup>
16	5,45 ± 0,06 <sup>f</sup>	6,54 ± 0,14 <sup>a</sup>	0,116 ± 0,003 <sup>a,c,d,e</sup>	0,415 ± 0,015 <sup>e,j</sup>	19,21 ± 0,75 <sup>c,g</sup>
17	5,42 ± 0,21 <sup>b,f</sup>	6,55 ± 0,07 <sup>a</sup>	0,113 ± 0,002 <sup>a,b</sup>	0,410 ± 0,006 <sup>d,i,j,k</sup>	19,26 ± 0,77 <sup>g</sup>

\* Os resultados representam a média de, no mínimo, três determinações com seu respectivo desvio padrão (DP).

\*\* Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ( $p \leq 0,05$ )

**Tabela A. 2** – Valores de solubilidade, tempo de instantaneização, conteúdo de carotenóides, conteúdo de ácido ascórbico, retenção de carotenóides e retenção de ácido ascórbico dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

<b>Ensaio</b>	<b>SOL ± DP</b>	<b>TIN ± DP</b>	<b>CAR ± DP</b>	<b>ASC ± DP</b>	<b>RC ± DP</b>	<b>RA ± DP</b>
<b>1</b>	94,61 ± 0,85 <sup>a,c,d,e</sup>	5,97 ± 1,21 <sup>a,e</sup>	59,6 ± 0,19 <sup>a,i</sup>	111,36 ± 0,15 <sup>a,b</sup>	10,03 ± 0,03 <sup>a,i</sup>	92,80 ± 2,51 <sup>a,b</sup>
<b>2</b>	89,24 ± 1,03 <sup>b</sup>	11,23 ± 1,06 <sup>b,c,g,h</sup>	58,8 ± 0,15 <sup>a,b,i</sup>	113,33 ± 0,10 <sup>a</sup>	9,88 ± 0,59 <sup>a,b,i</sup>	94,45 ± 0,23 <sup>a</sup>
<b>3</b>	90,55 ± 0,57 <sup>a,b,h</sup>	8,86 ± 0,19 <sup>c,d,f</sup>	48,0 ± 0,17 <sup>c,d,f</sup>	73,28 ± 0,07 <sup>c</sup>	8,07 ± 0,65 <sup>c,d,f</sup>	61,06 ± 0,18 <sup>c</sup>
<b>4</b>	90,17 ± 1,55 <sup>a,b</sup>	8,31 ± 0,59 <sup>d,e</sup>	63,9 ± 0,79 <sup>a,i</sup>	113,94 ± 0,19 <sup>a</sup>	10,75 ± 0,74 <sup>a,i</sup>	94,95 ± 1,46 <sup>a</sup>
<b>5</b>	91,58 ± 2,57 <sup>a,b,f</sup>	6,61 ± 0,71 <sup>a,e,f</sup>	42,1 ± 0,21 <sup>a,i</sup>	44,89 ± 0,11 <sup>d</sup>	10,63 ± 0,86 <sup>a,i</sup>	56,11 ± 0,54 <sup>c</sup>
<b>6</b>	92,12 ± 0,27 <sup>a,b,e,f</sup>	12,01 ± 0,42 <sup>g,h,i</sup>	27,8 ± 0,12 <sup>d</sup>	55,07 ± 0,12 <sup>d</sup>	7,03 ± 0,75 <sup>d</sup>	68,84 ± 2,13 <sup>d</sup>
<b>7</b>	93,46 ± 0,34 <sup>a,b,e,f</sup>	12,52 ± 0,94 <sup>h,i</sup>	30,3 ± 0,14 <sup>c,d,e,f</sup>	38,24 ± 0,14 <sup>e</sup>	7,65 ± 0,38 <sup>c,d,e,f</sup>	47,79 ± 0,43 <sup>e</sup>
<b>8</b>	89,06 ± 2,23 <sup>b</sup>	13,84 ± 1,37 <sup>i</sup>	34,3 ± 0,14 <sup>b,f,g,h</sup>	67,85 ± 0,09 <sup>f,g</sup>	8,64 ± 0,36 <sup>b,f,g,h</sup>	84,81 ± 2,16 <sup>f,g</sup>
<b>9</b>	93,04 ± 0,11 <sup>a,b,e,f</sup>	10,85 ± 0,37 <sup>b,d,g,h,i</sup>	45,6 ± 0,15 <sup>a,e,f,i</sup>	93,05 ± 0,15 <sup>a</sup>	9,59 ± 0,03 <sup>a,e,f,i</sup>	96,93 ± 1,79 <sup>a</sup>
<b>10</b>	92,25 ± 2,05 <sup>a,b,e,f</sup>	9,88 ± 0,68 <sup>b,c,d,g,h</sup>	37,4 ± 0,78 <sup>c,d,g</sup>	78,16 ± 0,08 <sup>f</sup>	7,87 ± 0,37 <sup>c,d,g</sup>	81,41 ± 1,78 <sup>g</sup>
<b>11</b>	90,40 ± 3,65 <sup>a,b,d</sup>	8,01 ± 0,89 <sup>a,e,f,j</sup>	36,1 ± 0,29 <sup>c,d,g</sup>	84,40 ± 0,19 <sup>b,f</sup>	7,59 ± 0,40 <sup>c,d,g</sup>	87,91 ± 1,83 <sup>b,f</sup>
<b>12</b>	91,59 ± 0,54 <sup>a,b,f</sup>	8,82 ± 1,50 <sup>c,d,f</sup>	32,1 ± 0,16 <sup>c,d,e</sup>	35,62 ± 0,16 <sup>h</sup>	6,75 ± 0,01 <sup>c,d,e</sup>	37,10 ± 1,84 <sup>h</sup>
<b>13</b>	92,92 ± 1,18 <sup>a,b,g</sup>	9,28 ± 0,48 <sup>c,d,g</sup>	78,3 ± 0,61 <sup>a</sup>	126,97 ± 0,10 <sup>j</sup>	10,93 ± 0,11 <sup>a</sup>	87,82 ± 2,17 <sup>b,f</sup>
<b>14</b>	95,66 ± 0,64 <sup>c,e,f,g</sup>	12,61 ± 0,38 <sup>b,g,h,i</sup>	30,3 ± 0,16 <sup>c,d,g</sup>	51,38 ± 0,11 <sup>k</sup>	8,51 ± 1,02 <sup>c,d,g</sup>	71,50 ± 2,30 <sup>i</sup>
<b>15</b>	94,76 ± 0,91 <sup>d,e,f,h</sup>	7,39 ± 0,92 <sup>a,c,e</sup>	39,3 ± 0,64 <sup>b,c,f,g</sup>	72,27 ± 0,14 <sup>f</sup>	8,27 ± 0,14 <sup>b,c,f,g</sup>	75,28 ± 1,79 <sup>i</sup>
<b>16</b>	95,55 ± 0,47 <sup>c,e,g</sup>	7,57 ± 0,87 <sup>a,c,e</sup>	39,8 ± 0,53 <sup>g,h,i</sup>	68,50 ± 0,23 <sup>f</sup>	8,35 ± 0,34 <sup>g,h,i</sup>	71,70 ± 0,89 <sup>dj</sup>
<b>17</b>	96,49 ± 0,96 <sup>e</sup>	7,21 ± 0,67 <sup>a,e</sup>	38,3 ± 0,74 <sup>b,c,d,f,h</sup>	65,39 ± 0,09 <sup>f</sup>	8,05 ± 0,6 <sup>b,c,d,f,h</sup>	68,11 ± 0,31 <sup>d</sup>

\* Os resultados representam a média de, no mínimo, três determinações com seu respectivo desvio padrão (DP).

\*\* Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença estatística significativa pelo Teste de Tukey ( $p \leq 0,05$ )

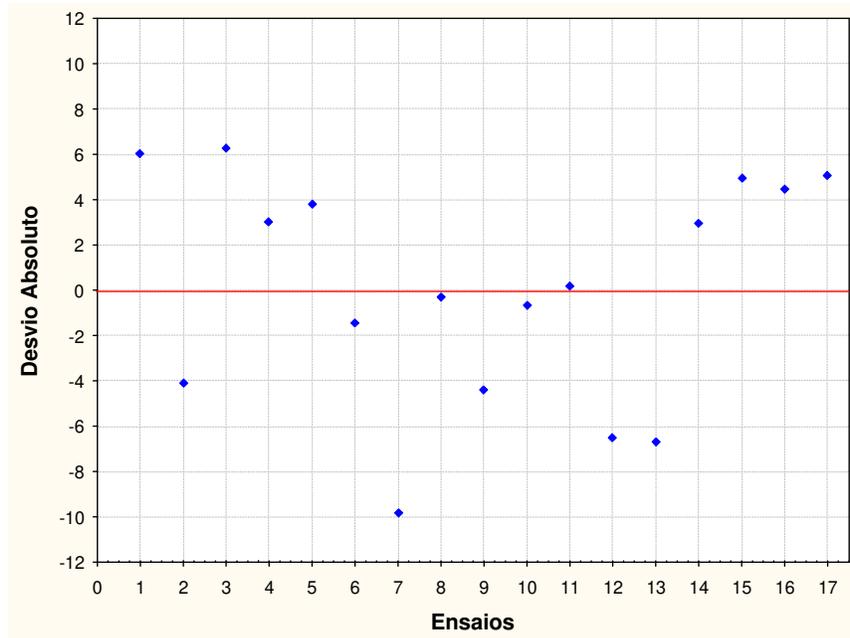
**Tabela A.3** – Valores\* de diâmetro de partícula dos pós obtidos na secagem da polpa de tomate em *spray dryer*.

