



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**DESIDRATAÇÃO DE RESÍDUOS DO PROCESSAMENTO DE
MARACUJÁ-AMARELO POR DIFERENTES METODOLOGIAS**

Neiton Carlos da Silva

Uberlândia-MG

2015



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**DESIDRATAÇÃO DE RESÍDUOS DO PROCESSAMENTO DE
MARACUJÁ-AMARELO POR DIFERENTES METODOLOGIAS**

Neiton Carlos da Silva

**Dissertação de Mestrado apresentada à
Universidade Federal de Uberlândia como
parte dos requisitos necessários à obtenção
do título de Mestre em Engenharia
Química, da Faculdade de Engenharia
Química, área de Concentração de
Desenvolvimento de Processos Químicos.**

Uberlândia - MG

2015

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

S586d Silva, Neiton Carlos da, 1985-
2015 Desidratação de resíduos do processamento de maracujá-amarelo por
diferentes metodologias / Neiton Carlos da Silva. - 2015.
163 f. : il.


Orientador: Marcos Antonio de Souza Barrozo.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.
Inclui bibliografia.

1. Engenharia química - Teses. 2. Maracujá - Desidratação - Teses. I.
Barrozo, Marcos Antonio de Souza. II. Universidade Federal de
Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. III.
Título.

CDU: 66.0

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 24 DE JULHO DE 2015.

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo
Orientador (PPGEQ/UFU)



Prof. Dr. Cláudio Roberto Duarte
Orientador (PPGEQ/UFU)



Dra. Gláucia de Fátima Moreira Vieira e Souza
(PMCD/UFU)



Prof. Dr. Ricardo Corrêa de Santana
(PPGEQ/UFU)



Prof. Dra. Nádia Rosa Pereira
(CCTA/UENF)

Dedico este trabalho aos meus pais Nilton e Irene, fontes de amor, exemplo, apoio e motivação constantes em todas as etapas da minha vida.

AGRADECIMENTOS

Ao término dessa etapa em minha vida, nada mais justo que agradecer a todos que contribuíram de alguma forma para que eu atingisse essa conquista.

Agradeço primeiramente a DEUS, que através da Espiritualidade Superior, me amparou, fortaleceu e cuja presença na minha vida é fundamental em todos os meus momentos. E também ao Mestre Jesus e minha madrinha Nossa Senhora Aparecida por encherem meu coração de amor, esperança e confiança no futuro.

Agradeço aos meus pais Nilton e Irene, cujo amor incondicional e presença sempre constante (mesmo que à distância) foram fundamentais em todas as minhas decisões e escolhas e por serem os meus dois maiores exemplos de honestidade, caráter e humildade. Obrigado por se sacrificarem por mim e abrirem mão de vocês mesmos, tantas vezes, pelo meu melhor. E obrigado ao meu irmão Neilon pelo apoio em todas as horas.

À minha namorada Andreza pelo amor, paciência, carinho e entendimento desprendidos desde o momento que nos conhecemos. Você foi com certeza minha fonte de calma nos momentos de turbulência.

Agradeço aos meus grandes amigos Patrola, Daniel, Rui, Ricardo, Kaká, Rafaela, Marcão, Renzo, Vitão e Flávia pelos conselhos, motivação e companheirismo desde sempre.

Ao professor Marquinho, por sua orientação, apoio e auxílio em todos os momentos da realização desse trabalho. Obrigado por acreditar no meu potencial e pela confiança depositada.

Aos professores Cláudio, Eloízio, Damasceno, Ubirajara, Carlos Ataíde, Lucienne, Adilson e Malagoni pelos ensinamentos e por compartilharem comigo suas experiências, os quais foram fundamentais para o bom desenvolvimento do meu Mestrado.

Aos colegas do Laboratório de Separação de Particulados: Gláucia, Priscila, Geraldo, Suellen, Angélica e Renata, pela ajuda, parceria e conselhos. Agradeço em especial à Gláucia, por estar sempre disposta a me ouvir e compartilhar seus aprendizados para que esse trabalho fosse executado da melhor maneira possível.

Agradeço a minha equipe de Iniciação Científica: Mariana, Luis Victor, Lorryne, Letícia e Thaíse, cuja ajuda foi fundamental para que esse trabalho acontecesse. Obrigado por

confiarem na minha liderança e por me ensinarem tanto também. Espero que o futuro de vocês seja repleto de bençãos e realizações.

À toda equipe da FEQUI/UFU: Cecília, Natércia, Ulisses, Roberta, Cléo e Francielle pelo tempo desprendido e pelo auxílio em tantas atividades, análises, relatórios e experimentos.

Agradeço a Lotus Soluções Ambientais pelo fornecimento do resíduo de maracujá e por estar sempre disposta a apoiar os projetos aqui desenvolvidos.

À Ondatec pelo suporte técnico e construção do sistema de micro-ondas.

Ao professor Ricardinho da UFU-Patos de Minas, pelo empréstimo do liofilizador e pelo apoio técnico dispensado;

Ao professor Reinaldo e a aluna Patrícia do Instituto de Química-UFU pelo fornecimento do nitrogênio líquido que agregou muito aos resultados deste trabalho.

Enfm, gostaria que todos vocês soubessem que essa conquista também é de vocês.

Muito obrigado por tudo!

*Seu tempo é limitado, então não o desperdice vivendo a vida de outra pessoa.
Não fique preso pelo dogma que é viver em função do que outras pessoas pensam.
Não deixe o ruído da opinião dos outros afogar a sua voz interior.
E o mais importante: tenha a coragem de seguir seu coração e sua intuição.
Eles de alguma forma já sabem o que você realmente quer se tornar.
Todo o resto é secundário.
STEVE JOBS (1955-2011)*

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	i
LISTA DE TABELAS.....	iv
RESUMO	v
ABSTRACT	vi
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 – Fruticultura Brasileira	3
2.2 – Maracujá.....	4
2.3 – Alimentos Funcionais e Compostos Bioativos.....	7
2.3.1 – Compostos Fenólicos	8
2.3.2 – Flavonoides	10
2.3.3 – Ácido Cítrico	11
2.3.4 – Ácido Ascórbico.....	13
2.3.5 – Pectina	15
2.4 – Desidratação	17
2.4.1 – Cinética de Desidratação	18
2.4.2 – Metodologias de Desidratação	19
2.4.2.1 – Ar quente	19
2.4.2.2 – Infravermelho	21
2.4.2.3 – Micro-ondas	24
2.4.2.4 – Liofilização.....	26
2.5 – Relevância do Trabalho na Literatura	29
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	31
3.1 – Material	31
3.2 – Análises Realizadas.....	32
3.2.1 – Umidade	32
3.2.2 – pH.....	32
3.2.3 – Cinzas	33
3.2.4 – Massa Específica Real.....	33
3.2.5 – Massa Específica Aparente	33
3.2.6 – Ângulos de Repouso.....	33
3.2.7 – Análise de Compostos Bioativos.....	35

3.2.7.1 – Teor de Fenólicos Totais (TPC)	35
3.2.7.2 – Teor de Flavonoides Totais (TFC)	36
3.2.7.3 – Acidez (TA).....	36
3.2.7.4 – Teor de Ácido Ascórbico (AA).....	36
3.2.7.5 – Teor de Pectina.....	36
3.2.8 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	37
3.3 – Metodologias de Desidratação	37
3.3.1 – Ar quente	38
3.3.2 – Infravermelho	40
3.3.3 – Micro-ondas	42
3.3.4 – Liofilização.....	44
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
4.1 – Caracterização do Resíduo de Maracujá <i>In natura</i>	47
4.2 – Considerações Iniciais Sobre a Desidratação do Maracujá.....	50
4.3 – Desidratação por Ar Quente	52
4.3.1 – Considerações Gerais sobre a Desidratação	52
4.3.2 – Cinética de Desidratação	52
4.3.3 – Compostos Bioativos.....	57
4.3.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	66
4.4 – Desidratação por Infravermelho	68
4.4.1 – Considerações Gerais sobre a Desidratação	68
4.4.2 – Testes Preliminares	69
4.4.3 – Planejamento Composto Central (PCC).....	72
4.4.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	82
4.5 – Desidratação por Micro-Ondas	83
4.5.1 – Considerações Gerais Sobre a Desidratação	83
4.5.2 – Cinética de Desidratação	84
4.5.3 – Compostos Bioativos.....	88
4.5.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	95
4.6 – Liofilização	97
4.6.1 – Considerações Gerais sobre a Desidratação	97
4.6.2 – Cinética de Desidratação	98
4.6.3 – Análise de Compostos Bioativos.....	101
4.6.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	107

4.7 – PECTINA	109
4.7.1 – Considerações Gerais sobre a Pectina Obtida	109
4.7.2 – Experimentos e Resultados	111
4.8 – Comparativo Final entre as Metodologias de Desidratação	114
5. CONCLUSÃO	118
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	121
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	122
APÊNDICES.....	137
APÊNDICE A – RESULTADOS OBTIDOS PARA OS COMPOSTOS BIOATIVOS.....	137
APÊNDICE B – ANÁLISE ESTATÍSTICA DAS SUPERFÍCIES DE RESPOSTA	142

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – O maracujá-amarelo (<i>Passiflora edulis f. flavicarpa</i>).....	5
Figura 2.2 – Principais estados produtores de maracujá no Brasil (IBGE, 2012).....	6
Figura 2.3 – Estrutura química básica dos compostos fenólicos.....	9
Figura 2.4 – Estrutura química dos flavonoides (BEHLING et al., 2004).....	10
Figura 2.5 – Estrutura química e aspecto visual do ácido cítrico.....	12
Figura 2.6 – Estrutura química do ácido ascórbico.....	13
Figura 2.7 – Estrutura química de um segmento da molécula de pectina (THAKUR et al., 1997).....	15
Figura 3.1 – Resíduo de processamento de maracujá-amarelo.....	31
Figura 3.2 – Aparato para medição do ângulo de repouso estático.....	34
Figura 3.3 – Aparato para medição do ângulo de repouso dinâmico.....	34
Figura 3.4 – Unidade Experimental do Leito Fixo (SILVA, 2015).	39
Figura 3.5 – Analisador de umidade por infravermelho (SILVA, 2014).....	41
Figura 3.6 – Sistema de Micro-ondas utilizado por Li et al. (2010) e Zarein et al. (2015).....	43
Figura 3.7 – Sistema de micro-ondas utilizado nos experimentos.....	43
Figura 3.8 – Liofilizador utilizado nos experimentos.....	45
Figura 4.1 – Amostras desidratadas por ar quente.....	52
Figura 4.2 – Curvas de cinética de desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 4, (b) 5 a 8, (c) 9 a 14 e (d) 15 a 18.....	56
Figura 4.3 – TPC para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e (b) experimentos de 9 a 14.....	58
Figura 4.4 – TPC para as desidratações por ar quente.....	59
Figura 4.5 – TFC para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e (b) experimentos de 9 a 14.....	60
Figura 4.6– TFC para as desidratações por ar quente.....	61
Figura 4.7 – TA para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e (b) experimentos de 9 a 14.....	62
Figura 4.8 – TA para as desidratações por ar quente.....	63
Figura 4.9 – AA para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e (b) experimentos de 9 a 14.....	64
Figura 4.10 – AA para as desidratações por ar quente.....	65
Figura 4.11 – Compostos bioativos para desidratação por ar quente nos experimentos de 15 a 18: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA.....	66

Figura 4.12 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 500 vezes para as amostras desidratadas por ar quente: (a) 50°C; 1 m/s; 5 horas, (b) 50°C; 1 m/s; 7 horas, (c) 65°C; 1,5 m/s; 6 horas, (d) 65°C; 2,2 m/s; 6 horas, (e) 80°C; 2 m/s; 7 horas e (f) 86,2°C; 1,5 m/s; 6 horas.....	67
Figura 4.13 – Amostras desidratadas por infravermelho em diferentes condições operacionais.....	69
Figura 4.14 – Cinética de remoção de umidade para a desidratação por infravermelho.....	70
Figura 4.15 – Teores de compostos bioativos após a desidratação por infravermelho: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA – Testes Preliminares.....	71
Figura 4.16 – Curvas de cinética de desidratação por infravermelho: (a) experimentos 1, 3, 5 e 7; (b) experimentos 2, 4, 6 e 8 e (c) experimentos de 9 a 13.....	74
Figura 4.17 – TPC para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8.....	75
Figura 4.18 – TFC para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8.....	76
Figura 4.19 – TA para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8.....	78
Figura 4.20 – AA para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8.....	79
Figura 4.21 – Teores de compostos bioativos obtidos na desidratação por infravermelho – experimentos de 9 a 13: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA.....	80
Figura 4.22 – Teores de compostos bioativos para a desidratação por infravermelho (PCC): (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA.....	81
Figura 4.23 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 500 vezes para amostras desidratadas por infravermelho: (a) 65°C; 6,5 horas, (b) 80°C; 5,5 horas, (c) 95°C; 4,5 horas, (d) 95°C; 6,5 horas, (e) 99°C; 6,5 horas; (f) 80°C; 4,2 horas, (g) 80°C; 6,8 horas.....	83
Figura 4.24 – Aspecto visual da amostra desidratada por micro-ondas.....	84
Figura 4.25 – Desidratação em função do tempo para o micro-ondas de 700W.....	85
Figura 4.26 – Cinética de remoção de umidade para o sistema de micro-ondas de 800W.....	86
Figura 4.27 – Amostras com sinais de superaquecimento e carbonização para as potências de 600 W e 800 W.....	88
Figura 4.28 – TPC para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W.....	89
Figura 4.29 – TFC para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W.....	91
Figura 4.30 – TA para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W.....	92
Figura 4.31 – AA para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W.....	93
Figura 4.32 – Teores de compostos bioativos na desidratação por micro-ondas: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA.....	95

Figura 4.33 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 500 vezes para amostras desidratadas por micro-ondas nas potências de 280 W (a), 480 W (b), 600 W (c) e 800 W (d), expostas por tempos de 20 minutos.	96
Figura 4.34 – Aspecto visual das amostras de maracujá congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)	97
Figura 4.35 – Aspecto pós-liofilização das amostras de maracujá congeladas em nitrogênio líquido (a) e freezer (b)	98
Figura 4.36 – Umidade em função do tempo para as amostras liofilizadas	99
Figura 4.37 – Cinética de desidratação do resíduo de maracujá por liofilização	100
Figura 4.38 – TPC para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)	102
Figura 4.39 – TFC para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)	103
Figura 4.40 – TA para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)	105
Figura 4.41 – AA para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)	106
Figura 4.42 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras desidratadas por liofilização congeladas previamente em freezer e desidratadas por (a) 72 horas e ampliação de 50 vezes, (b) 72 horas e ampliação de 500 vezes, (c) 120 horas e ampliação de 50 vezes e (d) 120 horas e ampliação de 500 vezes.	108
Figura 4.43 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras desidratadas por liofilização, congeladas previamente em nitrogênio líquido e desidratadas por 120 horas (a) ampliação de 50 vezes e (b) 120 horas ampliação de 500 vezes.	109
Figura 4.44 – Precipitação da pectina em meio alcoólico	110
Figura 4.45 – Pectina úmida obtida após filtração	110
Figura 4.46 – Pectina obtida após a secagem em estufa	111
Figura 4.47 – Teores de pectina obtida nas diferentes metodologias de desidratação	112
Figura 4.48 – Teores de compostos bioativos obtidos para as condições mais adequadas de cada metodologia: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA	116

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Modelos de cinética de secagem da Literatura.....	38
Tabela 3.2 – Planejamento composto central para a desidratação por ar quente ($\alpha=1,414$)	40
Tabela 3.3 – Planejamento composto central na desidratação por infravermelho ($\alpha=1,2671$)	42
Tabela 3.4 – Planejamento experimental (4^K) na desidratação por micro-ondas	44
Tabela 3.5 - Planejamento experimental na desidratação por liofilização	46
Tabela 4.1 – Teores de compostos bioativos obtidos para o resíduo <i>in natura</i>	48
Tabela 4.2 – Planejamento experimental e umidade final para desidratação por ar quente.....	53
Tabela 4.3 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Overhults et al. (1973) na desidratação por ar quente.....	54
Tabela 4.4 – Tempo de desidratação e umidade final obtidos na desidratação por infravermelho (testes preliminares)	69
Tabela 4.5 – Coeficientes para modelo de Overhults et al.(1973) na desidratação por infravermelho	70
Tabela 4.6 – Umidade final e adequabilidade ao modelo de Overhults et. al. (1973) para o PCC das desidratações por infravermelho	72
Tabela 4.7 – Coeficientes para modelo de Overhults et al. (1973) para a desidratação por micro-ondas	86
Tabela 4.8 – Umidades finais obtidas nas desidratações por micro-ondas	87
Tabela 4.9 – Coeficientes para modelo de Overhults et al. (1973) para as amostras liofilizadas	100
Tabela 4.10 – Experimentos realizados para a obtenção de pectina	112
Tabela 4.11 – Melhores condições experimentais nas metodologias de desidratação analisadas.....	115

RESUMO

O Brasil é um dos maiores produtores de frutas do mundo, o que implica na geração de uma grande quantidade de resíduos agroindustriais cujo potencial ainda necessita ser melhor estudado. O maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) é um fruto rico em minerais, vitaminas e fibras e sua produção gera uma grande quantidade de subprodutos como cascas e sementes, que podem chegar até 70% do peso do fruto. Dentro dessa realidade, destacam-se as metodologias de desidratação como alternativa para remoção de umidade desse material, impedindo a proliferação de micro-organismos e abrindo oportunidades para seu posterior aproveitamento. Neste trabalho foram verificados os impactos de quatro metodologias de desidratação no resíduo de maracujá: o uso de ar quente, infravermelho, micro-ondas e liofilização. Em todos foi possível obter um material com níveis de umidade final satisfatórios, destacando-se o uso de micro-ondas como o mais eficiente em termos de tempo. A desidratação por ar quente se mostrou impactada positivamente pela velocidade e temperatura de operação, mas os compostos bioativos sofreram maior impacto da temperatura e do tempo (80°C e 7 horas). A temperatura de 95°C se destacou como a mais eficiente tanto em remoção de umidade quanto nos teores de compostos bioativos para a desidratação por infravermelho, mas verificou-se que uma superexposição a essa radiação além dos limites observados deve ser evitada. O uso de micro-ondas indicou que é possível obter um material final de qualidade e rapidamente, desde que sejam utilizadas potências intermediárias (480 W) e evitado o excesso de exposição. A liofilização resultou em um produto final com melhor aspecto visual, porém seus tempos de operação elevados e o nível de compostos bioativos finais encontrados não obtiveram destaque perante os demais métodos, com exceção aos teores de pectina. Quanto aos compostos bioativos, os fenólicos e flavonoides foram impactados positivamente pela desidratação, atingindo valores próximos e superiores ao do resíduo *in natura* em todas as metodologias. O ácido cítrico apresentou degradação em todas as condições a que foi submetido, indicando a sensibilidade do mesmo tanto a processos térmicos quanto à liofilização. Já o ácido ascórbico se mostrou fortemente influenciado pela exposição ao aquecimento, apresentando aumento em seus teores, com exceção das amostras liofilizadas. Globalmente, o melhor método de desidratação obtido foi o micro-ondas, indicando um potencial uso do mesmo no aproveitamento do resíduo de maracujá.