<b>Ensaio</b>	<b>D[4,3] ± DP</b>	<b>D[3,2] ± DP</b>	<b>D(v,0.1) ± DP</b>	<b>D(v,0.5) ± DP</b>	<b>D(v,0.9) ± DP</b>
<b>1</b>	5,00 ± 0,13	3,95 ± 0,06	2,30 ± 0,10	4,61 ± 0,07	8,30 ± 0,45
<b>2</b>	5,24 ± 0,04	2,92 ± 0,05	1,60 ± 0,07	4,83 ± 0,06	9,18 ± 0,14
<b>3</b>	5,28 ± 0,12	3,32 ± 0,10	1,84 ± 0,10	5,69 ± 0,29	9,27 ± 0,36
<b>4</b>	5,02 ± 0,07	3,90 ± 0,07	2,28 ± 0,13	4,63 ± 0,02	8,37 ± 0,35
<b>5</b>	5,69 ± 0,27	2,28 ± 0,06	0,92 ± 0,04	4,82 ± 0,12	11,13 ± 0,60
<b>6</b>	7,18 ± 0,30	3,65 ± 0,90	1,57 ± 0,48	6,99 ± 0,27	12,73 ± 0,13
<b>7</b>	5,44 ± 0,36	2,78 ± 0,52	1,49 ± 0,67	5,00 ± 0,38	9,69 ± 0,35
<b>8</b>	6,16 ± 0,18	3,40 ± 0,23	1,38 ± 0,17	6,63 ± 0,24	11,80 ± 0,42
<b>9</b>	5,80 ± 0,10	2,91 ± 0,11	1,73 ± 0,06	5,27 ± 0,06	10,56 ± 0,24
<b>10</b>	5,29 ± 0,15	3,27 ± 0,16	1,43 ± 0,17	5,18 ± 0,52	10,46 ± 0,67
<b>11</b>	5,72 ± 0,20	2,88 ± 0,47	1,62 ± 0,50	5,09 ± 0,06	10,52 ± 0,87
<b>12</b>	5,83 ± 0,06	4,58 ± 0,07	2,76 ± 0,08	5,22 ± 0,04	9,84 ± 0,14
<b>13</b>	4,95 ± 0,10	2,94 ± 0,58	1,67 ± 0,34	4,55 ± 0,08	8,63 ± 0,18
<b>14</b>	5,89 ± 0,19	4,36 ± 0,10	2,43 ± 0,06	5,19 ± 0,13	10,37 ± 0,44
<b>15</b>	5,43 ± 0,07	3,45 ± 0,65	1,93 ± 0,32	4,84 ± 0,08	9,61 ± 0,14
<b>16</b>	5,45 ± 0,06	3,01 ± 0,65	1,81 ± 0,31	5,25 ± 0,23	10,57 ± 0,29
<b>17</b>	5,42 ± 0,21	2,68 ± 0,75	1,17 ± 0,38	5,34 ± 0,09	9,51 ± 0,52

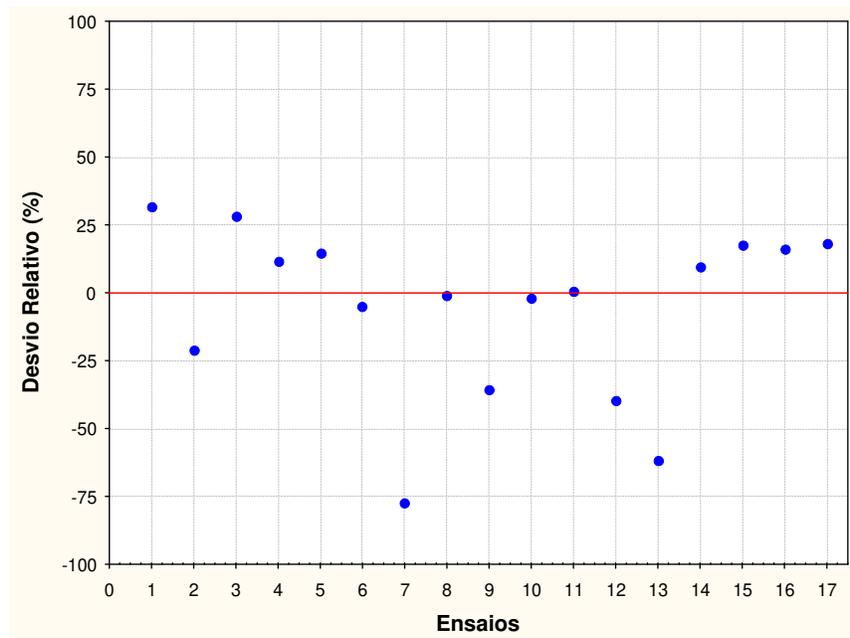
\*Os resultados, expressos em mm, representam a média de dez determinações, com seu respectivo desvio padrão (DP).



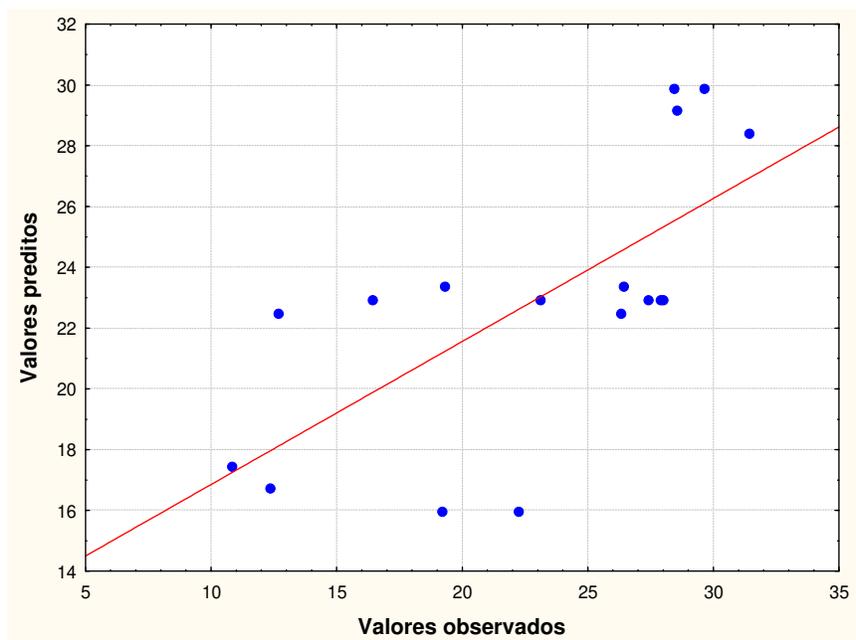
## APÊNDICE B



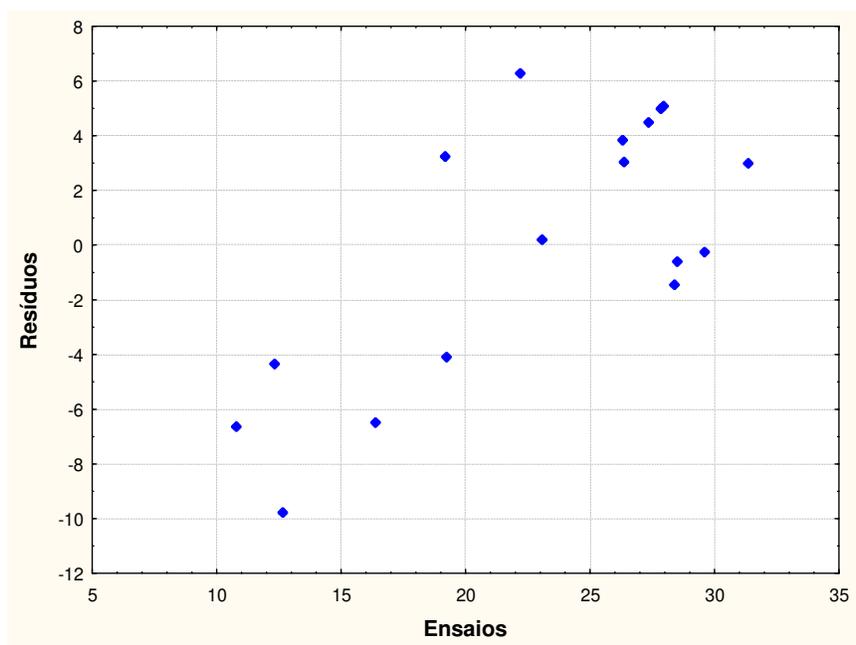
**Figura B.1** – Desvios absolutos do modelo obtido para *Rendimento* em relação aos dados experimentais.



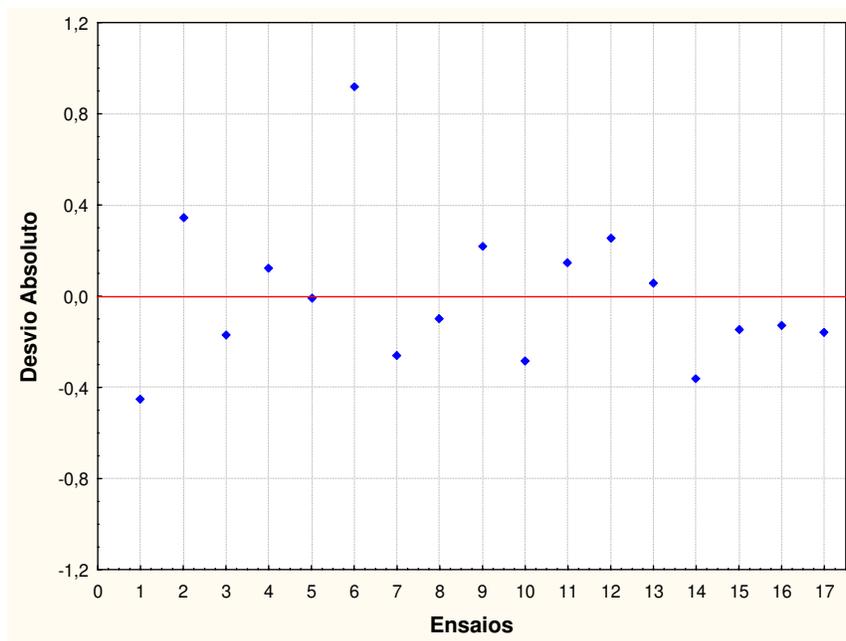
**Figura B.2** – Desvios relativos do modelo obtido para *Rendimento* em relação aos dados experimentais.



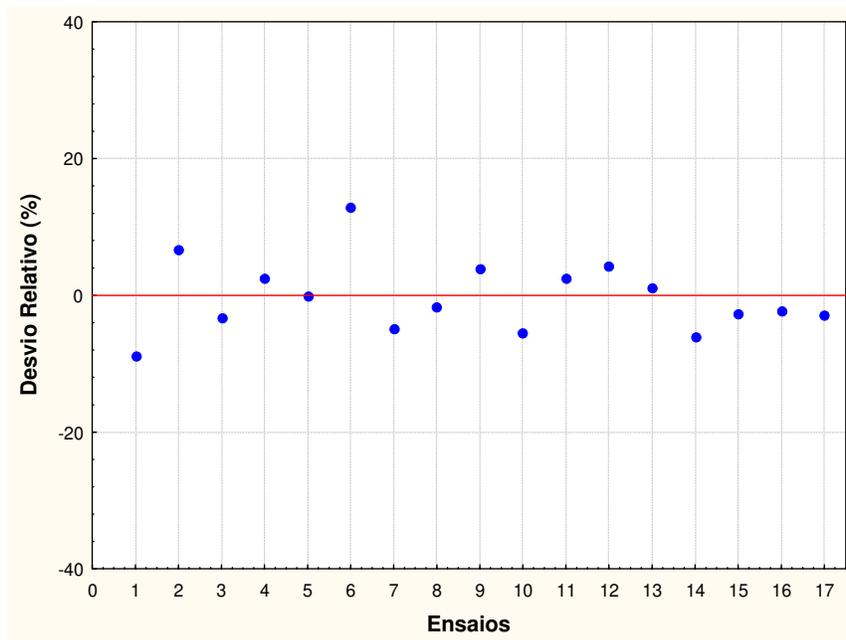
**Figura B.3** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *Rendimento*.



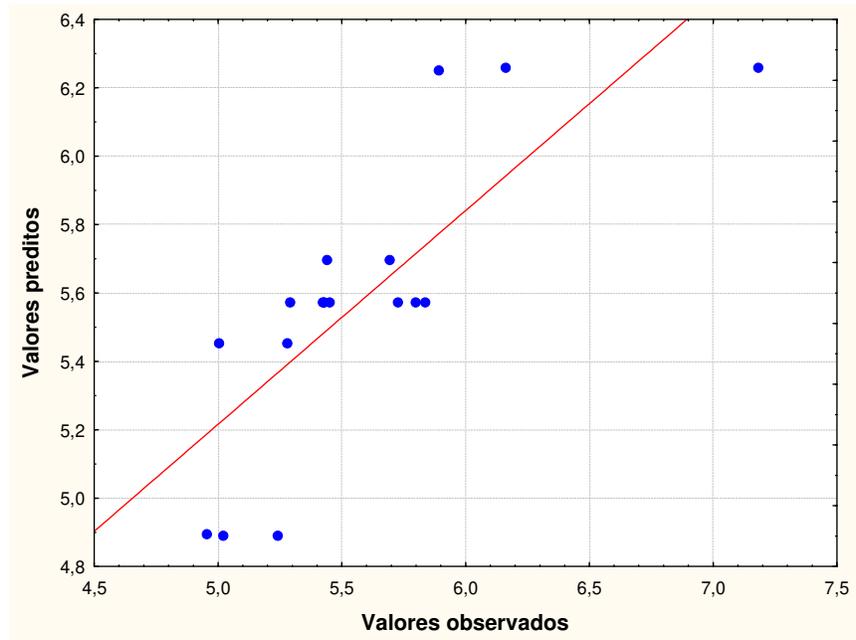
**Figura B.4** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *Rendimento*.



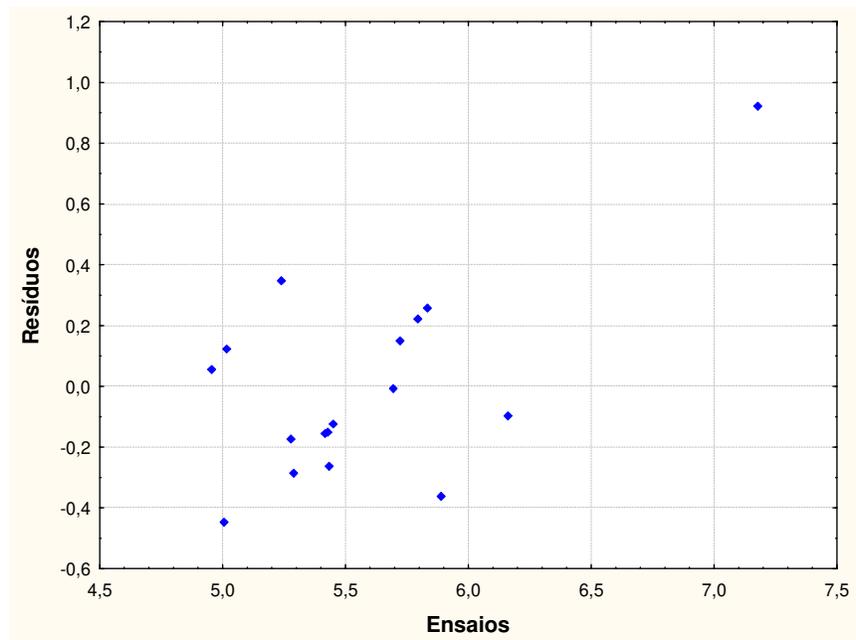
**Figura B.5** – Desvios absolutos do modelo obtido para *DMP* em relação aos dados experimentais.



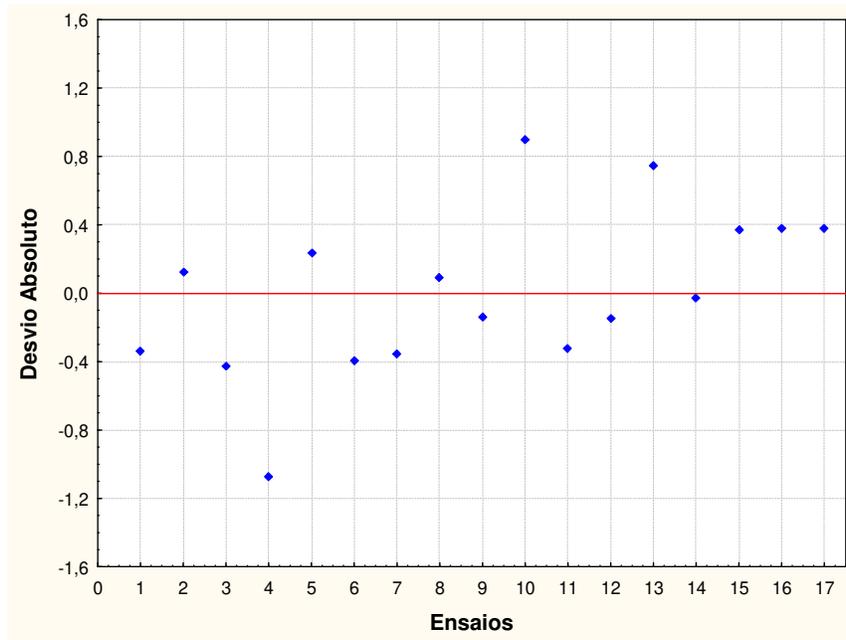
**Figura B.6** – Desvios relativos do modelo obtido para *DMP* em relação aos dados experimentais.



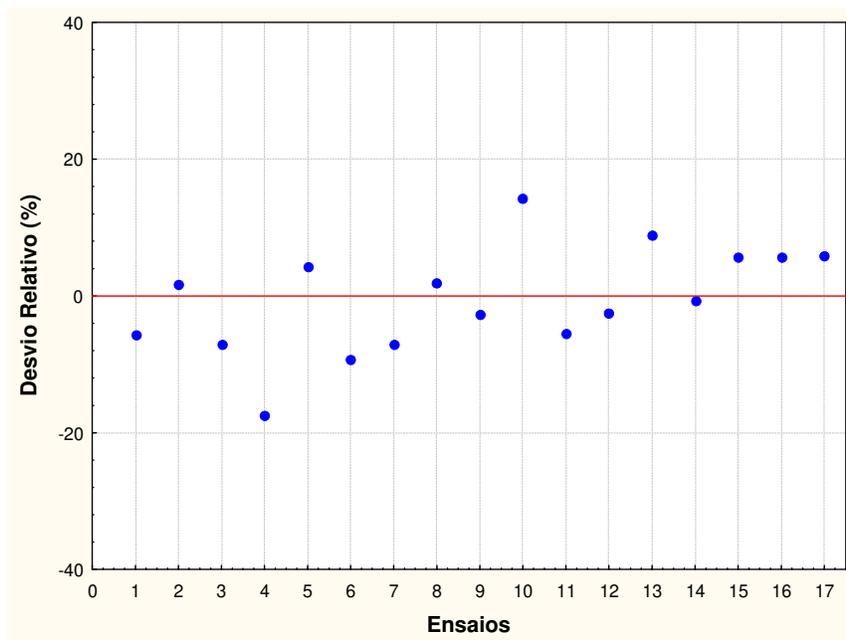
**Figura B.7** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *DMP*.



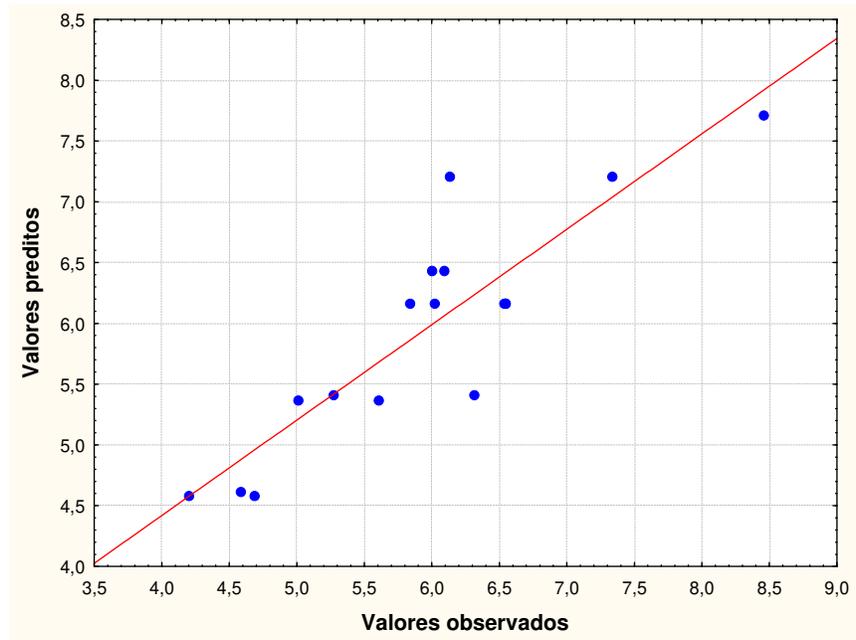
**Figura B.8** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *DMP*.



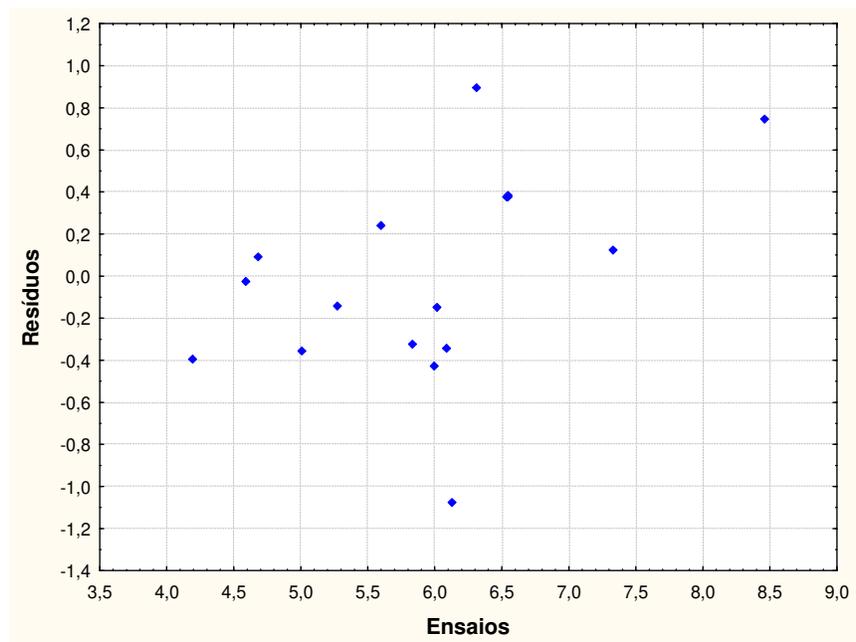
**Figura B.9** – Desvios absolutos do modelo obtido para *UBS* em relação aos dados experimentais.



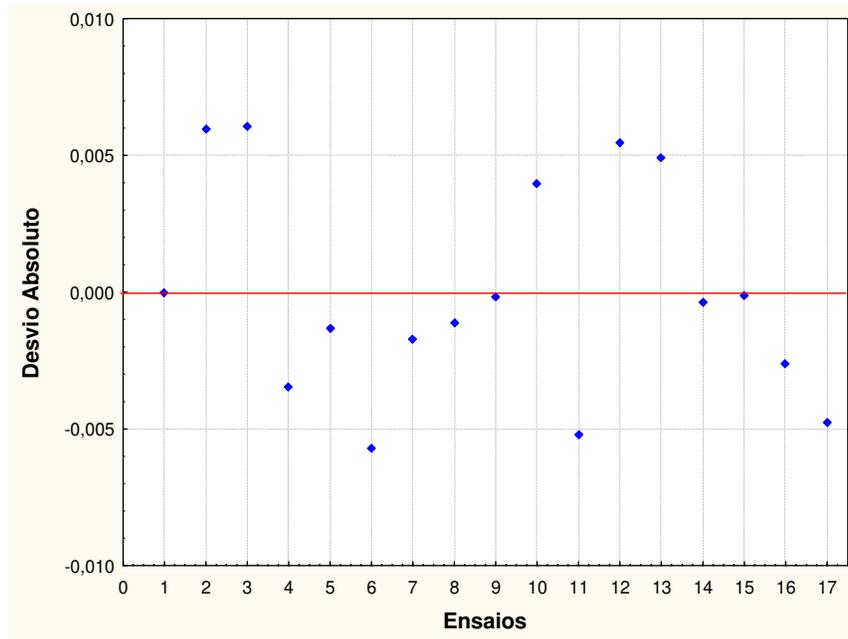
**Figura B.10** – Desvios relativos do modelo obtido para *UBS* em relação aos dados experimentais.