Palavras-chave: desidratação; maracujá; ar quente; infravermelho; micro-ondas; liofilização

ABSTRACT

Brazil is one of the greatest producers of fruits in the world which involves the generation of a large amount of agro-industrial residues whose potential still needs to be better studied. The yellow passion fruit (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) is rich in minerals, vitamins and fibers and its production generates a large number of by-products as peels and seeds, which can reach 70% of the fruit weight. Within this reality, the methods of dehydration stand out as an alternative to remove moisture of this material, preventing the proliferation of microorganisms and creating opportunities for its reutilization. In this work, it was studied the impact of four techniques of dehydration in the passion fruit's residue: hot air, infrared, microwaves and freeze drying. In all was possible to obtain a material with satisfactory final moisture levels, highlighting the use of microwaves as the most efficient in terms of time. Dehydration by hot air was positively affected by velocity and temperature conditions, but the bioactive compounds had impact of temperature and time (80°C and 7 hours). The temperature of 95°C was the most efficient for the moisture removal and contends of bioactive compounds in the dehydration of infrared, but an overexposure to this radiation beyond the observed limits must be avoided. The use of microwaves show that is possible to obtain a material with good final quality and quickly, since intermediate levels of powers (480 W) are used to avoid over exposure. Freezer drying produced a final product with better visual appearance but its great operation times and the final content of bioactive compounds found wasn't better to other methods, in exception of pectin contents. Analyzing the bioactive compounds, phenolics and flavonoids were positively impacted by dehydration, reach values near and above of the residue *in natura* in all techniques. Citric acid showed deterioration in all conditions observed, indicating its sensibility to thermal processes as much as freeze drying. The ascorbic acid was strongly influenced by heat exposure an increased its levels, except in the freeze drying samples. Overall, the best dehydration methodology was the microwave technique, indicating a potential future use of this method in the use of passion fruit residues.

Keywords: *dehydration; passion fruit; hot air; infrared; microwave; freeze-drying*

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

O Brasil tem se destacado mundialmente como um dos maiores produtores de frutas, sendo que esta cadeia produtiva se mostra como um dos mais importantes segmentos econômicos do agronegócio brasileiro, com volume estimado de produção de 43,6 milhões de toneladas em 2012. Produzem-se frutas em praticamente todos os estados brasileiros, sendo que cerca de 53% da produção tem sido destinada ao mercado de frutas processadas e 47% ao mercado de frutas frescas (IBRAF, 2013).

Devido ao constante crescimento dessa atividade e sua importância econômica, há em contrapartida a geração de uma grande quantidade de resíduos, estimando-se que os mesmos possam representar mais de 40% do volume total de frutas processadas (SILVA, 2014). Estes resíduos, em geral, são constituídos por uma mistura de cascas, sementes e bagaços, cuja destinação mais comum tem sido o descarte ou produção de adubos. Entretanto, estudos recentes têm apontado que a grande maioria desse material é rica em compostos importantes à saúde humana como antioxidantes e fibras, alguns em quantidade até mesmo superior que na polpa e sucos produzidos (WOLFE et al., 2003; MANACH et al., 2004; AJILA et al., 2007).

Dentre as frutas processadas, destaca-se o maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*), conhecido como maracujá azedo ou ácido, que é rico em minerais e vitaminas, principalmente A e C, e muito apreciado pela qualidade de seu suco, que apresenta aroma e sabor agradáveis (PEREIRA et al., 2006). O Brasil é o líder na produção mundial desse fruto, ultrapassando as 776 mil toneladas em 2012, sendo que do maracujá utilizado pelas indústrias aproveita-se somente a polpa, descartando-se as cascas e sementes que podem representar de 65 a 70% do peso do fruto (OLIVEIRA et al., 2002; IBGE, 2012).

Desse modo, se torna importante buscar um aproveitamento viável desses resíduos, seja como complemento na alimentação animal ou até mesmo para emprego na alimentação humana, como na produção de farinhas, biscoitos, doces e suplementos alimentares.

Devido à alta umidade presente no resíduo após o processamento, a desidratação, uma das mais antigas e usuais operações unitárias, destaca-se como alternativa. A utilização de processos de desidratação em alimentos já vem sendo utilizada há muitos anos e com

resultados bastante satisfatórios, já que tem se mostrado como um dos métodos mais simples, baratos e efetivos de conservação de alimentos, eliminando uma grande quantidade de água, o que impede a proliferação de bactérias e outros micro-organismos, que tornariam a vida útil (ou de prateleira) desses alimentos bastante reduzida (BORTOLOTTI, 2012).

Dentre os principais métodos de desidratação, pode-se citar o uso do ar quente, um dos mais populares e que consiste na passagem de um fluxo de ar aquecido através de amostras específicas, dispostas em equipamentos denominados secadores, como por exemplo, secadores de leito fixo, rotatórios ou de jorro, dentre outros (SILVA et al., 2013); o uso de radiação infravermelha, onde a energia oriunda dessa frequência de onda penetra na superfície dos alimentos e se converte em calor, removendo a água (TOGRUL, 2005) ou até mesmo micro-ondas, onde a energia é absorvida e convertida em calor por mecanismos dipolares e iônicos (CHANDRASEKARAN et al., 2013). Ainda pode-se citar a liofilização, processo mais recente, onde os alimentos, expostos a baixas temperaturas e pressões, têm sua umidade removida por sublimação, sendo considerada uma das metodologias mais eficientes de desidratação e manutenção de compostos bioativos (MARQUES et al., 2007).

Dentro de todo esse contexto, o objetivo desse trabalho foi avaliar o impacto de diferentes metodologias de desidratação no resíduo de processamento de maracujá-amarelo, verificando as variáveis impactantes no processo de remoção de umidade e suas consequências nos teores de compostos bioativos presentes no material. Em vista disso, os objetivos específicos desse estudo foram a realização da caracterização do resíduo; a avaliação e influência das variáveis operacionais em cada método de desidratação estudado (ar quente, infravermelho, micro-ondas e liofilização), estabelecendo sua cinética de remoção de umidade; avaliação dos efeitos da remoção de umidade nos compostos bioativos: fenólicos, flavonoides, ácido cítrico, ácido ascórbico e pectina; bem como a escolha da melhor metodologia, de forma global, que validaria um possível aproveitamento e aplicação desse resíduo.

Capítulo 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta o levantamento bibliográfico realizado sobre os assuntos envolvidos nesse trabalho. Dessa forma, foi apresentado o panorama da fruticultura brasileira; o maracujá, suas características e propriedades; a importância dos alimentos funcionais e compostos bioativos e uma visão geral dos métodos de desidratação, incluindo de forma detalhada, aqueles utilizados neste estudo (ar quente, infravermelho, micro-ondas e liofilização). Ao término, têm-se a citação de alguns trabalhos encontrados na literatura envolvendo o uso do maracujá e seus resíduos.

2.1 – Fruticultura Brasileira

O Brasil é o terceiro maior produtor de frutas do mundo. A produção nacional atingiu cerca de 43,6 milhões de toneladas em 2012, ficando atrás apenas da China e da Índia. Em torno de 53% da produção brasileira é destinada ao mercado de frutas processadas e 47% ao mercado de frutas frescas. Produz-se frutas em todos os estados brasileiros, mas a distribuição da produção é concentrada em cinco estados: São Paulo, com 43% do volume total, seguido por Bahia (12%), Rio Grande do Sul (6%), Minas Gerais (6%) e Pará (3,7%). Dentre as principais frutas produzidas, a laranja destaca-se com um volume total de 19 milhões de toneladas, seguida pela banana (6,9 milhões), abacaxi (3,2 milhões) e melancia (2,2 milhões). (IBRAF, 2013).

A fruticultura, além da sua importância na alimentação do ser humano, vem sendo reconhecida por seu importante caráter econômico para as diversas regiões do Brasil. Essa atividade econômica está entre as principais geradoras de renda, de empregos e de desenvolvimento rural. Os altos níveis de produção e os resultados comerciais obtidos nas últimas safras são fatores que demonstram o poder deste setor (EMBRAPA, 2003; BELING, 2005).

A produção brasileira de frutas processadas tem se expandido nos últimos anos, sendo que a expansão na produção de sucos e concentrados já tem sido maior que no consumo de frutas frescas. Um crescimento considerável tem sido relatado também na produção de frutas congeladas e de intermediários de processo. Por outro lado, a produção de frutas

desidratadas é bastante escassa, onde se sobressai a fabricação de banana-passa, mas há registros que algumas empresas já estão colocando no mercado brasileiro frutas desidratadas obtidas por secagem e liofilização, como chips, *snacks* e granulados de maçã, banana, morango, açaí e acerola (IBRAF, 2013).

Como consequência desse aumento no processamento de frutas, a geração de resíduos ou subprodutos agroindustriais também aumentou. O descarte representa, além de inúmeros problemas ambientais, perda de matéria-prima e energia. Sendo assim, são exigidos investimentos significativos capazes de amenizar o impacto negativo causado à natureza (PELIZER et al., 2007). Estes resíduos, em geral, constituem uma mistura heterogênea de sementes, bagaços e cascas, que na maioria das frutas são ricos em ácido ascórbico, tocoferóis, carotenoides e em compostos fenólicos (WOLFE et al., 2003; MANACH et al., 2004), além de conter grande quantidade de sólidos em suspensão, pH elevado e alto conteúdo de umidade (80-90%). Dessa forma, torna-se essencial para o setor industrial agregar valor econômico e tecnológico aos mesmos, sendo que para isso estudos científicos se tornam necessários.

2.2 – Maracujá

O maracujá é um fruto originário da América Tropical, produzido pelas plantas do gênero *Passiflora*, com mais de 150 espécies utilizadas para consumo humano. As espécies mais produzidas no Brasil e no mundo são o maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*), maracujá-roxo (*Passiflora edulis Sims.*) e o maracujá-doce (*Passiflora alata*). O maracujá-amarelo é o mais cultivado no mundo, responsável por mais de 95% da produção do Brasil e utilizado principalmente no preparo de sucos. O maracujá-roxo e doce são destinados em sua maior parte para o mercado de frutas frescas, por serem menos ácidos e mais doces que a espécie amarela (CEPLAC, 2015).

O maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*), utilizado neste trabalho, também conhecido como maracujá azedo ou ácido, é rico em minerais e vitaminas, principalmente A e C, e muito apreciado pela qualidade de seu suco, que apresenta aroma e sabor agradáveis (PEREIRA et al., 2006). Tal fruto é do tipo baga, de forma oval ou subglobosa, com grande variação quanto ao tamanho e coloração da polpa. Tem em média 7 cm de comprimento por 6 cm de largura e peso entre 44 e 160 g. A casca é coriácea e de cor

amarelo intenso no fim do amadurecimento. É um fruto carnoso, com as sementes cobertas pelo arilo (mucilagem), onde se encontra um suco amarelo-alaranjado muito aromático e nutritivo. O suco possui de 13 a 18% de sólidos solúveis, cujos principais componentes são os açúcares (sacarose, glicose e frutose). Possui de 200 a 300 sementes em cada fruto (SEBRAE, 2015).



Figura 2.1 – O maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*)

O maracujazeiro é uma planta trepadeira de grande porte, semilenhosa, vigorosa e de crescimento rápido, podendo atingir até 10 metros de comprimento. Fixa-se nos apoios por meio de gavinhas. As folhas são lisas e pontiagudas e possuem de 3 a 7 lóbulos. As flores são azuis com filamentos escuros e assemelham-se às orquídeas. Os princípios ativos maracujina, passiflorine e calmofilase são encontrados em toda a planta, principalmente nas folhas, conferindo ao maracujazeiro propriedades calmantes, hipnóticas, analgésicas e anti-inflamatórias (SEBRAE, 2015).

O maracujá é utilizado para consumo fresco, mas sua maior importância econômica está na utilização para fins industriais, principalmente na fabricação de sucos. A fruta é processada para fabricação de suco integral a 14° Brix, néctar e suco concentrado a 50° Brix. O suco possui alto valor nutritivo e excelentes características sensoriais. A polpa pode ser, ainda, utilizada na preparação de sorvetes, vinhos, licores ou doces (SEBRAE, 2015).

A casca de maracujá, que representa 40% a 50% do peso da fruta, é considerada resíduo industrial, assim como as sementes. Estudos buscam o aproveitamento de suas características e propriedades funcionais, que podem ser utilizadas para o desenvolvimento de novos produtos. O albedo da casca (parte branca) é rico em pectina, niacina (vitamina B3), ferro, cálcio, fósforo e fibras diversas. Das sementes pode ser extraído óleo de aproveitamento

industrial. As sementes, no maracujá representam cerca de 6% a 12% do peso total do fruto e podem ser boas fontes de carboidratos, proteínas e minerais. O percentual de óleo na semente de maracujá alcança cerca de 25,7% do peso do farelo seco obtido e possui elevado teor de ácidos graxos insaturados (SEBRAE, 2015).

O Brasil é o maior produtor mundial de maracujá, seguido pela Colômbia, Peru e Equador. Segundo IBGE (2012), a produção brasileira ultrapassou as 776 mil toneladas em uma área de cultivo de aproximadamente 57 mil hectares. A Bahia é o principal produtor (cerca de 41,3% do total), seguida por Ceará, Minas Gerais e Sergipe (Figura 2.2). Quase a totalidade da produção brasileira é da variedade amarelo ou azedo, que tem melhor aproveitamento industrial, destino de boa parte da fruta para fabricação, principalmente, de suco. A comercialização da fruta fresca é feita nas feiras livres, mercados municipais, atacadistas, indústria de sucos e para exportação.

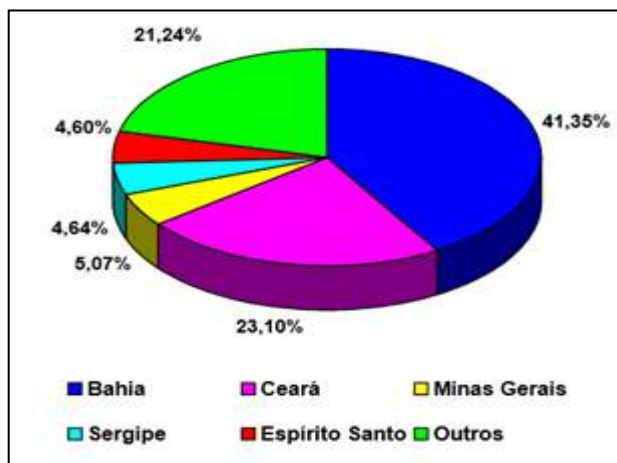


Figura 2.2 – Principais estados produtores de maracujá no Brasil (IBGE, 2012)

Além dos constituintes calmantes e analgésicos já citados, o maracujá apresenta em sua composição compostos importantes como glicosídeos, fenóis, alcaloides, carotenoides, ácido L-ascórbico, antocianinas, lactonas, óleos voláteis, aminoácidos, carboidratos, enzimas citoplasmáticas e variados compostos de aroma (FALEIRO et al., 2005), sem contar a presença de fibras importantes industrialmente como a pectina. Juntando-se a isso o fato dos grandes volumes de produção que representam inúmeras toneladas, agregar valor aos resíduos do cultivo do maracujá tem sido foco de diversos estudos e tem despertado o interesse sócio-econômico, científico e tecnológico (FERRARI et al., 2004).

2.3 – Alimentos Funcionais e Compostos Bioativos

O termo “alimentos funcionais” foi primeiramente introduzido no Japão, na década de 1980, e se refere aos alimentos processados que contêm ingredientes que auxiliam funções específicas do corpo, além de serem nutritivos – os chamados compostos bioativos. O Comitê de Alimentos e Nutrição do Instituto de Medicina da FNB (Federação Náutica de Brasília) define alimentos funcionais como qualquer alimento ou ingrediente que possa proporcionar um benefício à saúde, além dos nutrientes tradicionais que eles contêm (HASLER, 1998). Entre os fatores que aceleram o interesse nos alimentos funcionais podem-se citar os avanços na ciência e tecnologia, o aumento dos gastos destinados à saúde, o envelhecimento da população, e um maior enfoque nos benefícios atingidos por meio da dieta (BORTOLOTTI, 2012).

Entre os compostos bioativos destacam-se as substâncias antioxidantes, que ajudam a proteger o organismo humano contra o estresse oxidativo, o qual gera excesso de radicais livres que podem causar alterações no DNA, envelhecimento precoce, doenças cardiovasculares, degenerativas e neurológicas. Um antioxidante pode ser definido então, como qualquer substância que, quando presente em baixas concentrações comparadas à de substrato oxidável, retarda significativamente ou inibe a oxidação daquele substrato. Além dos antioxidantes produzidos pelo próprio organismo, existem também compostos providos pela dieta que, por suas propriedades estruturais, possuem atividade antioxidante. Dentre esse compostos têm destaque os fenólicos e flavonoides totais, oriundos de produtos naturais, que atuam como sequestradores de radicais livres e quelantes na etapa de iniciação e propagação do processo oxidativo (DIPLOCK et al., 1988; SIES, 1991; SHAHIDI et al., 1992; SOUSA DE SÁ, 2012).

Entre os principais compostos bioativos presentes nas frutas e que apresentam essa atividade antioxidante pode-se citar o ácido ascórbico (vitamina C), os compostos fenólicos, os flavonoides e os carotenoides (PODSEDEK, 2007). Evidências epidemiológicas têm mostrado que existe uma correlação inversa entre o consumo regular de frutas e hortaliças e a prevalência de algumas doenças degenerativas (TEMPLE, 2000). Dessa forma, verificar a presença de tais compostos também nos resíduos do processamento de frutas permite verificar o potencial dos mesmos para um posterior aproveitamento nos processos industriais ou até mesmo em outras aplicações, como a produção de farinhas e suplementos alimentares, por exemplo.

Cabe ainda ressaltar que, como estudado por Faleiro et al. (2005), o maracujá apresenta vários desses compostos dispersos em sua polpa, cascas e sementes, além da presença de pectina, fibra de carácter dietético, cuja atuação como composto bioativo e na prevenção de doenças já vem sendo verificada há alguns anos. Nos itens a seguir tem-se uma explicação mais detalhada de cada um dos compostos cujos teores foram alvo de verificação e estudo neste trabalho.

2.3.1 – Compostos Fenólicos

Os compostos fenólicos e polifenólicos constituem um amplo grupo de substâncias químicas, considerados metabólitos secundários das plantas, com diferentes estruturas químicas e atividades, englobando mais de 8000 compostos distintos. A distribuição dos compostos fenólicos nos tecidos e células vegetais varia consideravelmente de acordo com o tipo de composto químico, situando-se no interior das células e na parede celular (MARTÍNEZ-VALVERDE et al., 2000). Esses compostos contribuem para qualidades sensoriais, como cor, sabor e aroma de frutas, vegetais frescos e seus produtos. Além disso, muitos fenólicos apresentam atividades antioxidante, antialérgica, anticarcinogênica, antimicrobianas, entre outras (KIM et al., 2003).

Quimicamente, os compostos fenólicos são substâncias que possuem um anel aromático com um ou mais grupos hidróxidos (Figura 2.3), incluindo derivados funcionais e cuja síntese não ocorre na espécie humana. Variam desde moléculas simples, como ácidos fenólicos, até compostos altamente polimerizados, como os taninos (MARTÍNEZ-VALVERDE et al., 2000). Estes compostos podem ser classificados em diferentes grupos em função do número de anéis de fenol que contêm e dos elementos estruturais que ligam estes anéis (SOARES et al., 2008), sendo distribuídos em quatro grupos: 1) ácidos fenólicos derivados de ácidos hidroxibenzoicos, como ácido gálico e ácido hidroxicinâmico; 2) flavonoides, os quais incluem flavonas, isoflavonas, flavanonas, antocianidinas e flavonóis; 3) estilbenos, cujo representante mais conhecido é o resveratrol; 4) taninos, que são divididos em galotaninos e elagitaninos ou taninos hidrolisáveis (BUTTERFIELD et al., 2002; ISHIMOTO et al., 2006). Segundo Pietta (2000), os grupos que tem apresentado maior importância funcional são os ácidos fenólicos, os ácidos hidroxicinâmicos, os flavonoides e os taninos.

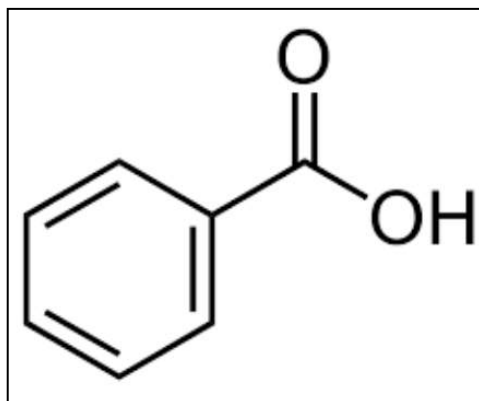


Figura 2.3 – Estrutura química básica dos compostos fenólicos

As propriedades biológicas dos compostos fenólicos estão relacionadas com a atividade antioxidante que cada fenol exerce sobre determinado meio. A atividade dos antioxidantes, por sua vez, depende de sua estrutura química, podendo ser determinada pela ação da molécula como agente redutor na velocidade de inativação do radical livre, reatividade com outros antioxidantes e potencial de quelação de metais (MAMEDE; PASTORE, 2004).

As frutas, principalmente as que apresentam a coloração vermelha e azul (como uvas, ameixas, acerola, jamelão, cereja, dentre outras), são as mais importantes fontes de compostos fenólicos na dieta. Muitos destes apresentam uma grande gama de efeitos biológicos, incluindo ações antioxidantes, além de antimicrobiana, antiplaquetária, anti-inflamatória e vasodilatadora (DEGASPARI; WASZCZYNSKY, 2004). A atividade antioxidante dos compostos fenólicos é interessante desde o ponto de vista tecnológico, até nutricional. Assim, esses compostos intervêm como antioxidantes naturais do alimento e a obtenção ou preparação de alimentos com um alto conteúdo destes supõem uma redução na utilização de aditivos antioxidantes, resultando em alimentos mais saudáveis, que podem ser incluídos dentro da classe dos alimentos funcionais (MARTÍNEZ-VALVERDE et al., 2000).

Janiques et al. (2013) concluíram que a utilização de polifenóis como agentes antioxidantes pode representar uma nova abordagem no combate aos danos provocados pelo excesso de radicais livres. Além disso, estes compostos podem interferir de maneira positiva nos mecanismos celulares, incluindo atividade enzimática e expressão gênica de fatores nucleares envolvidos no processo inflamatório. Desta forma, os compostos fenólicos, sejam estes presentes em alimentos ou suplementados na forma de cápsulas, são substâncias bioativas que parecem ser capazes de auxiliar no controle de complicações comuns na

população como doenças renais crônicas, o estresse oxidativo, a inflamação e as desordens cardiovasculares.

2.3.2 – Flavonoides

Os flavonoides correspondem ao mais importante e diversificado grupo dentro dos compostos fenólicos, dividindo-se em várias subclasses com mais de 5000 compostos (BOBBIO; BOBBIO, 1995; PIETTA, 2000). Em geral, correspondem aos seguintes subgrupos: antocianinas (cianidina, delphinidina), flavanas (catequina, epicatequina, luteoforol, procianidina, theaflavina), flavanonas (hesperidina, naringenina), flavonas (apigenina, luteolina, diomestina, tangeritina, nobiletina, tricetina), flavonóis (quercetina, rutina, miricetina) e isoflavonoides (daidzeína, genisteína) (LOPES, 2000).

A maioria dos representantes desta classe possui 15 átomos de carbono no seu núcleo fundamental, constituído de duas fenilas, ligadas por uma cadeia de três carbonos entre elas. A estrutura dos flavonoides consiste de um esqueleto de difenil-propano ($C_6-C_3-C_6$) com dois anéis benzênicos (A e B) ligado a um anel pirano (C) – *vide* Figura 2.4 (BEHLING et al., 2004). A estrutura química dos flavonoides favorece sua ação antioxidante. Os hidrogênios dos grupos hidroxilas adjacentes (orto-difenóis), localizados em várias posições dos anéis, as duplas ligações dos anéis benzênicos e a dupla ligação da função oxo ($-C=O$) de algumas moléculas de flavonoides fornecem a esses compostos alta atividade antioxidante (HRAZDINA et al., 1970; RICE-EVANS et al., 1996).

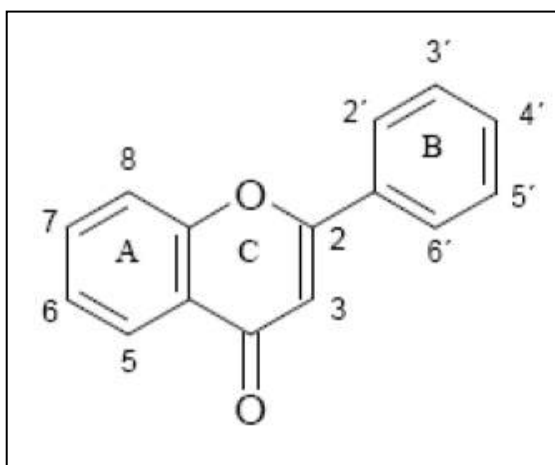


Figura 2.4 – Estrutura química dos flavonoides (BEHLING et al., 2004)

Os flavonoides estão presentes na maioria das plantas, concentrados em sementes, frutos, cascas, raízes, folhas e flores (FELDMANN, 2001). As principais fontes de flavonoides incluem frutos (uvas, cerejas, maçãs, groselhas, frutas cítricas, acerola, entre outros) e hortaliças (pimenta, tomate, espinafre, cebola, brócolis, dentre outras folhosas) (BARNES et al., 2001), sendo seu consumo estimado na dieta humana entre 1 a 2 g por dia (DE VRIES et al., 1997).

O interesse econômico dos flavonoides é decorrente de suas diferentes propriedades. Ensaios biológicos usando combinações isoladas revelam que os flavonoides exibem uma grande ação sobre os sistemas biológicos demonstrando efeitos antimicrobiano, antiviral, antiulcerogênico, citotóxico, antineoplásico, antioxidante, anti-hepatotóxico, anti-hipertensivo, hipolipidêmico, anti-inflamatório e anti-plaquetário. Também demonstraram aumento na permeabilidade capilar, inibição da exudação proteica e migração de leucócitos (PELZER et al., 1998). Estes efeitos podem estar relacionados às propriedades inibitórias que os flavonoides desempenham nos vários sistemas enzimáticos incluindo hidrolases, isomerases, oxigenases, oxidoredutases, polimerases, fosfatases, proteínas fosfoquinases e aminoácido oxidases (FERGUSON, 2001).

Dessa forma, determinar a concentração de flavonoides nos alimentos é considerado uma prioridade (NEUHOUSER, 2004; SCALBERT et al., 2005). Cabe ressaltar que a composição de flavonoides de algumas frutas já tem sido apresentada na literatura, entretanto, mais dados são necessários, visto que essa composição varia de acordo com a variação na cultura, o tempo, o clima, grau de maturação, processamento e armazenagem (ROBARDS; ANTOLOVICH, 1997, AHERNE; O'BRIEN, 2002).

2.3.3 – Ácido Cítrico

O ácido cítrico ou citrato de hidrogênio é um ácido orgânico tricarboxílico fraco, presente na maioria das frutas, sobretudo em cítricos com o limão e a laranja. Corresponde ao ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico, de fórmula $C_6H_8O_7$. Na temperatura ambiente corresponde a um sólido branco e cristalino (Figura 2.5), de sabor levemente ácido, com ponto de fusão de 153°C, massa molecular 192,123 g/mol, densidade 1,665 g/cm³, acidez (pKa): 3,15 (primeira), 4,77 (segunda) e 6,40 (terceira).

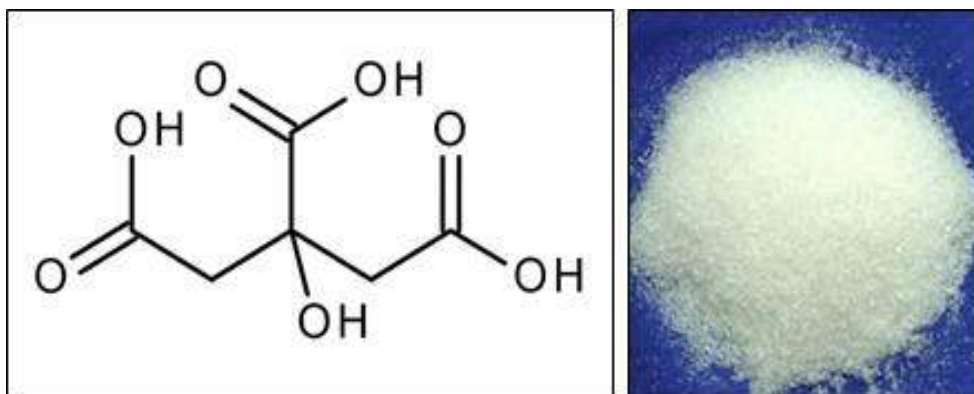


Figura 2.5 – Estrutura química e aspecto visual do ácido cítrico

Oliveira (2009) estudou a solubilidade do ácido cítrico em misturas hidro-alcóolicas, observando que o mesmo é solúvel em água, sendo que na temperatura de 293,7 K, a solubilidade foi igual a 59,78 g de produto anidro por 100 g de solução saturada. Já em etanol a 294,2 K, obteve a solubilidade de 57,93 g de produto anidro por 100 g de solução saturada. Foi concluído também que a solubilidade deste ácido, em água, é função direta da temperatura.

O ácido cítrico além de antioxidante, também é um agente quelante e é usado juntamente com o ácido ascórbico para formar quelatos de baixo peso molecular com o ferro aumentando, assim, sua absorção pelo organismo; quelar pró-oxidantes, os quais podem causar rancidez e também para inativar enzimas como a polifenoloxidase que provocam reações de escurecimento (HANSULD; BRIANT, 1954).

É considerado o acidulante mais versátil e amplamente utilizado nas indústrias de alimentos e bebidas por apresentar sabor agradável, baixa toxicidade e alta solubilidade. Auxilia na retenção da carbonatação, potencializa os conservantes, confere sabor “frutal” característico, prolonga a estabilidade da vitamina C, realça aromas e tampona o meio. É utilizado ainda, devido à sua capacidade de complexação com metais pesados e como estabilizante de óleos e gorduras para reduzir a sua oxidação catalisada por estes metais (SILVA, 2014).

Seu processo de fabricação ocorre pelo processo de fermentação de um carboidrato a partir de sacarose ou dextrose, utilizando como micro-organismo o *Aspergillus niger*, podendo ser produzido na forma anidra (granular) ou líquida. Suas aplicações se dão nas indústrias de refrigerantes, sucos, vinhos, balas, cremes, gorduras, maioneses, óleos, produtos

lácteos e sorvetes, fornecendo acidez, realçando sabores e atuando como conservante e antioxidante (CARGILL, 2015).

2.3.4 – Ácido Ascórbico

O ácido ascórbico, popularmente conhecido como vitamina C, é um poderoso antioxidante e funciona como agente preservativo em alimentos, evitando escurecimento e outras reações oxidativas. As moléculas do ácido ascórbico sofrem oxidação antes que as outras moléculas do alimento se oxidem, impedindo e protegendo essas outras moléculas da oxidação (PIETTA, 2000).

Sua fórmula química corresponde ao ácido 2,3-enediol-L-gulônico (Figura 2.6) que é um sólido branco ou amarelado, cristalino com ponto de fusão de 190 a 192°C, massa molecular 176,13 g/mol, densidade 1,65 g/cm³, acidez (pKa): 4,17 (primeira), 11,6 (segunda) bastante solúvel em água e etanol absoluto, insolúvel nos solventes orgânicos comuns, como clorofórmio, benzeno e éter e tem sabor ácido com gosto semelhante ao suco de laranja. No estado sólido é relativamente estável. No entanto, quando em solução, é facilmente oxidado, em reação de equilíbrio ao ácido L-dehidroascórbico. Devido a tais propriedades, o ácido ascórbico é considerado como uma vitamina hidrossolúvel, facilmente absorvida pelo organismo, que absorve a quantidade necessária para a manutenção de funções orgânicas e elimina o excesso na urina (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

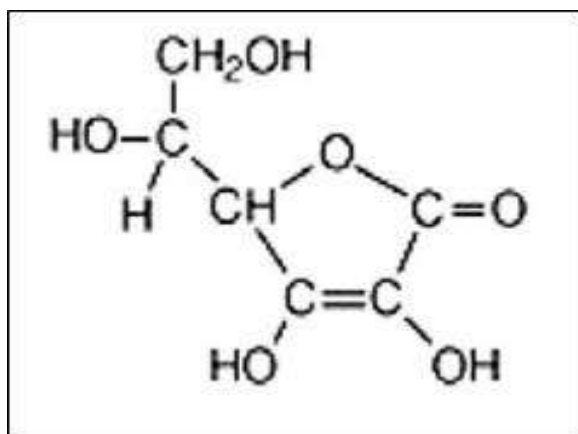


Figura 2.6 – Estrutura química do ácido ascórbico

Por apresentar atividade antioxidante, a vitamina C é a primeira linha de defesa contra radicais derivados do oxigênio em meio aquoso. Essa vitamina reage diretamente com

superóxidos, radicais hidroxilas e oxigênio. Tem grande importância fisiológica devido à sua participação em diversos eventos no organismo, como formação de tecido conjuntivo, produção de hormônios e anticorpos, biossíntese de aminoácidos e prevenção de escorbuto. É considerado um antioxidante fisiológico versátil, pois pode exercer ação nos compartimentos intra e extracelulares (BENDICH; LANGSETH, 1995). O ácido ascórbico está ainda associado à regulação do colesterol, diminuição da concentração de chumbo no sangue, aumento da fertilidade e diminuição da suscetibilidade ao câncer (SILVA, 2014).

No ser humano adulto e sadio, a reserva de ácido ascórbico é de aproximadamente 1500 mg com uma ingestão média diária de 45 a 75 mg. Quando não ocorre a ingestão desta vitamina, aproximadamente 3% das reservas são diminuídas diariamente e os sintomas clínicos do escorbuto aparecem em 30 a 45 dias, quando a reserva orgânica cai abaixo de 300 mg (GUILLAND; LEQUEU, 1995).