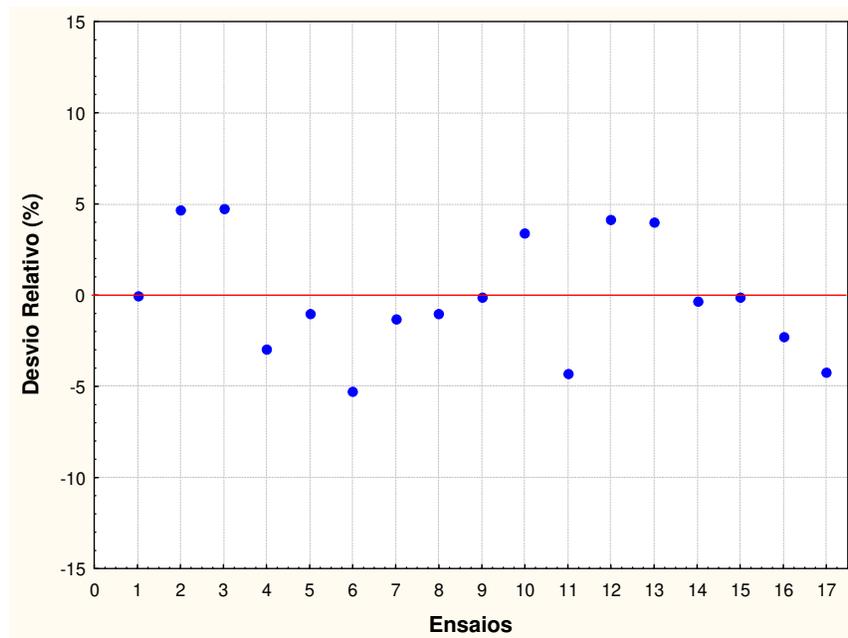
**Figura B.11** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *UBS*.



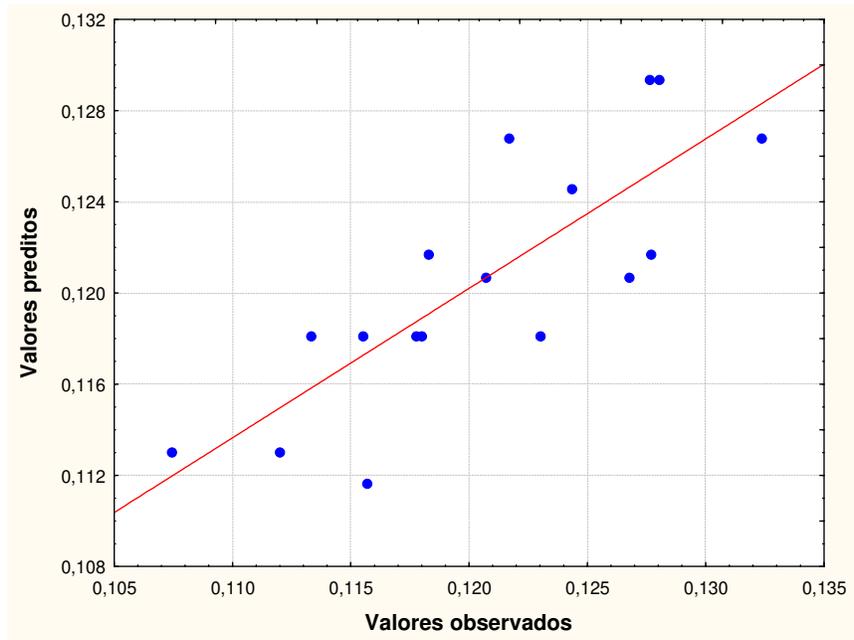
**Figura B.12** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *UBS*.



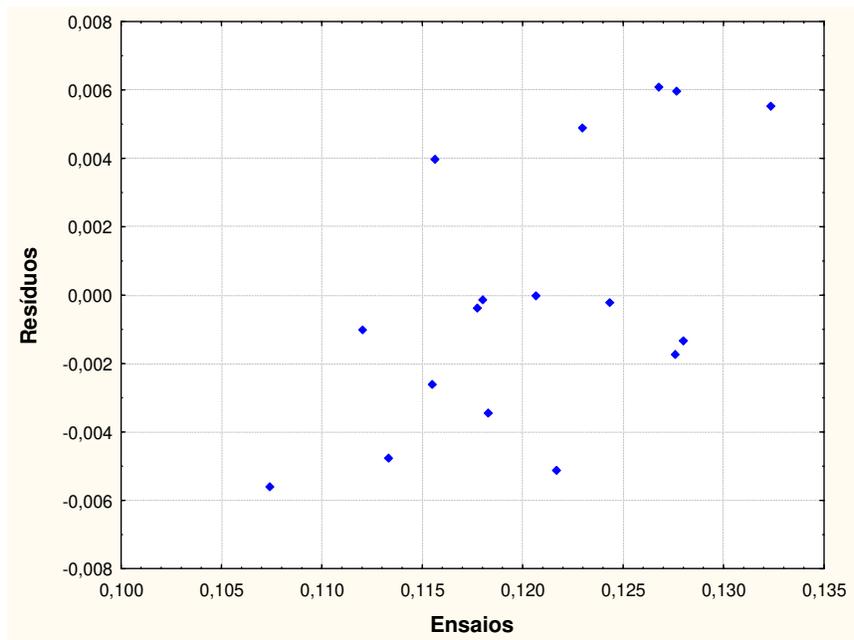
**Figura B.13** – Desvios absolutos do modelo obtido para  $a_w$  em relação aos dados experimentais.



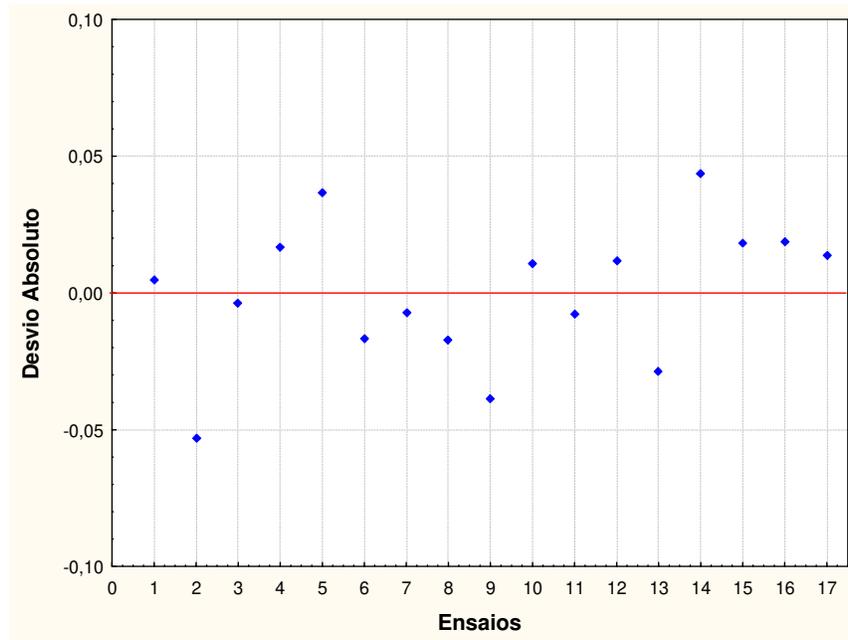
**Figura B.14** – Desvios relativos do modelo obtido para  $a_w$  em relação aos dados experimentais.



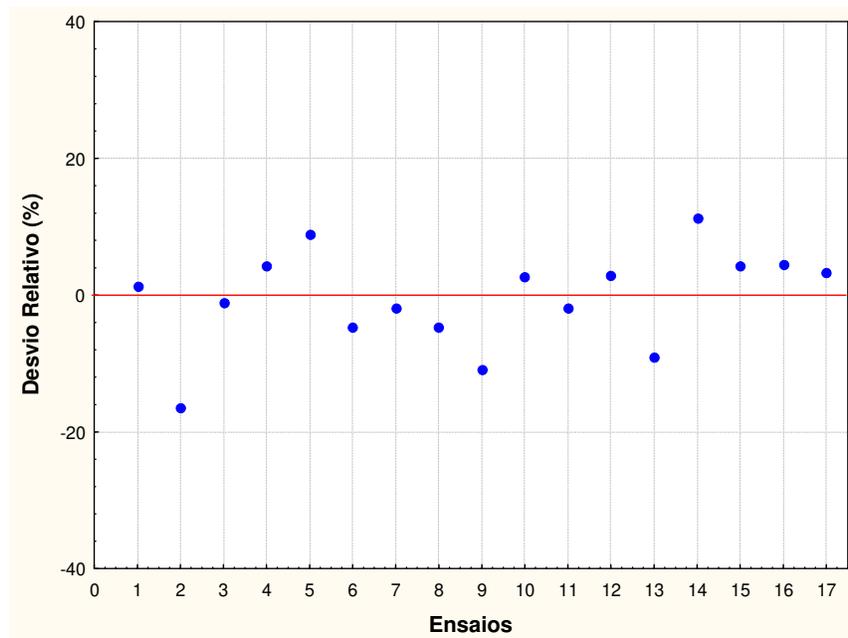
**Figura B.15** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para  $a_w$ .



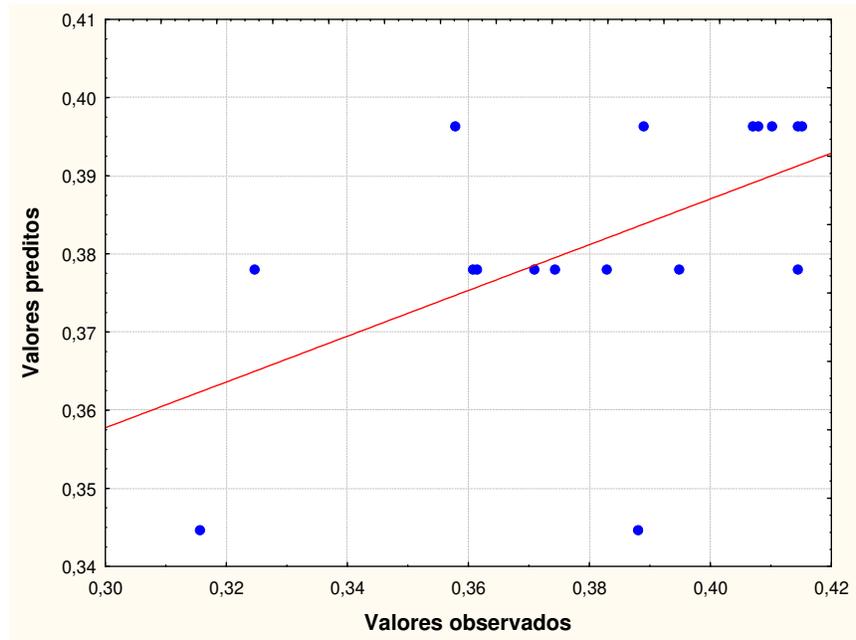
**Figura B.16** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta  $a_w$ .