Analisando a presença desse composto nas frutas e seus resíduos, verifica-se que o teor de vitamina C é influenciado por uma grande variedade de fatores como grau de maturação, tratamentos culturais, condições de plantio e manuseio pré e pós-colheita, bem como processamento e estocagem. Estes fatores podem ser controlados pelo emprego de tecnologia adequada (LEE; KADER, 2000). A ação do ácido ascórbico em sucos de frutas inclui o tipo de processamento, condições de estocagem, tipo de embalagem, pH, presença de oxigênio, luz, catalisadores metálicos e enzimas. Alguns autores também relatam a influência da concentração de sais e de açúcar e carga microbiana (LEE; CHEN, 1998; LEE; COATES, 1999). A estabilidade do ácido ascórbico aumenta em baixas temperaturas e a sua perda ocorre com facilidade durante o aquecimento dos alimentos (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

O consumo da vitamina C como suplementação alimentar ocorre principalmente pela ingestão de cápsulas e comprimidos efervescentes, mas há um mercado potencial de enriquecimento de alimentos, principalmente na formulação de sucos em pó, bebidas isotônicas e outros produtos de frutas, como sorvetes, doces e geleias. O crescimento do interesse do consumidor na ligação entre dieta e saúde tem causado uma grande demanda para esses produtos (BORTOLOTTI, 2012).

2.3.5 – Pectina

A pectina é um polissacarídeo complexo, constituinte da parede celular primária e das camadas intercelulares das plantas terrestres. Sua função básica é contribuir para a adesão entre as células e para a resistência mecânica da parede celular. Sua forma natural é a protopectina, que consiste na combinação da pectina com a celulose, hemicelulose e lignina presentes nas plantas, por ligações covalentes. A protopectina é insolúvel em água, mas pode ser facilmente decomposta por soluções ácidas liberando a pectina (THAKUR et al., 1997; PENNA, 2002; ORDOÑEZ-PEREDA, 2005).

A estrutura química da pectina (Figura 2.7) é constituída de uma cadeia principal linear de unidades repetidas de ácido D-galacturônico ligados covalentemente por ligações α -(1,4), onde os grupos carboxílicos podem ser metil esterificados em diferentes extensões (BOBBIO; BOBBIO, 1995). Tal estrutura tem sido alvo de investigações científicas para entender sua função no crescimento e no desenvolvimento da planta, durante o amadurecimento dos frutos, em processamento de alimentos e como fibra funcional. Como a maioria dos outros polissacarídeos, as pectinas são heterogêneas com respeito à estrutura química e o peso molecular, variando sua composição conforme a fonte de origem do tecido botânico e as condições de extração (THAKUR et. al, 1997; ORDOÑEZ-PEREDA, 2005).

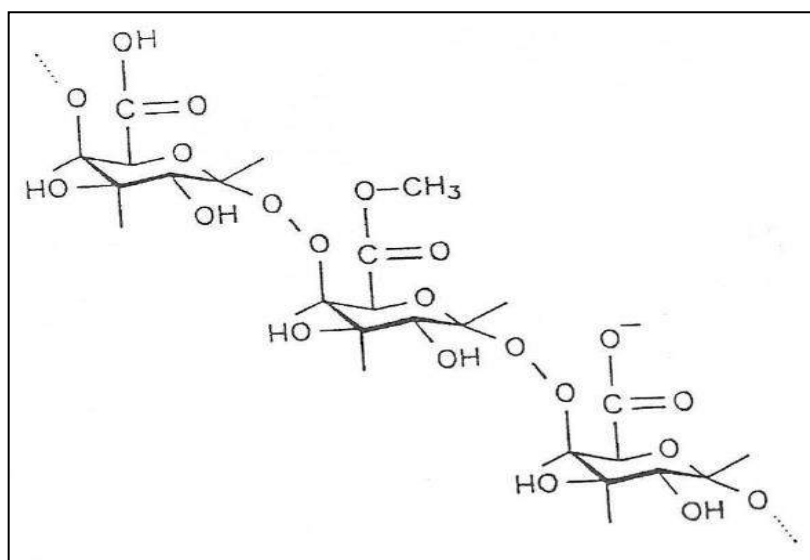


Figura 2.7 – Estrutura química de um segmento da molécula de pectina
(THAKUR et al., 1997)

A importância da pectina em alimentos é geralmente atribuída à formação de géis, sendo amplamente usada na produção de gomas, geleias, produtos lácteos, entre outros

(THAKUR et al., 1997; WILLATS et al., 2006). No entanto, nos últimos anos, a pectina vem sendo empregada também como fibra dietética solúvel por apresentar efeitos fisiológicos benéficos ao organismo humano, tais como redução dos níveis de colesterol, lipoproteínas, ácidos biliares e glicose (TERPSTRA et al., 1998; FIETZ; SALGADO, 1999; PIEDADE; CANNIATTI-BRAZACA, 2003).

O processo de obtenção da pectina geralmente abrange três estágios: extração aquosa do material da planta; purificação do extrato líquido e separação do extrato da pectina do líquido. A extração da pectina pode ser realizada por meio aquoso ácido, básico, com agentes quelantes ou por ação de enzimas (PINHEIRO, 2007). Por ser um processo composto por múltiplos estágios físicos e químicos, a hidrólise, a extração de macromoléculas do tecido vegetal e sua solubilização sofrem influência de diversos fatores como temperatura, pH, forma e tempo de extração (PAGÁN et al., 2001). Industrialmente, a extração da pectina geralmente é realizada utilizando-se água quente acidificada com um ácido inorgânico, como o ácido sulfúrico, clorídrico, fosfórico e nítrico (KOUBALA et al., 2008). O extrato obtido é submetido aos processos de filtração, clarificação e concentração para posteriormente ser comercializado na forma líquida. Pectina em pó pode ser produzida a partir da mistura do extrato líquido com álcool, sendo a pectina precipitada, seca e triturada (MAY, 1990).

As fontes mais usuais para a extração de pectina comercial são os albedos cítricos e o bagaço de maçã, sendo as frutas cítricas as mais utilizadas. Atualmente, existem inúmeras pesquisas sobre extração de pectina de diferentes fontes, ressaltando-se o aproveitamento de resíduos industriais. Isso se deve ao fato de que as pectinas extraídas podem apresentar características diferentes (grau de esterificação, tamanho das partículas, conteúdo de açúcares, teor de cinzas e outros) e consequentemente propriedades funcionais diferentes, o que possibilita sua aplicação de diferentes formas na indústria (MAY, 1990; THAKUR et al., 1997; WILLATS et al., 2006)

Há grande interesse na pesquisa com pectina, devido ao fato de ser natural e por possuir propriedades geleificantes, estabilizantes e espessantes em alimentos. Devido a evidências de que a pectina reduz níveis plasmáticos de colesterol e regula a glicose sanguínea, há um crescente aumento no consumo de alimentos e produtos alimentares com altos teores desta fibra solúvel (KLIEMANN, 2006). Isso tem sido confirmado por várias pesquisas que demonstraram que sua ingestão pode reduzir os níveis séricos de colesterol e triglicerídeos em ratos e também em seres humanos. Estudos realizados em seres humanos

também mostram que a pectina cítrica, além da goma guar e da *Psyllium* (semente de *Plantago ovato*) são agentes hipocolesterolêmicos (FIETZ; SALGADO, 1999).

2.4 – Desidratação

A desidratação ou secagem é uma das mais antigas e usuais operações unitárias encontradas nos processos industriais. Em geral, consiste de um processo térmico para retirar água ou voláteis de um material. Quando um sólido úmido é submetido à secagem térmica, dois processos ocorrem simultaneamente: a transferência de energia e a de massa. A transferência de energia (calor) ocorre a partir do ambiente dependendo de condições externas como temperatura, umidade do ar, fluxo e direção de ar, área de exposição do sólido (forma física) e pressão. Já a transferência de massa (umidade) pode ocorrer na superfície, bem como do interior para a superfície do material, com subsequente evaporação devido ao primeiro processo. O movimento interno da umidade no material é função da natureza física do sólido, sua temperatura e conteúdo de umidade (MUJUMDAR, 2007).

No entanto, não existe uma única relação teórica que possibilite generalizações para os tratamentos de secagem. Isto porque os materiais são muito diferentes devido à sua composição, estrutura e dimensões. Alguns materiais podem ser açucarados, o que faz com que se forme uma crosta que diminui a velocidade de secagem, já outros podem ter a sua superfície afetada pela desidratação, a qual provoca o encolhimento e pode causar fissuras. Ainda há materiais que possuem substâncias termosensíveis que devem ser tratados em condições controladas de temperatura e luminosidade, dentre vários outros exemplos (SILVA, 2014).

A desidratação quando bem realizada, evita deterioração do produto pela ação da umidade, torna o material mais manejável, reduz o custo do transporte, atende às exigências de consumo e favorece um aumento da vida útil do produto, que pode ser armazenado à temperatura ambiente, desde que adequadamente acondicionado (SANTOS, 2010). Permite ainda o aproveitamento de materiais considerados resíduos de processamento, os quais possuem elevado potencial alimentício. No entanto, quanto menores as perdas nutricionais mais onerosos são os processos de desidratação, evidenciando a necessidade de mais estudos de novos equipamentos e a otimização dos já existentes (SILVA, 2014).

No que diz respeito à desidratação de resíduos de processamento de frutas, esta técnica mostra-se bastante promissora, pois torna possível o aproveitamento e consequente redução de descarte inadequado desses materiais no ambiente. Contudo, para viabilizar estes processos são necessários estudos detalhados para se obter técnicas que garantam a retenção dos compostos bioativos, a homogeneidade do produto, baixo custo de operação e uma capacidade de processamento que atenda o volume de material gerado pelas indústrias. Neste sentido, a busca por equipamentos cada vez mais eficientes para a secagem de resíduos agroindustriais é fundamental.

2.4.1 – Cinética de Desidratação

A cinética de desidratação consiste no estudo do comportamento da retirada de umidade do material de acordo com os mais variados métodos de desidratação pelos quais o mesmo é submetido. Estudos de cinética possibilitam estabelecer equações das umidades ou mesmo dos adimensionais de umidade, em função do tempo para os diferentes períodos de secagem. Para esse equacionamento, em geral utilizam-se modelos matemáticos que se classificam em três classes: empíricos, semi-empíricos e teóricos.

Os modelos empíricos apresentam como vantagem em relação aos modelos teóricos um bom ajuste dos dados e uma completa flexibilidade da abordagem, mas apresentam como desvantagem o fato de não apresentar credibilidade fora da faixa medida, não se basear em princípios físicos fundamentais e ser utilizados apenas em problemas bem particulares (MOREIRA, 2000).

Os modelos semi-empíricos apresentam como vantagem sobre os modelos empíricos o fato de serem mais fundamentados em teoria, sendo que a dependência que a secagem apresenta pela temperatura, pressão e umidade relativa pode ser incorporada nas equações. Como desvantagem, apresentam simplificações teóricas as quais são submetidos (MOREIRA, 2000).

Os modelos teóricos apresentam como vantagem o fato de serem mais próximos dos princípios teóricos, que os modelos empíricos ou semi-empíricos, de terem mais credibilidade para extrapolação e de terem melhor reconhecimento das inter-relações entre as variáveis. Porém, apresentam como desvantagem uma matemática mais complexa e um maior tempo de

desenvolvimento, além da possível presença de parâmetros desconhecidos (MOREIRA, 2000).

Cabe ressaltar que cada método de desidratação pode apresentar estágios diferentes de remoção de umidade, de acordo com a técnica envolvida. Nos tópicos a seguir são mostrados detalhadamente cada uma das metodologias de desidratação utilizadas neste trabalho, seus estágios, cinética e o potencial de sua aplicação no resíduo de processamento de maracujá.

2.4.2 – Metodologias de Desidratação

2.4.2.1 – Ar quente

A desidratação utilizando ar quente, é um dos mais antigos processos de conservação de alimentos e consiste na exposição do material a ser seco a um fluxo contínuo de ar aquecido que permite que a água evapore, reduzindo a umidade do material. O principal fenômeno de transferência de calor ligado a esse processo é a convecção (por isso, também é denominada por secagem convectiva) e envolve transporte de massa e energia simultâneos. A desidratação por ar quente pode estender a vida útil de um produto em até um ano, mas a qualidade do produto final é fortemente dependente das condições operacionais (RATTI, 2001).

O mecanismo de funcionamento é simples: uma vez que o material é colocado em contato com o ar quente, ocorre a transferência do calor do ar para o produto sob o efeito da diferença de temperatura entre eles. Simultaneamente, a diferença de pressão parcial de vapor d'água existente entre o ar e a superfície do produto determina uma transferência de massa para o ar, que se faz na forma de vapor d'água. Uma parte do calor que chega ao produto é utilizada para vaporizar essa água. Dessa forma tem-se dois processos envolvidos: a transferência de água para a superfície do material que está sendo seco e a remoção do vapor de água dessa superfície (JAYARAMAN; DAS GUPTA, 2007).

As transferências simultâneas de calor e massa que ocorrem na secagem por ar quente são divididas em três estágios. No primeiro estágio, chamado de período de indução ou estabilização, o produto é geralmente mais frio do que o ar, a pressão parcial de vapor d'água na superfície do produto é baixa e, por consequência, a transferência de massa e a velocidade de secagem são baixas. O calor chegando em excesso acarreta uma elevação da temperatura do

produto ocorrendo um aumento de pressão de vapor e da velocidade de secagem. Este fenômeno continua até que a transferência de calor compense exatamente a transferência de massa. Se a temperatura do ar for inferior àquela do produto, esta diminuirá até atingir o equilíbrio. A duração deste período muitas vezes é insignificante em relação ao tempo total de secagem (PARK et al. 2007).

No segundo estágio, tem-se o período de taxa constante de secagem. Durante este período, a água, presente em grande quantidade, evapora como água livre. A pressão de vapor de água na superfície é constante e igual à pressão de vapor de água pura à temperatura do produto. A temperatura do produto, por sua vez, é também constante e igual à temperatura de bulbo úmido. A velocidade de secagem é, portanto, constante. Este período continua enquanto a migração de água do interior até a superfície do produto seja suficiente para acompanhar a perda por evaporação de água na superfície (PARK et al. 2007).

No terceiro e último estágio tem-se o período de taxa decrescente de secagem. No momento em que a água começa a ser deficiente na superfície, a velocidade da secagem tende a diminuir. Neste período a troca de calor não é mais compensada e então a temperatura do produto tende a aumentar. O fator limitante passa a ser a migração da água do interior para a superfície. No final deste período o produto estará em equilíbrio com ar, não sendo possível mais a retirada de umidade (PARK et al. 2007).

Quatro principais fatores podem afetar a taxa e o tempo total de secagem nesse método: as propriedades físicas do material, especialmente tamanho e geometria das partículas; o arranjo geométrico do material em relação ao ar que o atravessa (disposto em tubos, camadas, bandejas); propriedades físicas do ar (temperatura, umidade e velocidade) e as características de projeto do equipamento de secagem (tipo do secador). A escolha de um método de secagem para determinado alimento é determinada pelas características finais do produto que se deseja obter, matéria-prima e economia (HOLDSWORTH, 1971).

Atualmente, a maioria das frutas e vegetais desidratados é produzida pelo método de secagem com ar quente, o qual é simplesmente o mais econômico entre todos os métodos, devido à possibilidade de desidratar grandes quantidades de material. Existem uma infinidade de tipos de secadores que se baseiam nesta técnica, dentre os quais se pode destacar os de leito fixo ou agitado, bandejas, gabinete, estufa, túneis, rotatórios, leito fluidizado e de jorro, esteiras e pneumáticos, sendo alimentados em processos batelada, contínuos e semi-contínuos, dentre outros (JAYARAMAN; DAS GUPTA, 2007).

A desidratação com ar quente em leito fixo é um processo no qual o leito de partículas (onde é colocado o material a ser secado) permanece estático e o ar quente percorre o leito transferindo calor para a fase sólida e retirando água (SOUZA, 2013). Essa camada pode ser definida como fina (ou delgada) e espessa dependendo de sua altura e quantidade de material (SILVA, 2015). O estudo de secagem em leito fixo por camada fina ou delgada é bastante interessante, pois possibilita o estudo da influência das variáveis do processo sobre a transferência de massa e energia, uma vez que há amplo controle das condições operacionais, sendo possível diferenciar os efeitos da temperatura, umidade e velocidade superficial do ar sobre o material que será secado (PRADO, 1999). Além disso, tal metodologia permite um estudo cinético mais eficiente, já que sua secagem é mais homogênea e pode ser utilizada como base nos projetos que utilizam camada espessa, já que representa uma unidade de volume da mesma.

Na literatura encontra-se uma série de trabalhos relacionando o uso dessa metodologia para a desidrataação de frutas e seus resíduos. Dentre os trabalhos realizados na FEQUI-UFU, pode-se citar a desidrataação de acerola em leito fixo-camada fina (DUZZIONI et al., 2013), abacaxi em leito fixo-camada fina (SILVA et al., 2013), mistura acerola-soja em leito de jorro (BORTOLOTTI et al., 2013), acerola em secador rotatório (SILVA, 2014) e acerola em leito fixo – camada fina e camada espessa (SILVA, 2015), todos apresentando bons resultados e eficiência na remoção de umidade desses materiais.

2.4.2.2 – Infravermelho

O infravermelho é uma radiação eletromagnética cujo comprimento de onda é maior do que o da luz visível, sendo por consequência invisível para os seres humanos. Tal radiação é liberada de todos os corpos que emitem calor e recebeu esse nome por possuir a frequência imediatamente menor que a da cor vermelha no espectro de cores (do latim *infra*, significa “abaixo”). Sua descoberta ocorreu no ano de 1880, quando o astrônomo inglês Willian Herschel estava fazendo estudos relacionados à capacidade de cada cor em produzir calor. Herschel verificou que a cor vermelha era a que mais apresentava calor, mas próxima à mesma havia uma radiação sem luz que conseguia atingir temperaturas maiores que o vermelho. O comprimento de onda do infravermelho possui tamanho aproximado entre 750 nm a 1 mm e atualmente tal radiação tem sido utilizada como mecanismo de transferência de

informações em aparelhos eletrônicos, como controles remotos e sensores, na medicina em tratamentos estéticos e musculares e em processos de aquecimentos e secagem diversos (BARR, 1961; RING, 2007).

Quando a radiação infravermelha é utilizada para aquecer ou secar materiais úmidos, a mesma penetra no material exposto e sua energia é convertida em calor (HEBBAR; ROSTAGI, 2001). Isso ocorre porque o infravermelho, ao penetrar na superfície exposta, cria um aquecimento interno através da vibração molecular do material, fazendo com que a radiação seja convertida em calor. A profundidade da penetração depende da composição e estrutura do material e também do comprimento de ondas da radiação infravermelha (GINZBURG, 1969).

O aquecimento por infravermelho é apropriado para desidratar finas camadas de material com grandes superfícies expostas a radiação. Produtos alimentícios submetidos à desidratação geralmente apresentam grandes quantidades de água. Por isso, a absorção da energia infravermelha pela água é uma importante variável, a qual afeta a cinética de remoção de umidade. Geralmente, materiais sólidos absorvem radiação infravermelha em uma fina camada superficial, entretanto, materiais mais porosos são penetrados pela radiação em certa profundidade e sua transmissividade depende do conteúdo de umidade presente (LAMPINEN et al, 1991). Durante a secagem, as propriedades de radiação do material estão em mudança devido ao decréscimo do conteúdo de água. Como consequência, sua refletividade aumenta e a absorção diminui.

A transferência de calor durante a secagem de alimentos por infravermelho difere substancialmente em relação com a desidratação por ar quente. Nesse caso, para materiais úmidos, as temperaturas mais altas ocorrem nas camadas próximas à superfície irradiada e são função do coeficiente de transferência. Quanto menor esse coeficiente, maiores as distâncias da superfície na qual o máximo de temperatura pode ocorrer (GINZBURG, 1969). Devido a isso, o calor gerado na superfície é conduzido na direção do centro do corpo tão bem quanto na sua superfície.

Já o calor da superfície é transferido para o ar circundante por convecção. Ao mesmo tempo, o transporte de massa, na forma de fluxo de água ocorre o tempo todo do centro do material para sua superfície. Como consequência disso, na superfície do material teremos fluxos concorrentes de calor e massa, enquanto que nas camadas mais profundas tais fluxos serão contracorrentes (NOWAK; LEWICKI, 2004). Tem sido observado que a taxa de

secagem de alimentos que passam por aquecimento infravermelho é mais alta quando comparada aos métodos convencionais por ar quente e aumenta com o aumento de energia fornecida pelo emissor de infravermelho (MASAMURA et al., 1988).

Segundo Hasatani et al. (1988), pode-se dividir a desidratação por infravermelho em três estágios. No primeiro, tem-se o aquecimento do material e uma taxa de secagem constante, com a água evaporando da superfície. A pressão de vapor da água da superfície é igual a pressão de vapor saturado na temperatura em que a superfície se encontra. O segundo estágio ocorre com o início da queda na taxa de secagem. Enquanto a superfície do material se torna seca a zona de evaporação de água recua para o centro do material. No terceiro e último estágio tem-se a água sendo transportada em forma de vapor através das camadas já secas do material.

A radiação infravermelha apresenta uma série de vantagens sobre o aquecimento por ar quente, uma vez que o material é aquecido intensamente, reduzindo o gradiente de temperatura no material em um curto período de tempo e, portanto, tornando o consumo de energia relativamente menor. Assim, obtém-se pontos positivos no seu uso como: decréscimo no tempo de desidratação, alta eficiência energética, uniformidade de temperatura no produto enquanto ele seca e baixa ou quase nenhuma necessidade de um fluxo de ar atravessando o material (SHARMA et al., 2005).

Devido ao fato do ar ser transparente a essa radiação, a energia é transferida diretamente para a superfície do material sem aquecer o ar circundante, reduzindo as perdas. Além disso, equipamentos de geração de infravermelho são compactos e podem ser automatizados com alto grau de controle dos parâmetros do processo. Isso é especialmente importante devido ao rápido aquecimento e a existência da possibilidade de superaquecimento do material (SAKAI; HANZAWA, 1994).

O uso da radiação infravermelha também é vantajosa, pois ela pode ser combinada com outros métodos de secagem, sendo que a combinação de infravermelho com secagem por ar quente já tem sido reportada com uma técnica bastante promissora (ABE; AFZAL, 1997). Cabe-se ressaltar que o aquecimento por infravermelho, por ser mais uniforme, pode resultar em melhores características de qualidade do que outros métodos (SAKAI; HANZAWA, 1994; NOWAK; LEWICKI, 2004), apesar de alguns trabalhos indicarem que possam ocorrer mudanças nas características físicas, químicas e funcionais de alguns materiais (FASINA et al., 1996).

Mesmo com todas essas vantagens, a aplicação de infravermelho no processamento de alimentos é bastante escassa. Ela é usada principalmente para aquecimento e cozimento de soja, cereais, sementes, produtos pré-prontos, carnes e frituras (RATTI; MUJUMDAR, 1995). Secadores em túnel com infravermelho são utilizados para secagem de algas, vegetais, macarrão e peixe. A secagem infravermelha também encontrou aplicação em análises de alimentos para se medir o conteúdo de umidade (HAGEN; DRAWERT, 1986). Já seu uso para desidratação de frutas pode ser citado na literatura em trabalhos utilizando castanha de caju (HEBBAR; ROSTAGI, 2001), maçã (NOWAK; LEWICKI, 2004; TOGRUL, 2005 e 2006), uva (CELMA et al., 2009), banana (PAN et al., 2008), dentre outros e com resultados bastante satisfatórios.

2.4.2.3 – Micro-ondas

Assim como o infravermelho, as micro-ondas são uma radiação eletromagnética de alto comprimento de onda, invisível aos olhos dos seres humanos. Seu comprimento de ondas está compreendido no intervalo de 1 mm a 1 m e sua frequência varia entre 300 MHz e 300 GHZ. As aplicações práticas de micro-ondas começaram durante a Segunda Guerra Mundial e os primeiros fornos micro-ondas domésticos foram inventados pouco tempo depois, em 1947, pelo engenheiro americano Percy Spencer (SCHIFFMANN, 2007).

Nos últimos vinte anos, a presença de fornos micro-ondas se tornou praticamente essencial na maioria das cozinhas. Os rápidos tempos de cozimento e maior economia de energia quando comparado aos métodos convencionais de preparo de alimentos são seus benefícios primários. Embora o uso de micro-ondas para cozimento de alimentos seja bastante difundido, a aplicação dessa tecnologia para processamento de materiais é relativamente recente, sendo que tal uso tem o potencial de oferecer vantagens similares aos métodos convencionais, porém com tempos de processamento reduzidos e economia de energia (VENKATESH; RAGHAVAN, 2004).

As micro-ondas têm a habilidade de penetrar os materiais e aquecê-los volumetricamente, ou seja, em toda sua extensão. Isso acontece devido à interação do campo elétrico gerado com as moléculas de água presentes no material (DATTA; ANANTHESWARAN, 2001). Dessa forma, o aquecimento e posterior desidratação por micro-ondas serão causados pela habilidade dos materiais em absorver essa radiação e

convertê-la em calor. O princípio do aquecimento de alimentos por essa metodologia ocorre devido a mecanismos dipolares e iônicos. A presença de umidade causa aquecimento dielétrico devido à natureza dipolar da água. Quando uma oscilação no campo elétrico na forma de micro-ondas incide nas moléculas de água, as moléculas polarizadas tentam se realinhar na direção do campo elétrico. Devido à alta frequência desse campo, esse realinhamento ocorre milhões de vezes por segundo e causa fricção interna das moléculas, resultando em aquecimento ao longo de todo volume do material. O aquecimento por micro-ondas também pode ocorrer devido à oscilação de íons que migram gerando calor na presença de oscilação de um campo elétrico de alta frequência (DATTA; DAVIDSON, 2000).

Em geral, o processo de desidratação por micro-ondas pode ser dividido em três estágios. No primeiro estágio, tem-se o período de aquecimento, no qual a energia de micro-ondas é convertida em energia térmica. Uma vez que a pressão de vapor da água no material é maior que no ambiente, o material começa a perder umidade, mas em taxas relativamente baixas. No segundo estágio, ocorre o período de secagem ou desidratação rápida, durante o qual um perfil de temperatura estável é estabelecido e a energia térmica convertida da radiação de micro-ondas é usada para a vaporização da umidade. No terceiro e último estágio, tem-se a redução na taxa de secagem, que ocorre quando a umidade local no material é reduzida para um ponto no qual a energia necessária para sua vaporização é menor que a energia térmica convertida das micro-ondas. A temperatura local, assim, pode elevar-se acima da temperatura de ebulição da água. Dessa forma, mesmo que a conversão da energia de micro-ondas em calor se reduza, a temperatura do alimento ainda pode continuar a aumentar, resultando em superaquecimento ou carbonização (ZHANG et al., 2006).

A habilidade de um material em converter energia de micro-ondas em calor pode ser compreendida pelo conhecimento de suas propriedades dielétricas. Tais propriedades são principalmente impactadas pela composição química do material, mas também podem ser por características físicas como tamanho da partícula, estrutura e densidade. Propriedades dielétricas de alimentos como frutas e vegetais dependem principalmente do seu conteúdo de água (CHANDRASEKARAN et al., 2013).

A desidratação por micro-ondas é rápida, mais uniforme e energeticamente eficiente quando comparada com o sistema convencional por ar quente. Neste caso, a remoção de umidade é acelerada e a transferência de calor para o sólido é retardada significativamente devido à ausência de convecção (MASKAN, 2000). Além disso, o uso de micro-ondas pode

impactar em sabor e aspectos nutricionais de alimentos em menor escala quando comparado aos métodos convencionais (VADIVAMBAL; JAYAS, 2010). E devido ao fato da energia ser concentrada em um único sistema, o micro-ondas ocupa apenas 20-35 % do espaço requerido por um secador convencional (MASKAN, 2000). A energia de micro-ondas pode ainda, quando combinada com outros métodos de desidratação, aumentar a eficiência de remoção de umidade e gerar produtos de melhor qualidade, dependendo das condições utilizadas (ZHANG et al., 2006).

Dentre as desvantagens da desidratação por micro-ondas pode-se citar que tal metodologia é conhecida por resultar em produtos de baixa qualidade se não for corretamente aplicada (MASKAN, 2000). Isso ocorre devido ao fato de que mesmo o aquecimento sendo volumétrico, pode haver a ocorrência de uma não uniformidade de distribuição de temperaturas, fazendo com que algumas regiões do material recebam calor muito mais rapidamente em comparação com outras, gerando diferenças no aquecimento (VADIVAMBAL; JAVAS, 2010). Dentre os parâmetros que podem afetar essa não uniformidade tem-se a profundidade da penetração, o fluxo de micro-ondas, duração do aquecimento (LOBO; DATTA, 1998), o tamanho e a forma do material a ser desidratado (VILAYANNUR et al., 1998).

O uso de micro-ondas em indústrias alimentícias inclui descongelamento, desidratação, cozimento, branqueamento, pasteurização, esterilização, têmpera, dentre outros (METAXAS; MEREDITH, 1983; DATTA; ANANTHESWARAN, 2001; GUPTA; WONG, 2007). Dentre os trabalhos com frutas encontrados na literatura pode-se citar sua aplicação na desidratação de banana (MASKAM, 2000; MOUSA; FARID, 2002), pêra (ARBALLO et al., 2010), frutas cítricas (GHANEN et al., 2012), maçã (ZAREIN et al, 2015), dentre outros.

2.4.2.4 – Liofilização

A liofilização é uma técnica de desidratação que consiste na retirada da umidade contida no material através do congelamento da parte líquida e posterior sublimação do gelo. Por trabalhar com baixas temperaturas e, geralmente sob vácuo, esse processo é recomendado para materiais termossensíveis, materiais biológicos, farmacêuticos, alimentos e produtos químicos, gerando produtos de qualidade superior quando comparados às outras técnicas de desidratação (MARQUES, 2008).

Não se sabe ao certo a data nem o local do surgimento da liofilização. Adams (1991) sugeriu que a técnica surgiu da preservação de peixes pelos esquimós utilizando os ventos árticos secos. Em 1933, o laboratório Flasdorf da Universidade da Pensilvânia preparou os primeiros produtos liofilizados utilizados em clínica (MOIA, 1994). Seu uso também foi relatado na Segunda Guerra mundial para preservação de sangue e tecidos (CELIKER; KISAKUREK, 1984). Mas a liofilização só foi despertar o interesse das indústrias após seu uso pela NASA na alimentação dos astronautas e em missões espaciais, já que o processo poderia trazer vantagens na qualidade, estocagem e transporte de alimentos (MARQUES, 2008).

O processo de liofilização necessita de pressões muito baixas (ou alto vácuo) para produzir uma taxa de remoção de umidade eficiente. O material precisa estar congelado a temperaturas menores que 0°C para manter a água no estado sólido. A grande parte da liofilização ocorre a temperaturas menores que -10°C e pressão absoluta de 2 mm de Hg ou menos (LIAPIS; BRUTTINI, 2007).

Em geral, divide-se a liofilização em três estágios principais: congelamento, primeiro estágio de secagem ou sublimação e segundo estágio de secagem ou dessorção. No congelamento, o material é submetido a baixas temperaturas que garantam que ele estará todo congelado. É um estágio de alta importância, pois irá determinar o desempenho global do processo de liofilização. Nesse processo haverá o congelamento da água e a formação de cristais de gelo, que irão determinar a eficiência de transferência de massa e retirada de umidade, dependendo de seu tamanho, formato e homogeneidade. Se os cristais de gelo forem pequenos e descontínuos, a transferência se torna limitada. Já se os cristais forem maiores e homogêneos, as taxas de transferência são maiores e o material pode ser liofilizado mais rapidamente (LIAPIS; BRUTTINI, 2007). Dessa forma, o método e a velocidade de congelamento se tornam bastante impactantes. Em geral, baixas taxas de congelamento, como as observadas em freezers convencionais, originam cristais de gelo maiores. Já a criogenia, utilizando nitrogênio líquido, vapor de nitrogênio ou dióxido de carbono, gera taxas de congelamento muito maiores, produzindo cristais menores (KUPRIANOFF, 1964; PITOMBO, 1989).

Com o material previamente congelado, inicia-se então o processo de liofilização propriamente dito, dividido em duas etapas. No primeiro estágio de secagem o solvente congelado é removido por sublimação, o que requer que a pressão do sistema seja menor, ou

próxima à pressão de vapor de equilíbrio da água congelada (LUCCAS, 1998). Quando as moléculas de água sublimam, o vapor de água formado carrega uma quantidade significativa de calor latente de sublimação (cerca de 2840 kJ / kg de gelo) e assim, a temperatura do produto que está sendo liofilizado se mantém reduzida (LIAPIS et al., 1996). A sublimação ocorre no sentido da superfície para o interior do material, formando uma camada desidratada por onde o vapor de água é removido. Cerca de 65-90 % da água presente no material é removida nesta etapa (LIAPIS; BRUTTINI, 2007).

No segundo estágio de secagem tem-se a dessorção, que consiste na retirada da água remanescente não congelada que ainda está adsorvida física ou quimicamente à estrutura interna do material (cerca de 10-35% da água inicial). Como essa água não está livre, tal etapa ocorre em velocidade menor que a sublimação (LUCCAS, 1998). Esta etapa deve acontecer até que a umidade residual seja tão pequena quanto a que o material necessite para manter sua estabilidade e qualidade por longo tempo. No caso de materiais bioquímicos, a umidade deve estar entre 0,1 e 1,0 % e para alimentos entre 2,0 e 10,0 % (REY, 1964).

Dentre as vantagens da liofilização sobre os processos convencionais pode-se citar a preservação das propriedades químicas e físicas do material após a desidratação, pois suas condições operacionais não propiciam a degradação oxidativa, a desnaturação proteica, a perda de compostos voláteis (sabor e aroma), a degradação de compostos termossensíveis, como as vitaminas, além de ocorrer um encolhimento mínimo do material e a ausência de migração de sólidos solúveis para sua superfície (MARQUES, 2008). Dessa forma, a liofilização se apresenta como uma técnica promissora, principalmente no mercado de alimentos processados. Frutas e polpas desidratadas têm recebido especial atenção pelo fato de serem facilmente obtidas por essa metodologia, retendo as características naturais dos produtos (MARQUES et al, 2006). A principal limitação para a aplicação da liofilização em larga escala são os altos custos envolvidos na produção e o alto consumo de energia no processo (CAPARINO, 2000; RATTI, 2001; HSU et al., 2003).

Nos últimos anos uma série de trabalhos envolvendo a liofilização de frutas e seus resíduos pode ser encontrada na literatura, dentre os quais pode-se citar sua aplicação para desidratação de morangos (HAMMAMI; RENÉ, 1997), maçã (KROKIDA; PHILIPPOPOULOS, 2006; DUAN et al., 2013), acerola (MARQUES et al., 2007), abacaxi, mamão e goiaba (MARQUES et al., 2009), manga (MEHRNOUSH et al., 2011), dentre outros.

2.5 – Relevância do Trabalho na Literatura

Como ressaltado ao longo dos itens anteriores, o maracujá apresenta um enorme potencial em termos de compostos bioativos para aproveitamento tanto do fruto como de seus resíduos. A maioria dos estudos envolvendo o maracujá têm se situado na avaliação, obtenção e técnicas de extração dos compostos bioativos presentes. Trabalhos verificando a presença de pectina são encontrados em grande quantidade também, devido à alta presença dessa fibra principalmente na casca do fruto. Por outro lado, estudos verificando a cinética de secagem desse material já são mais restritos.

Dentre os trabalhos avaliando a presença de compostos bioativos no maracujá, pode-se citar os trabalhos de Oliveira et al. (2009) que verificaram altos teores de fenólicos em extratos alcóolicos de vários resíduos de frutas, dentre eles o maracujá-doce, justificando um aproveitamento deste devido ao seu baixo custo. Martinez et al. (2012) verificaram os teores de fibras e propriedades antioxidantes do maracujá-amarelo, o qual apresentou altos teores de fibras totais e níveis consideráveis de polifenóis de alta capacidade antioxidante. López-Vargas et al. (2013) verificaram as propriedades físico-químicas, antibacterianas e antioxidantes do resíduo de maracujá-amarelo (polpa, sementes e albedo). Os resultados foram bastante positivos o que viabiliza um bom potencial para o aproveitamento desses resíduos na produção de alimentos.