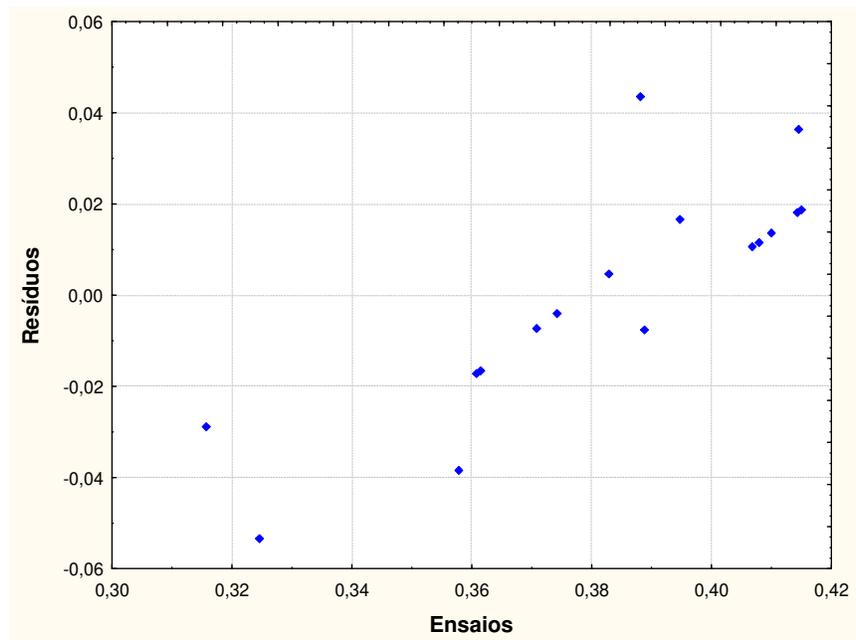
**Figura B.17** – Desvios absolutos do modelo obtido para  $\rho_b$  em relação aos dados experimentais.



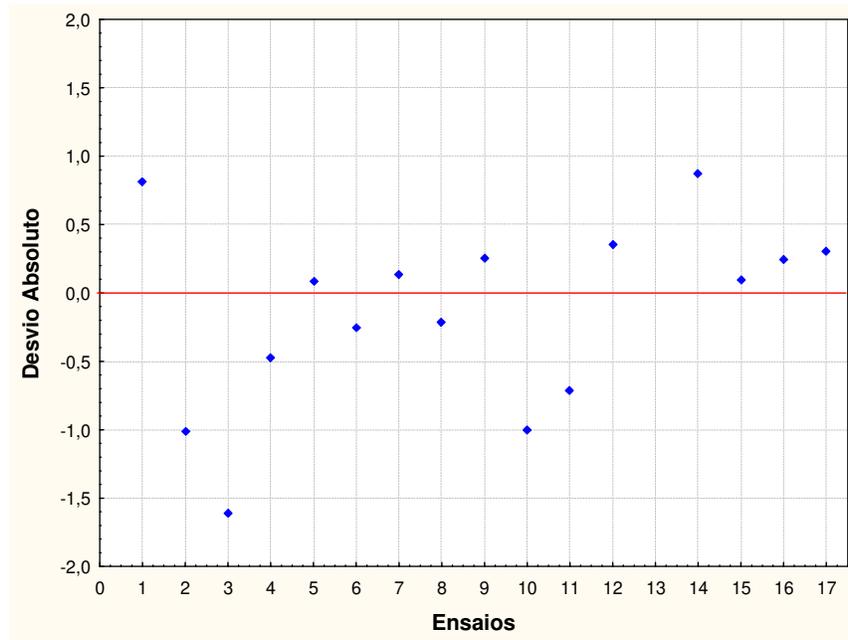
**Figura B.18** – Desvios relativos do modelo obtido para  $\rho_b$  em relação aos dados experimentais.



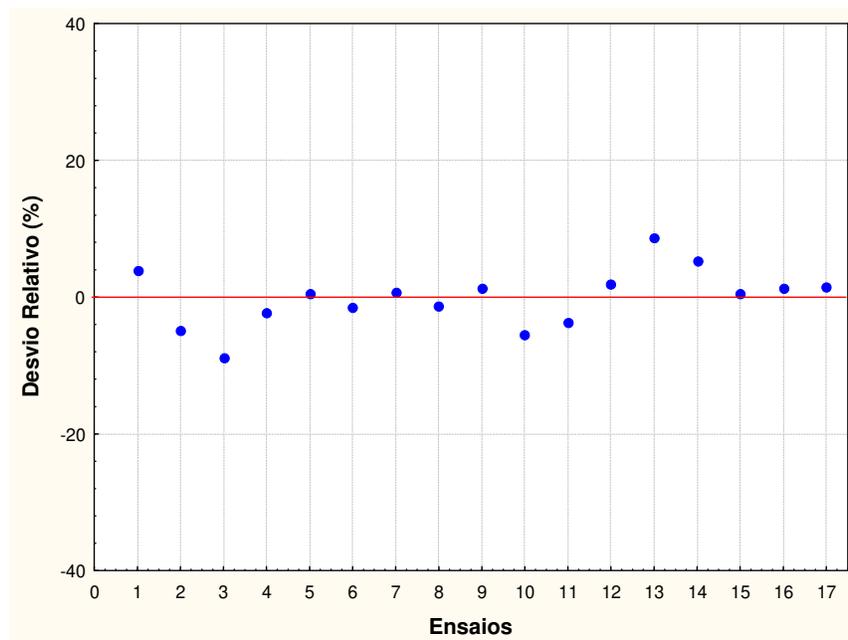
**Figura B.19** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para  $\rho_b$ .



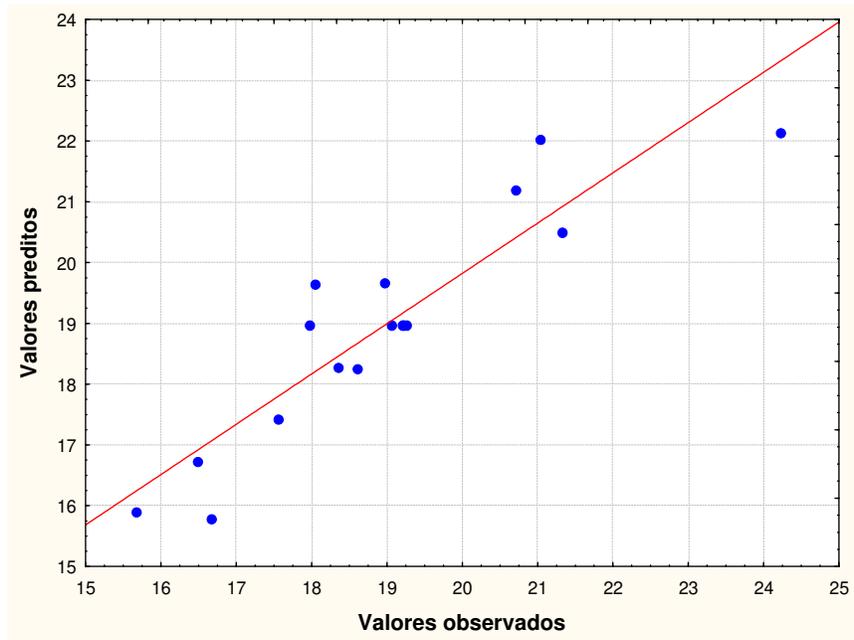
**Figura B.20** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta  $\rho_b$ .



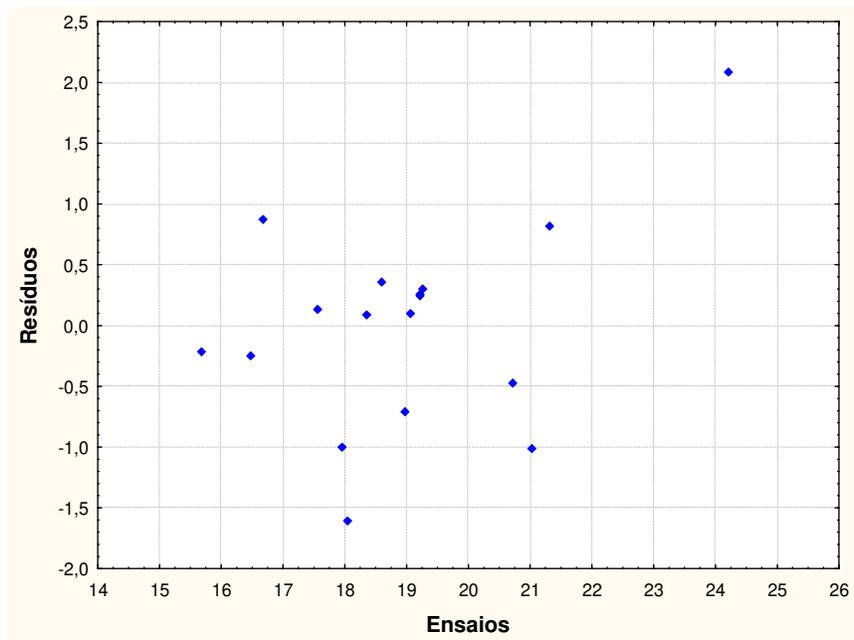
**Figura B.21** – Desvios absolutos do modelo obtido para *HIG* em relação aos dados experimentais.



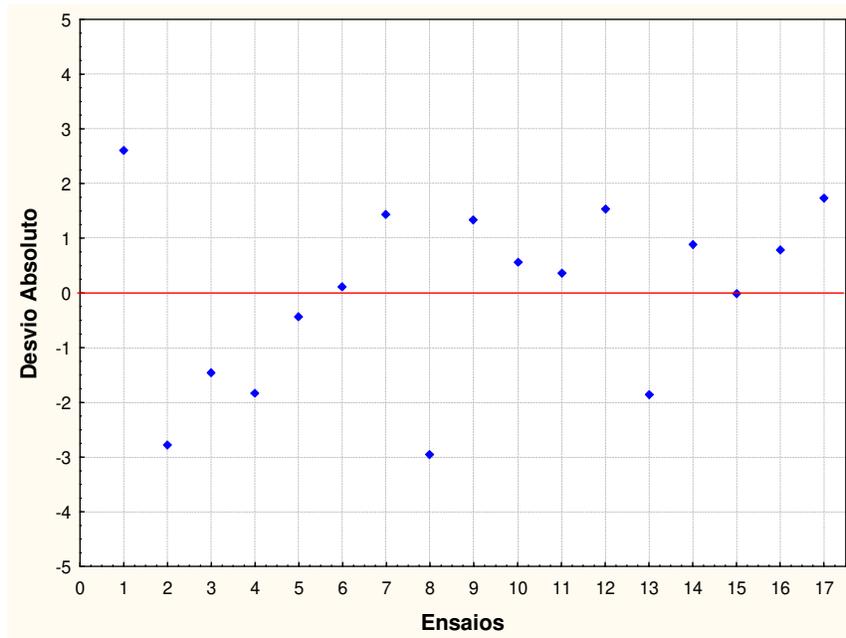
**Figura B.22** – Desvios relativos do modelo obtido para *HIG* em relação aos dados experimentais.