Quanto à presença de fibras, têm-se os trabalhos de Chau; Huang (2004) que caracterizaram as fibras presentes nas sementes do maracujá e comprovaram que as mesmas eram compostas por celulose, hemicelulose e substâncias pécicas em quantidades suficientes para serem vistas como potencial para o enriquecimento de alimentos de baixa caloria e dietéticos. Outros estudos tem buscado aperfeiçoar a extração da pectina do maracujá e seus resíduos. Pinheiro (2007) verificou a extração de pectina utilizando ácido cítrico, obtendo bons resultados tanto qualitativos, quanto quantitativos. Kulkarni; Vijayanand (2010) avaliaram a extração de pectina de cascas de maracujá previamente secas por ar quente utilizando ácido clorídrico. Verificou-se que o rendimento e a qualidade da pectina obtida foram próximos aos da pectina de laranja e maçãs. Seixas et al. (2014) verificaram a extração ácida da pectina das cascas de maracujá através de aquecimento por micro-ondas, obtendo bons resultados para altas potências (cerca de 628 W) para os mais variados tipos de ácidos.

Dentre as aplicações do resíduo pode-se citar o trabalho de Oliveira et al. (2002) que verificaram o aproveitamento da casca do maracujá-amarelo para a produção de doces. Testes

sensoriais e de aceitação do produto foram realizados e obtiveram altos índices de aprovação. O mesmo foi realizado Ishimoto et al. (2007) só que para produção de biscoitos, com resultados sensoriais e de aceitação bastante positivos, além de se confirmar que os biscoitos preparados com a farinha das cascas apresentaram 7,5 vezes mais fibras que o biscoito comum.

Domingues (2011) verificou e modelou os efeitos da microfiltração na clarificação do suco de maracujá, obtendo bons resultados em termos de redução de viscosidade e retirada de polpa. Já Bezerra et al. (2015) modelaram as variáveis envolvidas na desidratação de cascas de maracujá por ar quente em camada fina, verificando modelos estatísticos viáveis para facilitar a retirada de umidade do mesmo.

Capítulo 3

MATERIAL E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados, de forma detalhada, o resíduo utilizado e toda a metodologia envolvida para verificar suas características, potencial e posterior possibilidade de aproveitamento. Dessa forma, serão vistas quais foram as análises realizadas na caracterização do mesmo, assim como a determinação dos compostos bioativos, além dos equipamentos utilizados na desidratação do material e seu planejamento experimental.

3.1 – Material

O material utilizado nos testes foi o resíduo do processamento de maracujá-amarelo oriundo da produção de sucos e fornecido pela empresa Lotus Soluções Ambientais, localizada no município de Araguari-MG. Tal resíduo é bastante heterogêneo, constituído por cascas, sementes, albedo e restos de polpa como pode ser observado na Figura 3.1. O armazenamento do material foi realizado colocando o mesmo em embalagens de polietileno lacradas, envoltas em papel alumínio com cerca de 200 g cada e congeladas em freezer a aproximadamente -18°C.



Figura 3.1 – Resíduo de processamento de maracujá-amarelo

Conforme a necessidade de uso do resíduo, seja para caracterização ou na realização dos testes de desidratação, as amostras eram retiradas do freezer e deixadas para descongelar a temperatura ambiente, cerca de 12 horas antes dos experimentos.

Cabe ressaltar que as amostras além de empacotadas em polietileno foram sempre envoltas em papel alumínio com a finalidade de conservar a sua qualidade e evitar a fotodegradação de seus compostos. O mesmo método de armazenamento foi utilizado para as amostras após os testes de desidratação, as quais ficavam empacotadas dessa mesma maneira em temperatura ambiente até o momento da realização das análises.

3.2 – Análises Realizadas

O material passou por uma série de análises com o objetivo de verificar suas propriedades e a presença ou não de compostos bioativos úteis, relevantes em um possível aproveitamento do resíduo. A caracterização do resíduo *in natura* (isto é, úmido, antes da desidratação) foi realizada através de análises de umidade, pH, massa específica, ângulos de repouso, teores de compostos bioativos e pectina. Já as amostras que foram desidratadas passaram por análises de umidade ao longo da desidratação, a fim de acompanhar as taxas e cinética de desidratação, bem como análises de teores de compostos bioativos, a fim de verificar os impactos das variáveis do processo sobre estas respostas. A seguir são explicadas as metodologias utilizadas em cada análise.

3.2.1 – Umidade

O teor de umidade foi determinado através do método da estufa a $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ por 24 horas (AOAC, 1995).

3.2.2 – pH

A determinação do pH do resíduo de maracujá foi realizada adicionando-se 15 g da amostra *in natura* triturada em 100 mL de água destilada, submetendo a mistura à agitação em agitador magnético da fabricante IKA, modelo RH 1, por 30 minutos. Posteriormente a

solução foi centrifugada e o sobrenadante teve seu pH aferido com pHmetro mPA210, do fabricante MS Tecnopon.

3.2.3 – Cinzas

O teor de cinzas foi determinado utilizando-se método no qual o material previamente seco em estufa a $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ por 24 horas, é incinerado em mufla à 500°C durante 3 horas.

3.2.4 – Massa Específica Real

Para análise da massa específica real o resíduo foi previamente seco através do método de estufa. Em seguida, o mesmo foi resfriado em dessecador e triturado em liquidificador até não haver grânulos. Realizou-se a medida utilizando-se picnômetro a gás Hélio, da marca Micromeritics, modelo AccuPyc 1330. O gás Hélio é utilizado nessa metodologia por ser inerte e devido ao tamanho dos seus átomos, que conseguem penetrar nos poros do material, permitindo assim a determinação do volume do sólido com maior precisão (SILVA, 2014).

3.2.5 – Massa Específica Aparente

A determinação da densidade ou massa específica aparente foi realizada por picnometria utilizando-se éter de petróleo ($\rho = 0,635 \text{ g/mL}$). Para este procedimento foi utilizado o resíduo *in natura*.

3.2.6 – Ângulos de Repouso

Os ângulos de repouso foram avaliados para verificar o nível de escoabilidade do material. Esta informação é importante no caso da desidratação em secadores móveis, como os rotatórios ou de leito de jorro, por exemplo. Foram verificados os ângulos de repouso estático e dinâmico.

O ângulo de repouso estático foi determinado utilizando o sistema apresentado na Figura 3.2. Este sistema consiste de uma estrutura metálica sobre a qual foi colocada uma superfície de madeira, sendo que uma das partes de madeira era móvel. Junto à parte de madeira fixa colocou-se um transferidor, o qual permitiu a leitura do ângulo. O ângulo é então definido como o ângulo máximo do talude formado pelo material em relação à horizontal, sendo influenciado pela umidade, tamanho, forma e constituição do mesmo (SILVA; CORRÊA, 2000). Realizou-se tal medição para cerca de 200 g do resíduo *in natura*.



Figura 3.2 – Aparato para medição do ângulo de repouso estático

Já o ângulo de repouso dinâmico foi determinado utilizando um tambor rotativo confeccionado em acrílico, com diâmetro e altura iguais a 10 cm (Figura 3.3). O tambor foi preenchido até aproximadamente 50% do seu volume, o que correspondeu a cerca de 300 g do resíduo *in natura*. A velocidade rotacional foi de 2,7 RPM e o ângulo dinâmico foi obtido através do resultado de fotografias do teste. Esta metodologia foi baseada no trabalho de Silvério (2012).



Figura 3.3 – Aparato para medição do ângulo de repouso dinâmico

3.2.7 – Análise de Compostos Bioativos

Os compostos bioativos definidos para análise neste trabalho foram os fenólicos, flavonoides, ácido cítrico e ácido ascórbico. Estas análises foram realizadas em ambiente climatizado com a luz apagada para evitar a degradação dos mesmos. Tais análises, assim como a umidade, foram realizadas tanto para a caracterização do resíduo *in natura*, quanto para avaliar o efeito das variáveis de desidratação nos diferentes métodos estudados. Para a sua realização, as amostras foram trituradas em liquidificador até não haver grânulos e então, pesadas em balança com precisão de 10^{-4} g, do fabricante Shimadzu, modelo AY220. Os compostos bioativos foram extraídos das amostras com metanol absoluto ou água destilada, dependendo da técnica. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

Na determinação dos teores de fenólicos e flavonoides o extrator foi o metanol. Este reagente foi colocado em contato com o resíduo triturado em tubo com tampa e agitado em vórtex QL-901 da Biomixer por 2 minutos. Após a agitação, a mistura foi armazenada em local escuro por 1 hora com a finalidade de uma maior extração dos compostos presentes, sendo posteriormente centrifugada a 4000 RPM por 8 minutos em centrífuga da marca Kindly modelo KC4. Ao término da centrifugação, o sobrenadante foi retirado dos tubos e utilizado para as análises. Já na obtenção dos teores de ácido cítrico e ascórbico, o extrator foi a água destilada, onde as amostras trituradas foram maceradas com água até completar o volume de 250 mL de extrato e o suco obtido utilizado nas análises.

A seguir a metodologia detalhada de cada uma das análises realizadas.

3.2.7.1 – Teor de Fenólicos Totais (TPC)

O teor de compostos fenólicos totais foi determinado pelo método de *Folin-Ciocalteu*, utilizando ácido gálico ($C_7H_6O_5$) como padrão de acordo com Singleton; Rossi (1965) e leitura em espectrofotômetro. O reagente de *Folin-Ciocalteu* é uma solução de íons complexos poliméricos formados a partir de heteropoliácidos fosfomolibdicos e fosfotungsticos. Esse reagente oxida os fenolatos, reduzindo os ácidos a um complexo azul Mo-W, permitindo sua leitura no espectrofotômetro (SILVA, 2014). A leitura foi realizada a 622 nm e a curva analítica foi construída utilizando o ácido gálico como padrão. Os resultados foram expressos em mg de ácido gálico / 100 g amostra em base seca.

3.2.7.2 – Teor de Flavonoides Totais (TFC)

A determinação do teor de flavonoides foi realizada por método colorimétrico, segundo Zhishen et al. (1999), com leitura em espectrofotômetro. Esse método utiliza o cloreto de alumínio (AlCl_3) como agente de deslocamento para diminuir a interferência de outros compostos na leitura de absorbância da solução. A rutina ($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}$) foi utilizada como padrão para a obtenção da curva de calibração e as leituras de absorbância foram realizadas a 450 nm. Os resultados foram expressos em mg de rutina / 100 g amostra em base seca.

3.2.7.3 – Acidez (TA)

A acidez ou acidez total titulável, cujo objetivo é quantificar a presença do ácido cítrico na amostra, foi realizada de acordo com o método titulométrico da *Association of Official Analytical Chemists* – AOAC (1995). Neste, titula-se os extratos obtidos da maceração com NaOH 0,1 N padronizado até a viragem. Os resultados foram expressos em mg de ácido cítrico / 100 g amostra em base seca.

3.2.7.4 – Teor de Ácido Ascórbico (AA)

O teor de ácido ascórbico também foi determinado por titulometria, em metodologia que se baseia na redução do composto 2,6-diclorofenol-indofenol (DCFI) pelo ácido ascórbico. Nesta análise ácido oxálico 2% é adicionado aos extratos e a solução resultante é titulada com solução de DCFI 0,025% padronizado. Os resultados foram expressos em mg de ácido ascórbico/ 100 g amostra em base seca (AOAC, 1995).

3.2.7.5 – Teor de Pectina

A quantidade de pectina presente no resíduo foi determinada através de metodologia de extração ácida e posterior precipitação alcoólica, adaptada de Munhoz (2008), cujos testes foram realizados para goiaba.

As amostras foram previamente trituradas em liquidificador até não haver grânulos e então pesadas cerca de 4 g (em base seca) da amostra em balança com precisão de 10^{-4} g.

Posteriormente foram adicionados 200 mL de solução de ácido cítrico na concentração 5 g / 100 g. A mistura então foi colocada sob agitação com agitador magnético e mantida a temperatura de $95 \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 60 minutos. Após a extração ácida, as amostras foram resfriadas em banho termostaticado do fabricante Tecnal, modelo TE184, a 4°C por 120 minutos e filtradas em tecido, sendo descartado o conteúdo do filtro. Ao filtrado, contendo pectina, adicionou-se álcool etílico 93° INPM na proporção 1:2 (uma parte da solução de pectina e duas partes de álcool) e a mistura resultante foi deixada então em repouso por 60 minutos.

A pectina, que se precipitou em forma de gel durante o repouso, foi então separada por filtração utilizando tecido TNT de gramatura GR100. O gel obtido foi então desidratado em estufa a $45 \pm 3^{\circ}\text{C}$ por 24 horas. O teor (ou rendimento) de pectina obtido foi calculado a partir da massa inicial da amostra utilizada, em base seca, conforme a Equação 3.1:

$$\text{Teor de Pectina(\%)} = \frac{\text{Massa pectina seca}}{\text{Massa amostra}} \cdot 100 \quad (3.1)$$

3.2.8 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Visando uma melhor análise do resíduo após a desidratação, as amostras também foram submetidas à microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde foi permitido observar qualitativamente o impacto de cada metodologia empregada. As análises foram realizadas em microscópio eletrônico da fabricante Carl Zeiss, modelo EVO MA 10, após as amostras terem sido fixadas em stubs com fita de carbono e recobertas com ouro no metalizador da marca Leica, modelo SCD 050. A voltagem de aceleração utilizada foi de 10 KV, proporcionando ampliações de até 500 vezes do material analisado.

3.3 – Metodologias de Desidratação

O estudo da desidratação do resíduo de maracujá foi realizado através de quatro metodologias distintas: uso de ar quente – com leito fixo em camada fina, infravermelho, micro-ondas e liofilização. Para todos os experimentos realizados e visando uma melhor apresentação dos dados, os valores de cinética, obtidos através da variação da umidade do material ao longo do tempo, foram convertidos em adimensional de umidade, segundo a Equação 3.2:

$$MR = \frac{M - M_{eq}}{M_0 - M_{eq}} \quad (3.2)$$

Onde MR é o adimensional de umidade, M é a umidade em um tempo qualquer, M_0 é a umidade inicial e M_{eq} é a umidade de equilíbrio.

Para encontrar a melhor equação que descrevesse a cinética da secagem para cada método, os resultados obtidos de MR foram analisados segundo as Equações de 3.3 a 3.7, encontradas na literatura, conforme exposto na Tabela 3.1. Os parâmetros desses modelos foram estimados pelo método dos mínimos quadrados (estimativa não-linear) e a melhor equação foi escolhida levando-se em conta o nível de significância dos parâmetros e a magnitude do coeficiente de correlação (R^2).

Tabela 3.1 – Modelos de cinética de secagem da Literatura

Modelo	Equação	Referência
$MR = \exp(-kt)$	3.3	LEWIS (1921)
$MR = \exp(-kt^n)$	3.4	PAGE (1949)
$MR = \exp[-(kt)^n]$	3.5	OVERHULTS et al. (1973)
$MR = A \exp(-kt)$	3.6	BROOKER et al. (1974)
$MR = A \exp(-kt) + \frac{1}{9} \exp(-kt)$	3.7	HENDERSON; HENDERSON (1968)

Uma vez escolhida a melhor equação de cinética de secagem, foi realizada uma regressão múltipla e, assim, obtida a equação estimada para representar a constante de secagem (k) em função das variáveis independentes estudadas. Todo o tratamento estatístico dos dados foi realizado no *software* STATISTIC®, para Windows, versão 7.0.

Nos itens a seguir, tem-se detalhadamente o planejamento e procedimentos experimentais realizados para cada um dos métodos de desidratação abordados neste trabalho.

3.3.1 – Ar quente

O sistema de secagem em ar quente utilizado neste trabalho foi a secagem em leito fixo por camada fina, o qual está exposto na Figura 3.4. A opção pelo uso da camada fina se deu devido aos resultados obtidos para a escoabilidade do material, que indicaram que leitos móveis não seriam adequados para a desidratação deste resíduo, devido a sua baixa escoabilidade.

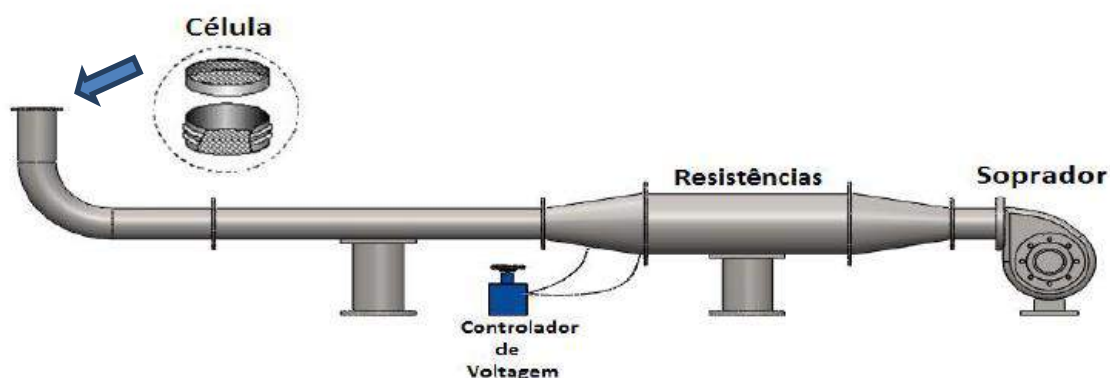


Figura 3.4 – Unidade Experimental do Leito Fixo (SILVA, 2015).

A unidade de secagem é composta por um soprador do tipo ventilador radial (Marca Kepler Weber, modelo 112M), um aquecedor elétrico com duas resistências e equipado com um variador de voltagem (fabricante René Graf), termopares, válvulas gaveta e um medidor de velocidade do ar do tipo termo-higro-anemômetro de fio quente (fabricante VelociCalc – TSI), o qual foi inserido imediatamente antes da curva da unidade onde a célula é colocada.