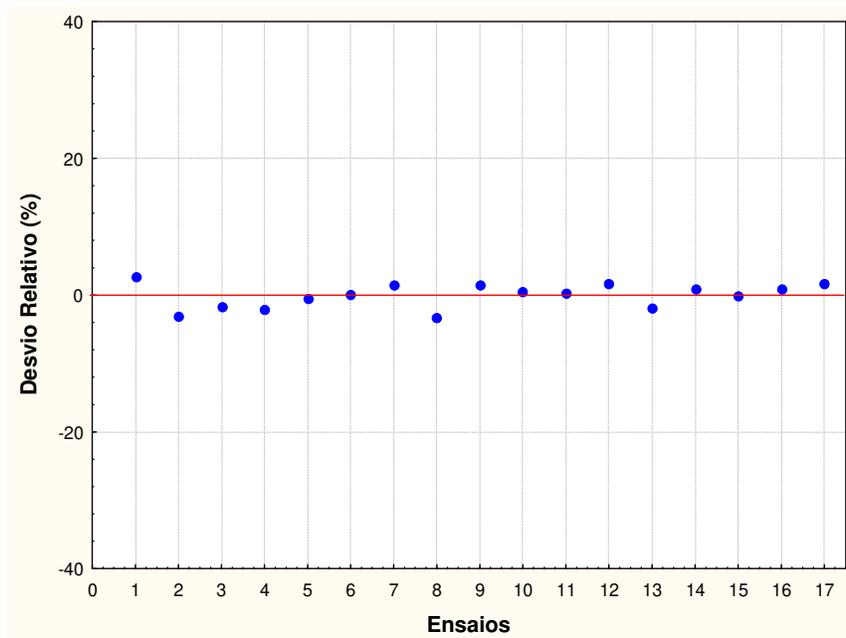
**Figura B.23** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *HIG*.



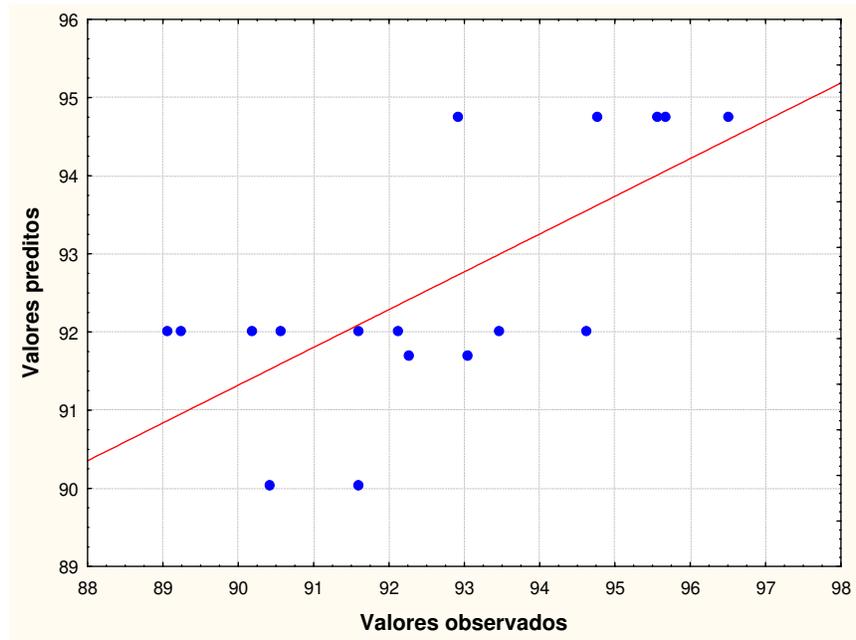
**Figura B.24** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *HIG*.



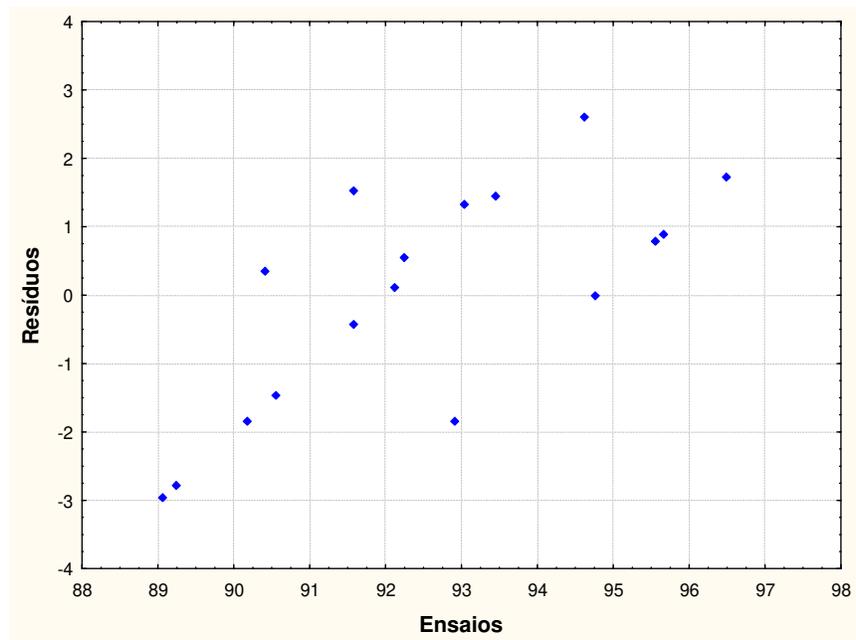
**Figura B.25** – Desvios absolutos do modelo obtido para *SOL* em relação aos dados experimentais.



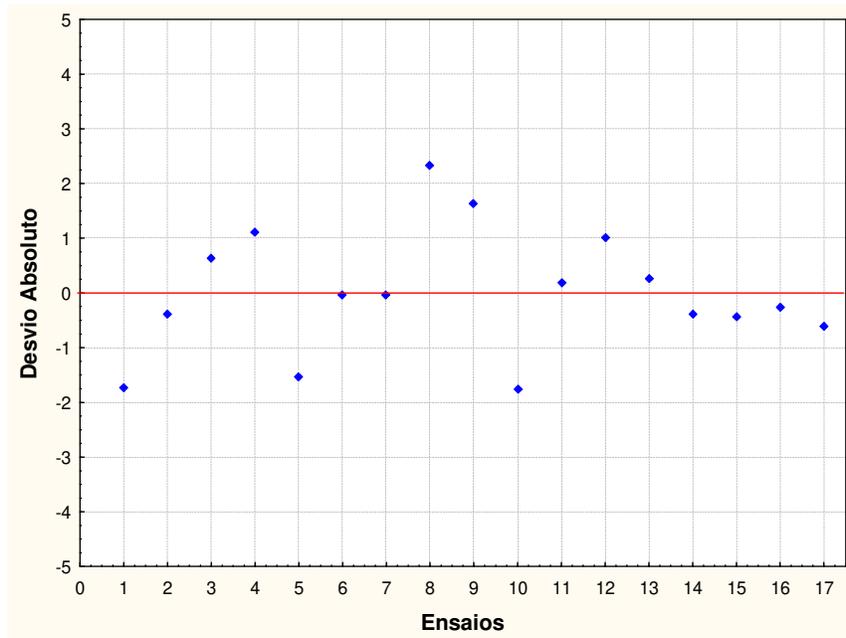
**Figura B.26** – Desvios relativos do modelo obtido para *SOL* em relação aos dados experimentais.



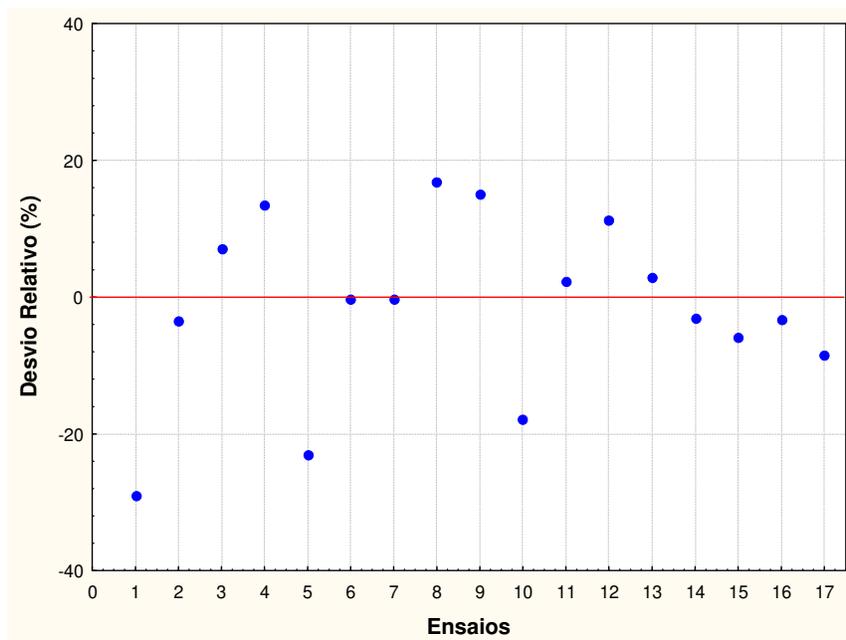
**Figura B.27** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *SOL*.



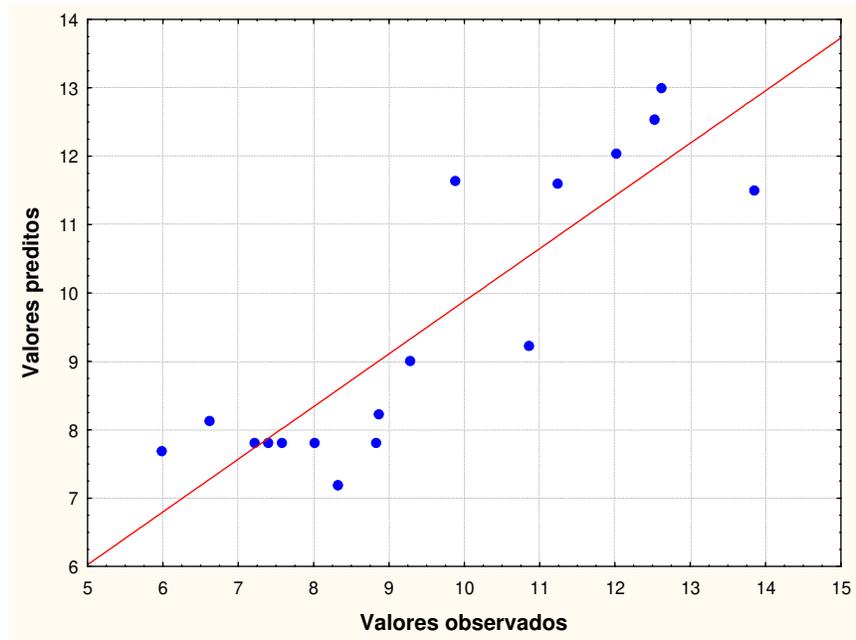
**Figura B.28** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *SOL*.



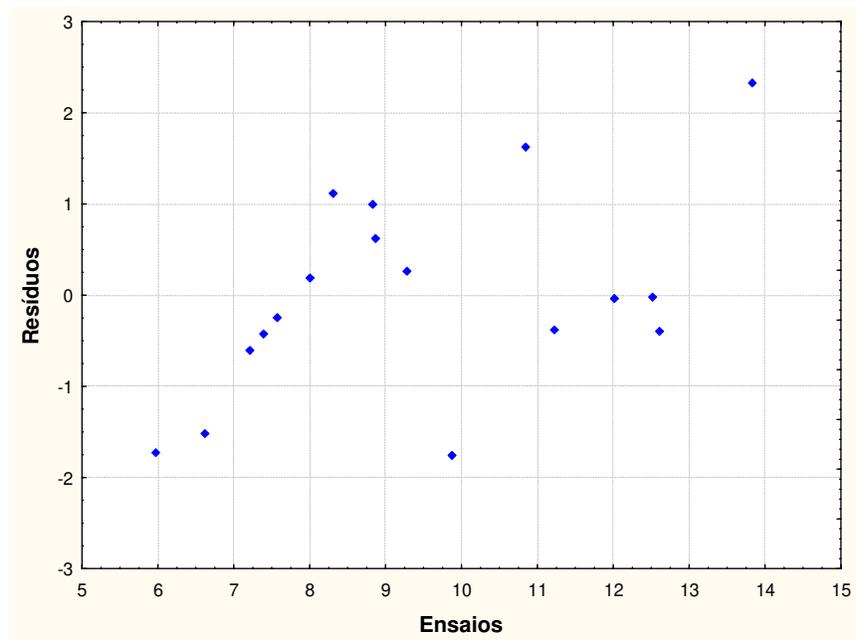
**Figura B.29** – Desvios absolutos do modelo obtido para *TIN* em relação aos dados experimentais.



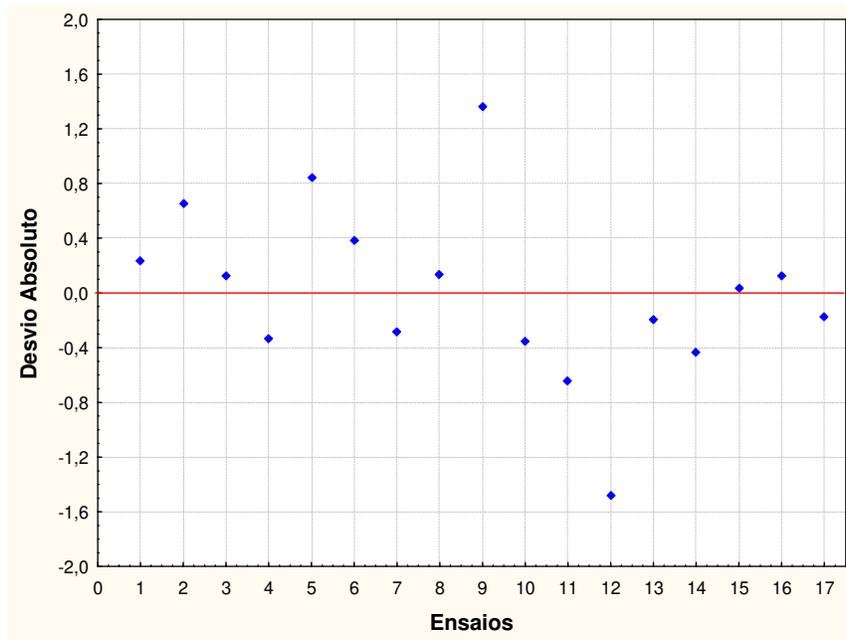
**Figura B.30** – Desvios relativos do modelo obtido para *TIN* em relação aos dados experimentais.



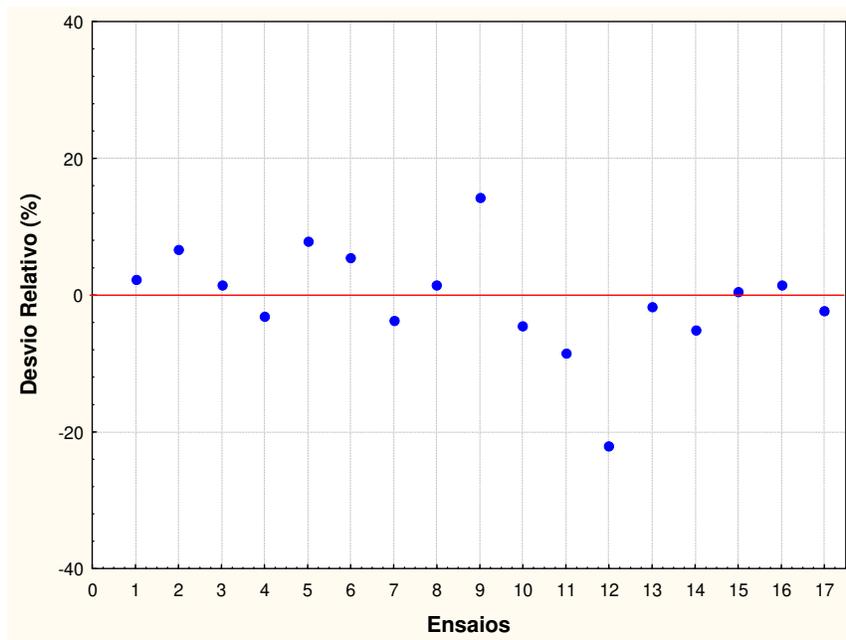
**Figura B.31** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *TIN*.



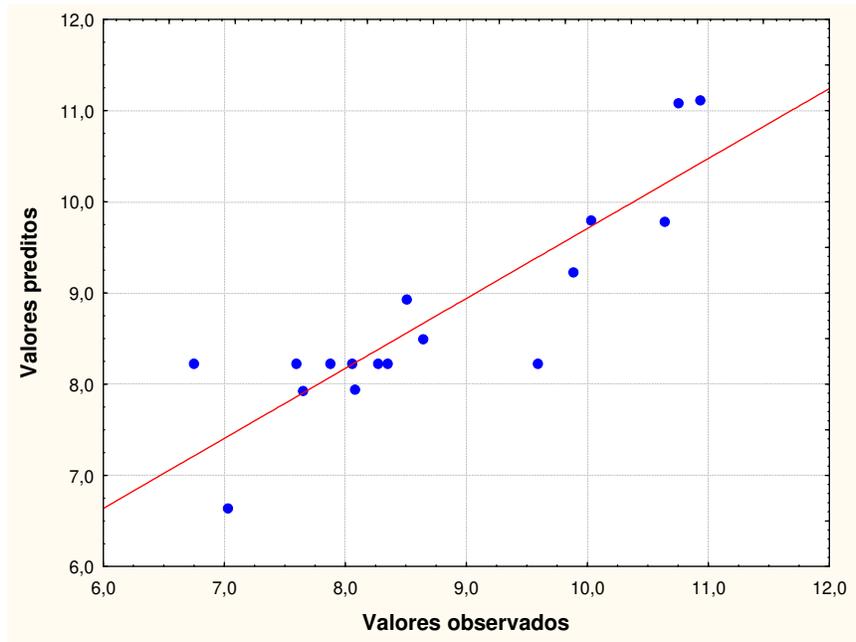
**Figura B.32** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *TIN*.



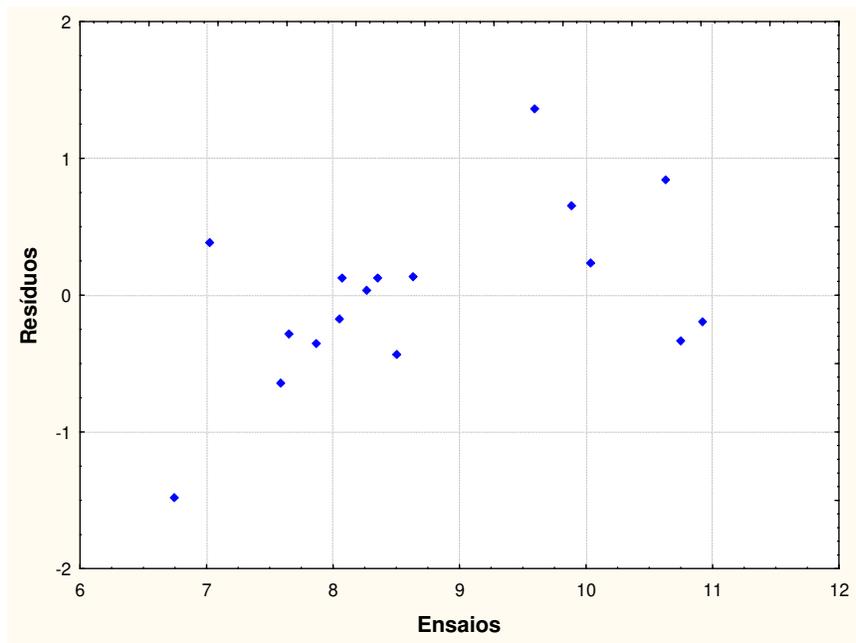
**Figura B.33** – Desvios absolutos do modelo obtido para *RC* em relação aos dados experimentais.



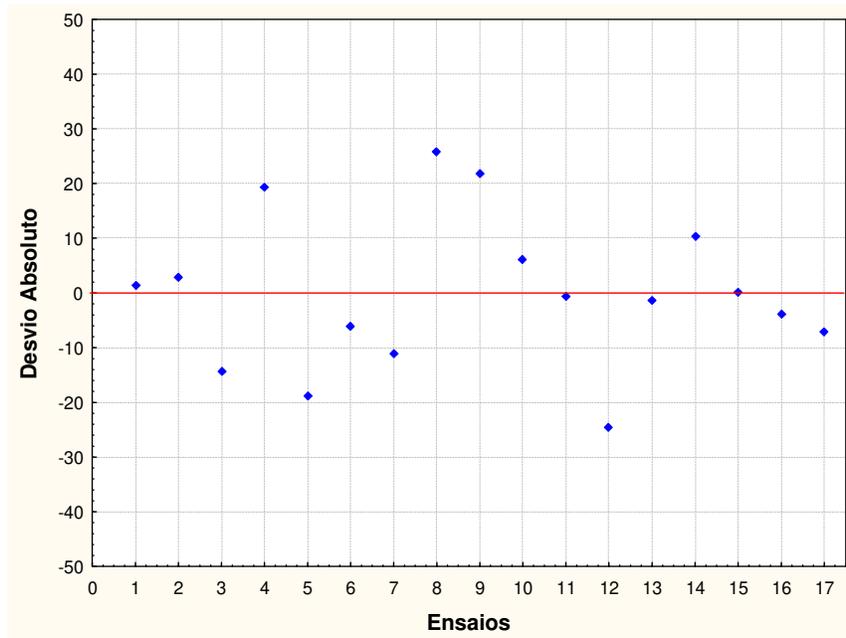
**Figura B.34** – Desvios relativos do modelo obtido para *RC* em relação aos dados experimentais.