Nas células de medida, onde a camada fina é formada, foram colocados os resíduos a serem desidratados – aproximadamente 170 g por experimento. A célula de secagem possuía o mesmo diâmetro da tubulação (8 cm) e consistia, basicamente, de um tubo cilíndrico dotado de telas metálicas nas duas bases, formando uma câmara de 5 cm de espessura. Anteriormente à célula, encontravam-se instalados termopares de cobre/constantan para as medidas de temperatura de bulbo úmido e de bulbo seco do ar quente. Essas medidas forneceram a umidade do ar durante o experimento. Todos os experimentos foram realizados somente quando a umidade relativa do ar estava em uma faixa de 30-50 %.

Com a unidade experimental montada e os equipamentos de medição devidamente calibrados, o sistema necessitou ser ajustado às condições operacionais estabelecidas no planejamento experimental. Durante o ajuste, foi utilizada uma célula reserva idêntica à célula de medida (com a mesma quantidade de resíduo de maracujá) com a finalidade de garantir o equilíbrio térmico e fluidodinâmico do sistema. Em seguida, foram realizadas as medidas de temperatura de bulbo úmido e de bulbo seco.

Depois de atingidas as condições experimentais, a célula oficial de medida foi inserida na unidade, iniciando neste instante a contagem de tempo do experimento (tempo zero). Periodicamente, a célula era retirada e sua massa determinada em uma balança analítica de precisão 10^{-2} g, do fabricante Shimadzu, modelo BL3200H. Durante os tempos de pesagem

da massa da amostra, o que levava cerca de 7 segundos, a célula reserva foi acoplada à unidade, a fim de manter o equilíbrio térmico e fluidodinâmico do sistema. Nesta etapa do trabalho, estudou-se o impacto das seguintes variáveis: velocidade do ar, temperatura do ar e tempo de desidratação. Para tal, foi realizado um planejamento composto central ortogonal (PCC), com quatro réplicas no ponto central, o qual está apresentado na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Planejamento composto central para a desidratação por ar quente ($\alpha=1,414$)

Experimentos	Variáveis Codificadas			Variáveis Reais		
	x_1	x_2	x_3	Velocidade (m/s)	Temperatura (°C)	Tempo (horas)
1	-1	-1	-1	1,0	50,0	5,0
2	+1	-1	-1	2,0	50,0	5,0
3	-1	+1	-1	1,0	80,0	5,0
4	+1	+1	-1	2,0	80,0	5,0
5	-1	-1	+1	1,0	50,0	7,0
6	+1	-1	+1	2,0	50,0	7,0
7	-1	+1	+1	1,0	80,0	7,0
8	+1	+1	+1	2,0	80,0	7,0
9	$-\alpha$	0	0	0,8	65,0	6,0
10	$+\alpha$	0	0	2,2	65,0	6,0
11	0	$-\alpha$	0	1,5	43,8	6,0
12	0	$+\alpha$	0	1,5	86,2	6,0
13	0	0	$-\alpha$	1,5	65,0	4,6
14	0	0	$+\alpha$	1,5	65,0	7,4
15	0	0	0	1,5	65,0	6,0
16	0	0	0	1,5	65,0	6,0
17	0	0	0	1,5	65,0	6,0
18	0	0	0	1,5	65,0	6,0

3.3.2 – Infravermelho

A desidratação do resíduo de maracujá por infravermelho foi realizada em um secador da fabricante Gehaka, modelo IV 2500 (Figura 3.5), constituído por um emissor infravermelho, um sensor de temperatura do tipo Platina (PT1000), um prato de alumínio descartável sobre o qual foi colocada a amostra e o suporte do prato que é diretamente ligado ao eixo da balança. Sobre este sistema existe uma capota responsável pelo isolamento térmico do refletor para o ambiente. A câmara protege a balança do calor por meio de um colchão de ar e garante que haja circulação de ar interna para que os vapores de água saiam da amostra sem que seja perturbada a leitura da balança. A câmara permite que a radiação infravermelha

seja dirigida à amostra, fornecendo uma distribuição uniforme de calor sobre a mesma. Utilizou-se cerca de 75 g do resíduo para cada desidratação, uniformemente distribuído sobre o prato de alumínio.

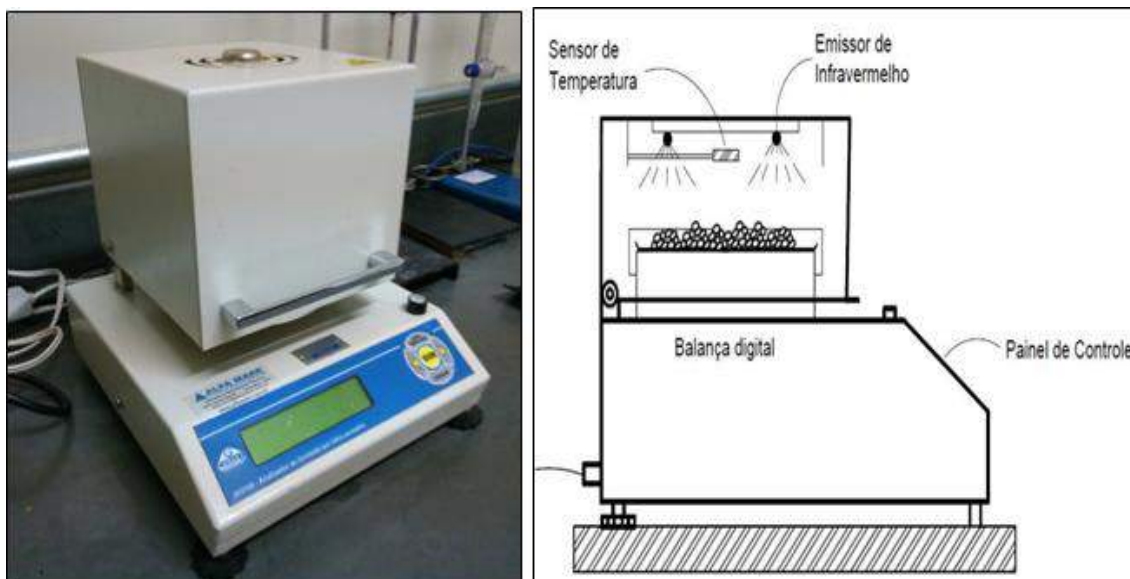


Figura 3.5 – Analisador de umidade por infravermelho (SILVA, 2014)

As desidratações iniciais foram realizadas para as temperaturas de 65°C, 80°C e 95°C, com o objetivo de se verificar o efeito da temperatura na remoção de umidade e nos teores de compostos bioativos. Os valores de umidade informados no painel de controle do equipamento foram coletados no decorrer do tempo até que não houvesse variação significativa, sendo o tempo final de desidratação então registrado.

Após a realização dessas desidratações iniciais, decidiu-se realizar uma nova série de experimentos que melhor representasse a desidratação do material e seus efeitos, incluindo nessa análise a variável tempo, desconsiderada até então. Dessa forma, as variáveis temperatura e tempo tiveram seus efeitos avaliados por meio de um planejamento composto central ortogonal (PCC), com cinco réplicas no ponto central, o qual está apresentado na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 – Planejamento composto central na desidratação por infravermelho ($\alpha=1,2671$)

Experimentos	Variáveis Codificadas		Variáveis Reais	
	x_1	x_2	Temperatura (°C)	Tempo (horas)
1	-1	-1	65	4,5
2	-1	+1	65	6,5
3	+1	-1	95	4,5
4	+1	+1	95	6,5
5	$-\alpha$	0	61	5,5
6	$+\alpha$	0	99	5,5
7	0	$-\alpha$	80	4,2
8	0	$+\alpha$	80	6,8
9	0	0	80	5,5
10	0	0	80	5,5
11	0	0	80	5,5
12	0	0	80	5,5
13	0	0	80	5,5

3.3.3 – Micro-ondas

Para a realização da desidratação por micro-ondas optou-se por utilizar fornos de micro-ondas domésticos convencionais, devido à facilidade de manuseio, melhor ajuste de variáveis e obtenção rápida de resultados.

Os testes preliminares foram realizados em um micro-ondas da marca Electrolux, modelo MEF28 e com potência nominal de 700 W. Foi utilizada uma massa de aproximadamente 120 g do resíduo para cada experimento, a qual era espalhada de forma uniforme sobre um prato de vidro comum, maximizando a superfície de aquecimento. O resíduo foi desidratado em tempos fixos de 10 minutos sob as potências de 280, 420, 560 e 700 W, ajustadas no *display* do equipamento. A cada um minuto de experimento, o micro-ondas foi aberto e retirada uma amostra do centro e extremidade do material para medição de umidade. O objetivo desses experimentos preliminares foi determinar o comportamento cinético do material perante a desidratação do micro-ondas e a determinação dos valores limites das variáveis.

Como os resultados obtidos nos testes preliminares não foram satisfatórios, optou-se por construir um sistema de desidratação, o qual facilitasse a coleta de dados e ao mesmo tempo em que não fosse necessária a abertura do forno micro-ondas para retirada das amostras. Analisando trabalhos da literatura, optou-se em confeccionar uma estrutura semelhante a adotada por Li et al. (2010) e Zarein et al. (2015), com um sistema de micro-

ondas convencional acoplado por uma balança para monitoramento simultâneo dos dados, conforme pode ser observado na Figura 3.6:

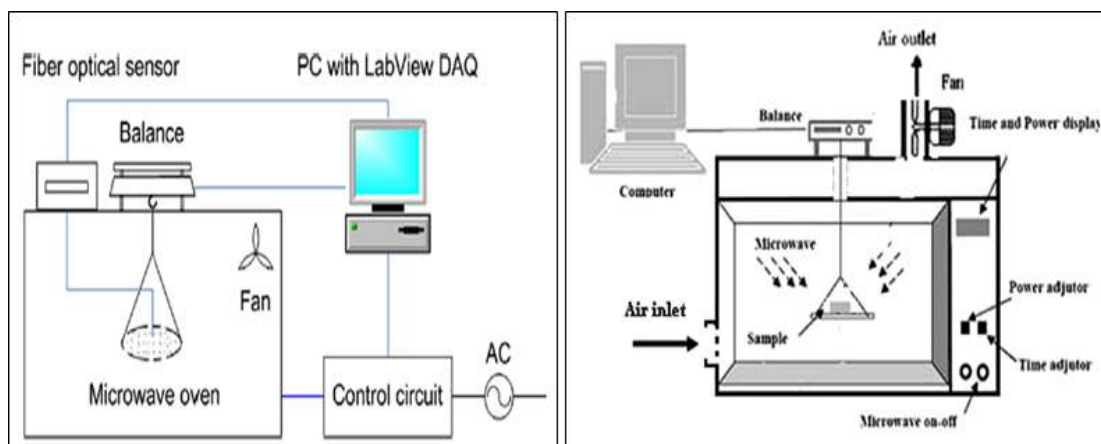


Figura 3.6 – Sistema de Micro-ondas utilizado por Li et al. (2010) e Zarein et al. (2015)

Dessa forma, foi construído em parceria com a empresa Ondatec, localizada no município de Uberaba-MG, o sistema da Figura 3.7. Esse sistema consistia em um suporte inferior de aço inox dotado de um sistema de regulação de alinhamento, sob o qual foi colocado um micro-ondas doméstico da fabricante Panasonic, modelo NN-SF560WRU e potência nominal de 800 W. A parte superior também era constituída por um suporte de aço inox, com regulação, onde foi colocada uma balança do fabricante Shimadzu, modelo AUX220 e com precisão de 10^{-4} g. As amostras eram colocadas sobre um suporte suspenso, conectado à parte inferior da balança através de um orifício localizado na parte superior do micro-ondas.



Figura 3.7 – Sistema de micro-ondas utilizado nos experimentos

Como a amostra estava conectada a balança durante toda a desidratação, foi possível acompanhar todo o processo sem precisar abrir o forno. Para cada um dos experimentos foram utilizadas cerca de 120 g de resíduo de maracujá. Os testes foram realizados segundo um planejamento fatorial em 4 níveis (4^K), com as variáveis potência (Watts) e tempo (minutos), ambas reguladas no *display* do equipamento, o que totalizou 16 experimentos, conforme mostrado na Tabela 3.4. A cada 30 segundos foi realizada a leitura de massa presente no material, permitindo a construção da curva de cinética.

Tabela 3.4 – Planejamento experimental (4^K) na desidratação por micro-ondas

Experimentos	Potência (Watts)	Tempo (minutos)
1	280	5
2	280	10
3	280	15
4	280	20
5	480	5
6	480	10
7	480	15
8	480	20
9	600	5
10	600	10
11	600	15
12	600	20
13	800	5
14	800	10
15	800	15
16	800	20

3.3.4 – Liofilização

A desidratação do resíduo por liofilização foi realizada em um liofilizador de bancada da fabricante Liotop, modelo L-101 (Figura 3.8), constituído por uma bomba a vácuo de duplo estágio com velocidade de 10,2 m³/h, câmara transparente em acrílico, tampa superior em aço inox com 8 torneiras-suportes para amostras, condensador de aço-inox responsável pelas baixas temperaturas e *display* de LCD com indicação de vácuo e temperatura no condensador.

O princípio de funcionamento é bastante simples: o equipamento gera pressões extremamente baixas, com valores abaixo de 0,15 mm de Hg, o que faz com que toda a

umidade da amostra, previamente congelada, seja retirada por sublimação. Ao entrar em contato com a região do condensador, que está a -50°C , a água passa para o estado sólido, sendo assim armazenada dentro do próprio equipamento até o fim da desidratação. Utilizou-se cerca de 120 g de resíduo por experimento.



Figura 3.8 – Liofilizador utilizado nos experimentos

As desidratações foram realizadas com o intuito de verificar a influência de duas variáveis distintas: tempo (variável quantitativa) e método de congelamento (variável qualitativa). Dessa forma, as amostras foram liofilizadas por períodos de tempos de 6, 12, 18, 24, 36, 48, 72 e 120 horas e congeladas de acordo com dois métodos: congelamento em freezer convencional (-18°C por no mínimo 24 horas) e em nitrogênio líquido (por aproximadamente 15 minutos). Ao término de cada experimento, a umidade das amostras era medida e então o material passava pelas análises de teores de compostos bioativos.

Devido à presença de uma variável qualitativa, os experimentos foram organizados em um agrupamento de vários planejamentos fatoriais 2^K , totalizando 16 experimentos, os quais estão explicitados na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Planejamento experimental na desidratação por liofilização

Experimentos	Tempo (horas)	Método de Congelamento
1	6	Freezer Convencional
2	12	Freezer Convencional
3	18	Freezer Convencional
4	24	Freezer Convencional
5	36	Freezer Convencional
6	48	Freezer Convencional
7	72	Freezer Convencional
8	120	Freezer Convencional
9	6	Nitrogênio Líquido
10	12	Nitrogênio Líquido
11	18	Nitrogênio Líquido
12	24	Nitrogênio Líquido
13	36	Nitrogênio Líquido
14	48	Nitrogênio Líquido
15	72	Nitrogênio Líquido
16	120	Nitrogênio Líquido

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos todos os resultados obtidos nas análises e desidratações do resíduo de processamento de maracujá. Inicialmente são mostrados os resultados da caracterização do resíduo *in natura*, os quais servirão de base para comparação com os efeitos sofridos pelo mesmo após a desidratação. Posteriormente, são avaliados e interpretados os resultados encontrados para a desidratação por ar quente, infravermelho, micro-ondas e liofilização, verificando as características do material final obtido, a cinética de desidratação, o impacto de cada experimento sobre os teores de compostos bioativos presentes no resíduo e as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Por fim, são mostrados os resultados obtidos para os teores de pectina encontrados em experimentos específicos de cada metodologia, a análise final sobre a potencialidade de cada método e qual se destacou, verificando as possibilidades de aproveitamento do resíduo.

4.1 – Caracterização do Resíduo de Maracujá *In natura*

Os resultados das análises de caracterização do resíduo de maracujá *in natura* mostraram que o teor de umidade obtido foi de $82,88 \pm 2,30$ %, indicando uma alta umidade presente no material, o que justificou ainda mais a necessidade de se definir uma metodologia adequada para a desidratação do mesmo, garantindo um armazenamento adequado que impeça a proliferação de micro-organismos.

O pH do extrato do resíduo obtido foi de $3,92 \pm 0,01$, caracterizando o resíduo como muito ácido, isto é, com pH inferior a 4,0, de acordo com Ribeiro; Seravalli (2007). Tal resultado se situou em faixa intermediária ao obtido por López-Vargas et al. (2013), que encontraram pH de 4,36 para o albedo do maracujá e 3,75 para o resíduo composto apenas por sementes e polpa.

O teor de cinzas obtido foi de $4,55 \pm 0,02$ g / 100 g amostra seca, valores um pouco inferiores aos encontrados por Martínez et al. (2012) e López-Vargas et al. (2013) que obtiveram $5,00 \pm 0,16$ e $5,77 \pm 0,00$ g / 100 g de amostra seca, respectivamente.

A densidade real obtida por picnometria com gás hélio foi igual a $1,33 \pm 0,00$ g/cm³, enquanto que a densidade aparente, determinada por picnometria com éter de petróleo, foi de

$0,96 \pm 0,06 \text{ g/cm}^3$. Cabe-se ressaltar que para a obtenção da densidade real utilizou-se material seco em estufa, enquanto que para obtenção da densidade aparente o material estava *in natura* (úmido).

Nos testes para obtenção dos ângulos de repouso estático e dinâmico observou-se que o resíduo de maracujá apresentou baixíssima escoabilidade. Enquanto que os valores obtidos para o ângulo estático foram superiores a 80° (com o material se deslocando todo ao mesmo tempo como uma massa única), o material no tambor rotativo ficou aderido à parede do equipamento, impedindo assim uma medida confiável do ângulo de repouso dinâmico.