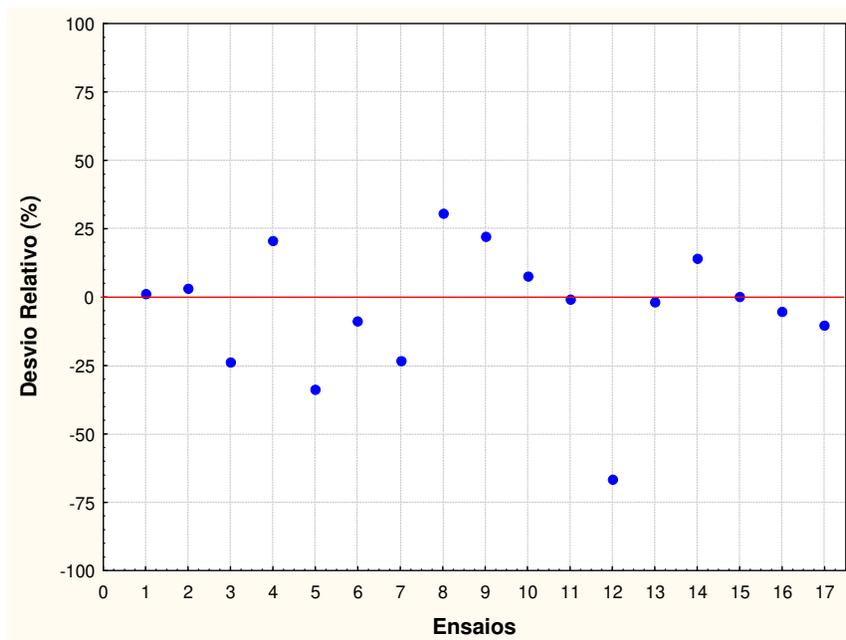
**Figura B.35** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para RC.



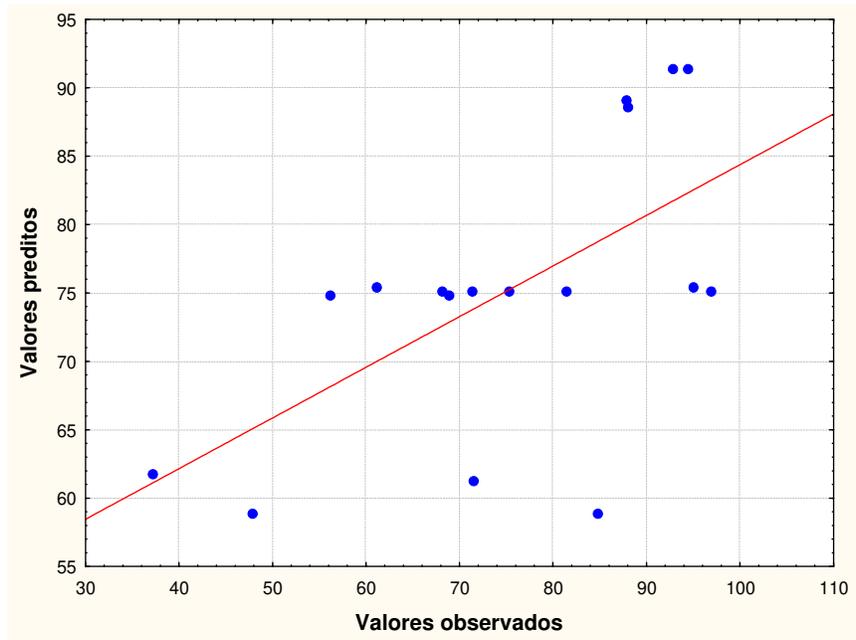
**Figura B.36** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta RC.



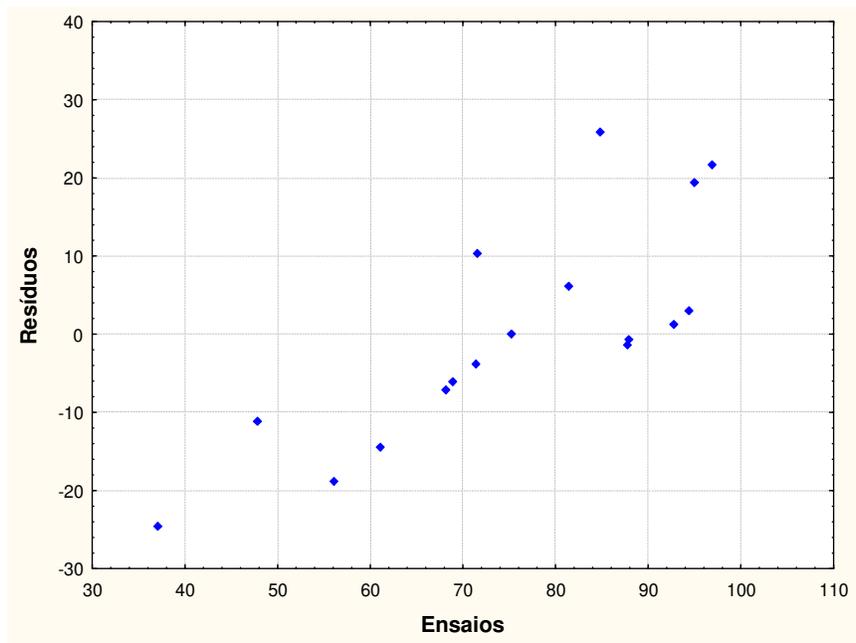
**Figura B.37** – Desvios absolutos do modelo obtido para *RA* em relação aos dados experimentais.



**Figura B.38** – Desvios relativos do modelo obtido para *RA* em relação aos dados experimentais.



**Figura B.39** – Valores experimentais em função dos valores preditos pelo modelo ajustado para *RA*.



**Figura B.40** – Resíduos *versus* ensaios para a resposta *RA*.

## APÊNDICE C

### Determinação do Conteúdo de Carotenóides

- Pesar 1,5 g de amostra (pó) e misturar com aproximadamente 10 ml de água destilada;
- Macerar a amostra com acetona e celite, utilizando almofariz e pistilo;
- Filtrar o macerado, utilizando um kitasato (coberto com papel alumínio) acoplado a um funil de vidro com placa isomerizada e conectado a uma bomba de vácuo;
- Colocar o material retido no almofariz e macerar novamente com acetona, filtrando em seguida;
- Repetir este procedimento até que a celite fique completamente branca;
- Num funil de separação, adicionar aproximadamente 20 ml de éter de petróleo, uma parte do filtrado contido no kitasato e um pouco de água destilada;
- Agitar o funil lentamente para promover a passagem do pigmento contido na acetona para o éter de petróleo. A acetona tem maior afinidade com a água, enquanto os carotenóides têm maior afinidade com o éter de petróleo;
- Descartar a fase polar (acetona e água – fase incolor), contida no fundo do funil de separação e repetir o mesmo procedimento até utilizar todo o volume contido no kitasato;
- Lavar o éter de petróleo (fase colorida) 3 a 4 vezes com água destilada para garantir que toda a acetona foi separada do pigmento;
- Filtrar o éter de petróleo para um balão volumétrico de 50 ml (coberto com papel alumínio), utilizando um funil com lã de vidro e um pouco de sulfato de sódio (para reter a água/acetona, de ainda houver) e completar o volume do balão com éter de petróleo;
- Ler rapidamente a absorbância da solução em espectrofotômetro (fazer uma varredura de  $\lambda$  entre 420 e 520 nm). Calibrar o equipamento com éter de petróleo (branco).

O resultado, expresso em termos de licopeno ( $\mu\text{g/g}$ ), é calculado pela equação:

$$CAR = \frac{Vol \times Abs \times 10^4}{E_{1cm}^{1\%} \times m} \quad (C.1)$$

Onde: *Vol* é o volume de diluição utilizado (ml); *Abs* é a absorbância máxima lida no espectrofotômetro no intervalo de 420 a 520 nm; *m* é a massa inicial da amostra em base seca (g);  $E_{1cm}^{1\%}$  é o coeficiente de absorção do licopeno em éter de petróleo = 3450 (DAVIES, 1976).



## Determinação do Conteúdo de Ácido Ascórbico

A determinação de ácido ascórbico é realizada utilizando o método padrão da A.O.A.C. (1984), modificado por Benassi e Antunes (1988), o qual utiliza, como solução extratora, o ácido oxálico, substituindo a solução de ácido metafosfórico.

### ***Preparo das soluções:***

- *Solução extratora de ácido oxálico 2% (p/v)*: Pesar em balança analítica 20 g de ácido oxálico e diluir em água destilada em balão volumétrico de 1 litro.

- *Solução padrão de ácido ascórbico*: Pesar exatamente 125 mg de ácido ascórbico em balança analítica e diluir em solução de ácido oxálico 2%, transferindo para um balão volumétrico de 50 ml e completando o volume com o ácido oxálico. Esta solução tem duração média de 1 semana.

- *Solução de DCFI a 0,01%*: Pesar em balança analítica 100 mg de DCFI (2,6-diclorofenolindofenol) e diluir em 50 ml de água destilada fervente, transferindo o volume para um balão volumétrico de 1 litro. Completar com água destilada juntamente com 210 mg de bicarbonato de sódio.

- *Padronização da solução de DCFI*: Retirar uma alíquota de 1 ml da solução padrão de ácido ascórbico, adicionar a um balão volumétrico de 25 ml e completar o volume com ácido oxálico 2%. Retirar alíquota de 10 ml desta solução e titular com DCFI 0,01%. Anotar o volume gasto na titulação ( $DCFI_{padrão}$ ).

### ***Aplicação do método:***

- Pesar 2 g de amostra ( $m_{amostra}$ ) em balança analítica e homogeneizar com 50 g de solução de ácido oxálico 2% ( $m_{solvente}$ ), utilizando agitação magnética por 2 minutos;

- Do extrato obtido (amostra+solvente), retirar 20 g ( $m_{extrato}$ ) e diluir com solução de ácido oxálico 2%, utilizando um balão volumétrico de 50 ml;

- Filtrar o extrato diluído, utilizando papel filtro qualitativo;

- Retirar uma alíquota de 10 ml do extrato filtrado ( $V_{aliquota}$ ) e titular com solução de DCFI padronizada.

O conteúdo de ácido ascórbico (mg/100g amostra) é calculado pela equação:

$$ASC = \left( \frac{DCFI_{amostra}}{DCFI_{padrão}} \right) \left( \frac{100}{m_{amostra}} \right) \left( \frac{m_{solvente} + m_{amostra}}{m_{extrato}} \right) \left( \frac{50}{V_{aliquota}} \right) \quad (C.2)$$

Onde:

- $DCFI_{amostra}$  é o volume gasto de DCFI na titulação da amostra (ml);
- $DCFI_{padrão}$  é o volume de DCFI gasto na titulação da solução padrão de ácido ascórbico (ml);
- $m_{amostra}$  é a massa inicial de amostra em base seca (g);
- $m_{solvente}$  é a massa de solvente adicionado a amostra (g);
- $m_{extrato}$  é a massa de amostra+solvente utilizada para diluição (g);
- $V_{aliquota}$  é o volume de extrato diluído utilizado para titulação com DCFI (ml).