Dessa forma e segundo exposto por Medeiros et al. (2001), que afirmaram que a fluidez de um material e seu ângulo de repouso têm influência decisiva no projeto e utilização de silos e secadores, pôde-se concluir que o resíduo utilizado neste trabalho não poderá ser desidratado em secadores móveis ou contínuos sem um estudo adequado para melhorar sua escoabilidade e fluidez. Tais resultados foram fundamentais na opção pela desidratação com ar quente em leito fixo por camada fina.

Os resultados obtidos na caracterização do resíduo para a presença de compostos bioativos estão expressos na Tabela 4.1:

Tabela 4.1 – Teores de compostos bioativos obtidos para o resíduo <i>in natura</i>	
Análise	Resultados (mg composto / 100 g amostra seca)
Teor de Fenólicos Totais (TPC)	$119,87 \pm 4,71 \text{ mg ácido gálico / 100 g}$
Teor de Flavonoides Totais (TFC)	$0,47 \pm 0,05 \text{ mg rutina / 100 g}$
Acidez (TA)	$2701,35 \pm 89,13 \text{ mg ácido cítrico / 100 g}$
Teor de Ácido Ascórbico (AA)	$0,54 \pm 0,05 \text{ mg ácido ascórbico / 100 g}$
Teor de Pectina	$41,35 \pm 5,24 \%$

Vasco (2009) definiu que produtos com alta concentração de compostos fenólicos seriam aqueles que possuísem concentração superior a 1000 mg de ácido gálico / 100 g, enquanto que aqueles com valores inferiores a 100 mg de ácido gálico / 100 g são considerados de baixa concentração, o que implica que o resíduo de maracujá utilizado é considerado de concentração intermediária (119,87 mg / 100 g). Comparando o resultado obtido com a literatura, verificou-se que López-Vargas et al. (2013) encontraram teores de 298,0 mg/ 100 g amostra para resíduos de maracujá compostos de sementes e polpa, enquanto que Martínez et al. (2012) obtiveram teores de 150,0 mg ácido gálico / 100 g para um resíduo com composição semelhante ao utilizado neste trabalho, formado por cascas, polpa e

sementes. Tal variação de resultados é justificada ao fato de que a composição do fruto pode ser influenciada por vários fatores como localização geográfica, práticas de cultivo, características do solo e armazenamento (BABBAR et al., 2011).

O teor de flavonoides obtido para o maracujá *in natura* foi de $0,47 \pm 0,05$ mg rutina / 100 g amostra seca, valores considerados baixos quando comparados com frutas como a acerola onde os teores atingem valores superiores a 0,8 mg / 100 g amostra seca (BORTOLOTTI, 2012; SILVA, 2014 e SILVA, 2015).

O teor de ácido cítrico obtido foi de $2701,35 \pm 89,13$ mg ácido cítrico / 100 g, teores consideravelmente altos que justificam os baixos valores de pH encontrados anteriormente. Leoro (2007) obteve teores de ácido cítrico entre 3000-5000 mg ácido cítrico / 100 g para o fruto do maracujá *in natura*, indicando que parte considerável desse composto ainda é remanescente em seus resíduos após o processamento.

O teor de ácido ascórbico encontrado foi de $0,54 \pm 0,05$ mg / 100 g amostra seca. Diferentemente do obtido para o ácido cítrico, observou-se que pouca quantidade desse composto ainda ficou presente no resíduo, já que os teores de vitamina C encontrados no fruto de maracujá-amarelo apresentam valores na faixa $29,6 \pm 7,9$ mg / 100 g amostra seca (NOGUEIRA, 2011).

O resultado obtido para o teor de pectina em base seca foi de $41,35 \pm 5,24$ %. Utilizando metodologia semelhante à realizada neste trabalho, Pinheiro (2007) obteve resultados de 43,56 % para a pectina de cascas de maracujá previamente desidratadas em estufa enquanto que Kliemann (2006) obteve teores de 64,4% em condições semelhantes, também para cascas previamente submetidas à estufa, ambos os trabalhos utilizando ácido cítrico como extrator. Tal variação de resultados pode ser justificada por uma série de fatores, como composição do fruto, metodologia de extração e condições de controle das variáveis, que variaram ligeiramente de um método para outro. Outro fator relevante, é que o resíduo utilizado nesse trabalho é composto por cascas, sementes e restos de polpa, o que implica que o teor obtido poderia ter sido maior se tivessem sido verificadas apenas as cascas, já que essa estrutura é a mais rica em pectina no maracujá (SEBRAE, 2015).

4.2 – Considerações Iniciais Sobre a Desidratação do Maracujá

Antes da apresentação dos resultados obtidos em cada metodologia de desidratação, cabe ressaltar alguns aspectos importantes esperados com esse processo, visando um aproveitamento viável e de qualidade para o resíduo de maracujá analisado.

Como discutido no Capítulo 2, o objetivo da desidratação é realizar a retirada de umidade do material, tornando o mesmo mais manejável, reduzindo o custo de transporte e favorecendo um aumento da vida útil já que este pode ser armazenado por um tempo maior que se estivesse com altos teores de umidade, que acabariam ocasionando uma multiplicação de micro-organismos e reações degradativas que, por conseguinte, gerariam a perda do produto (SANTOS, 2010).

Na literatura tem sido encontrado um grande número de autores que têm debatido sobre qual a faixa de umidade desejável para armazenamento de um alimento desidratado, sendo que a grande maioria concorda que faixas de umidade inferiores a 10% seriam suficientes para uma vida útil satisfatória (REY, 1964; ANGEL et al., 2009; COSTA, 2012). Dessa forma, definiu-se que esse valor seria o máximo de umidade aceito para considerar que o produto foi desidratado de forma eficiente. Outros aspectos como gasto de energia e eficiência em termos de operação também foram levados em conta qualitativamente para validar a metodologia de remoção de umidade como adequada ou não.

Quanto aos teores dos compostos bioativos avaliados, cabe ressaltar que enquanto certos compostos são beneficiados pela exposição térmica que ocorre durante a desidratação, outros são mais sensíveis à mesma, podendo apresentar degradação.

Estudos têm indicado que, quando submetidos a processos de remoção de umidade, os compostos fenólicos e flavonoides apresentam uma tendência de aumento em seus teores quando comparados aos valores antes da desidratação. Uma possível justificativa para tal comportamento está ligada à liberação desses compostos da matriz interna do material durante a remoção de umidade, através do rompimento de fibras e outras estruturas internas (CHISM; HAARD, 1996). Vega-Gálvez et al. (2009) também relataram que um outro possível fator que favorece o aumento desses compostos seja a presença de melanoidinas, provenientes da reação de *Maillard*, que acabam interferindo nas propriedades antioxidantes dos alimentos de forma positiva ao longo da desidratação.

Já os teores de ácido cítrico apresentam comportamento contrário, possuindo baixa estabilidade durante tratamentos térmicos, logo apresentando degradação em operações com

temperaturas elevadas (PODSEDEK, 2007). Tal ocorrência não é considerada problemática, afinal o ácido cítrico tem a propriedade de fornecer gosto ácido e adstringente aos alimentos, que em geral são indesejados em um futuro aproveitamento do resíduo (SILVA, 2014).

Apesar do exposto por Bobbio; Bobbio (1995) que afirmaram que o ácido ascórbico apresenta certa sensibilidade à temperatura e luz, trabalhos têm mostrado que a desidratação pode apresentar efeito benéfico sobre os teores desses compostos, elevando os mesmos para os valores superiores aos do material *in natura*. Isto se deve ao fato de que além do rompimento das fibras que expõem o ácido ascórbico presente na matriz do material, o processo contribui para a desativação de enzimas responsáveis pela degradação do mesmo, elevando seus teores (DORTA et al., 2012).

Tal comportamento nesses compostos bioativos foi observado em vários trabalhos realizados na FEQUI/UFU para os mais variados resíduos (DUZZIONI et al., 2013; BORTOLOTTI, 2012; BORTOLOTTI et al., 2013; SILVA, 2014; SILVA, 2015). Dessa forma, e em vista do que foi explanado, estes seriam os comportamentos esperados para os compostos bioativos do resíduo do maracujá que foi desidratado pelos diferentes métodos desse trabalho. Nos próximos itens, os mesmos serão verificados e discutidos caso a caso, assim como a cinética de remoção de umidade.

4.3 – Desidratação por Ar Quente

4.3.1 – Considerações Gerais sobre a Desidratação

As amostras desidratadas em leito fixo através da passagem de ar quente não apresentaram uma redução de volume considerável, já que esta forma de desidratação não é tão intensa e rápida como outros métodos. O impacto visual se deu mais por um breve escurecimento nas mesmas como pode ser visto na Figura 4.1.



Figura 4.1 – Amostras desidratadas por ar quente

4.3.2 – Cinética de Desidratação

Os experimentos realizados por essa metodologia, assim como exposto no Capítulo 3, foram organizados seguindo um planejamento composto central (PCC), verificando a influência de três variáveis: velocidade do ar, temperatura do ar e tempo de desidratação. Os níveis dessas variáveis foram escolhidos baseados em testes preliminares, visando à remoção de umidade do material até atingir o equilíbrio, onde o máximo de umidade fosse retirado e a massa do resíduo desidratado permanecesse constante. Dessa forma, seria possível garantir a obtenção de um produto final com umidade baixa e ao mesmo tempo averiguar a influência dessas variáveis no processo.

Os experimentos realizados e o valor de umidade final obtido em cada um estão expressos na Tabela 4.2. Como se pôde observar, todos os experimentos apresentaram umidade final na faixa de 3 – 7 %, valores suficientes para um armazenamento satisfatório do material.

Tabela 4.2 – Planejamento experimental e umidade final para desidratação por ar quente

Experimentos	Velocidade (m/s)	Temperatura (°C)	Tempo (horas)	Umidade Final (%)
1	1,0	50,0	5,0	6,68 ± 0,30
2	2,0	50,0	5,0	6,89 ± 0,40
3	1,0	80,0	5,0	4,63 ± 0,19
4	2,0	80,0	5,0	3,19 ± 0,05
5	1,0	50,0	7,0	6,37 ± 0,26
6	2,0	50,0	7,0	5,32 ± 0,13
7	1,0	80,0	7,0	5,47 ± 0,10
8	2,0	80,0	7,0	3,07 ± 0,06
9	0,8	65,0	6,0	6,53 ± 0,20
10	2,2	65,0	6,0	5,35 ± 0,11
11	1,5	43,8	6,0	5,75 ± 0,00
12	1,5	86,2	6,0	4,93 ± 0,08
13	1,5	65,0	4,6	2,98 ± 0,18
14	1,5	65,0	7,4	4,02 ± 0,16
15	1,5	65,0	6,0	4,20 ± 0,18
16	1,5	65,0	6,0	5,05 ± 0,15
17	1,5	65,0	6,0	5,34 ± 0,23
18	1,5	65,0	6,0	5,83 ± 0,45

Em posse dos resultados obtidos, foi realizada a construção das curvas de cinética, convertendo os dados obtidos para umidade em valores de adimensional de umidade (MR) em função do tempo. Esses resultados foram então analisados estatisticamente, com o objetivo de se avaliar qual dos modelos cinéticos propostos na literatura melhor se adequaria aos pontos experimentais.

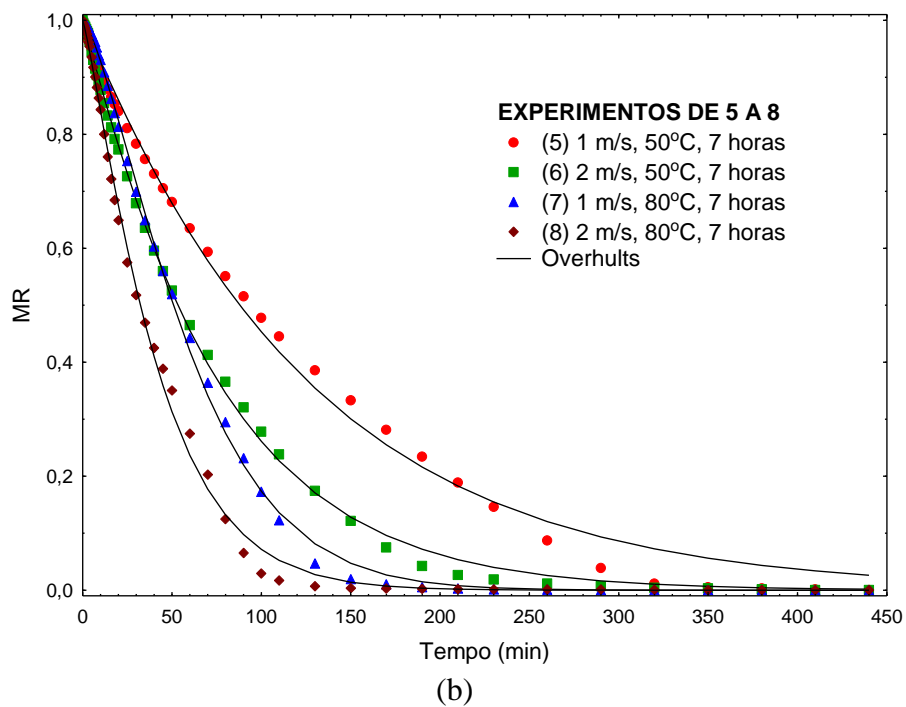
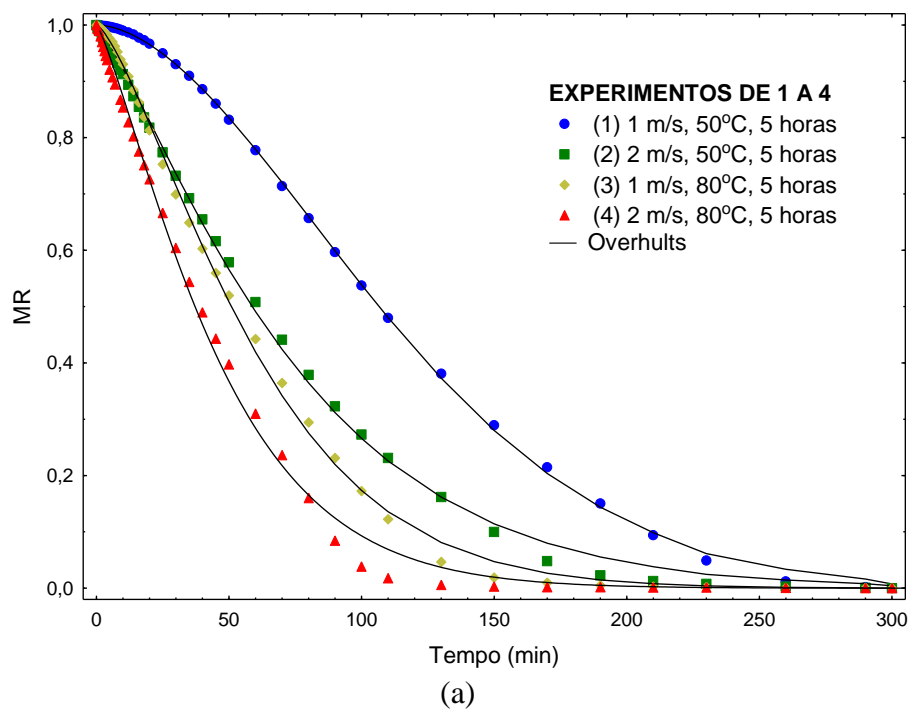
De todos os modelos avaliados (Tabela 3.1), o que melhor representou os dados foi o de Overhults et al. (1973), cujos parâmetros obtidos estão apresentados na Tabela 4.3. Além da boa adequabilidade do modelo de Overhults et al.(1973), representada pelos altos valores de R^2 , notou-se que o parâmetro k do mesmo, que está relacionado com a difusividade da água através do material durante a desidratação, apresentou uma coerência em relação às variáveis estudadas.

Tabela 4.3 – Parâmetros obtidos pelo modelo de Overhults et al. (1973) na desidratação por ar quente

Experimentos	k	n	R²
1	1,27 x 10 ⁻⁴	1,78	0,9997
2	2,10 x 10 ⁻⁴	1,22	0,9988
3	2,51 x 10 ⁻⁴	1,37	0,9991
4	3,34 x 10 ⁻⁴	1,24	0,9973
5	1,33 x 10 ⁻⁴	1,03	0,9954
6	2,21 x 10 ⁻⁴	1,05	0,9991
7	2,51 x 10 ⁻⁴	1,37	0,9993
8	3,78 x 10 ⁻⁴	1,18	0,9983
9	1,41 x 10 ⁻⁴	1,46	0,9995
10	2,67 x 10 ⁻⁴	1,45	0,9992
11	1,82 x 10 ⁻⁴	1,28	0,9991
12	3,77 x 10 ⁻⁴	1,25	0,9991
13	1,98 x 10 ⁻⁴	1,36	0,9993
14	2,92 x 10 ⁻⁴	1,29	0,9997
15	2,85 x 10 ⁻⁴	1,31	0,9997
16	3,17 x 10 ⁻⁴	1,21	0,9991
17	2,37 x 10 ⁻⁴	1,19	0,9998
18	2,94 x 10 ⁻⁴	1,06	0,9971
R² médio			0,9988

Perazzini (2011) também encontrou nesse mesmo modelo uma descrição satisfatória para a secagem de resíduos sólidos orgânicos de frutas cítricas. O mesmo ocorreu com Silva et al. (2013) para resíduos de abacaxi desidratados por ar quente em camada fina e com Duzzioni et al. (2013) para resíduo de acerola desidratados nessas mesmas condições.

Em posse dos parâmetros do modelo, foram construídas curvas de cinética para cada uma das condições experimentais avaliadas, as quais estão representadas na Figura 4.2. Através dessas curvas foi possível verificar os impactos que a velocidade e temperatura do ar têm sobre o processo de desidratação, maximizando a remoção de umidade quando as mesmas apresentam valores mais altos. Comportamento semelhante foi observado por Bezerra et al. (2015) para desidratação de cascas de maracujá por ar quente em secadores de bandeja.



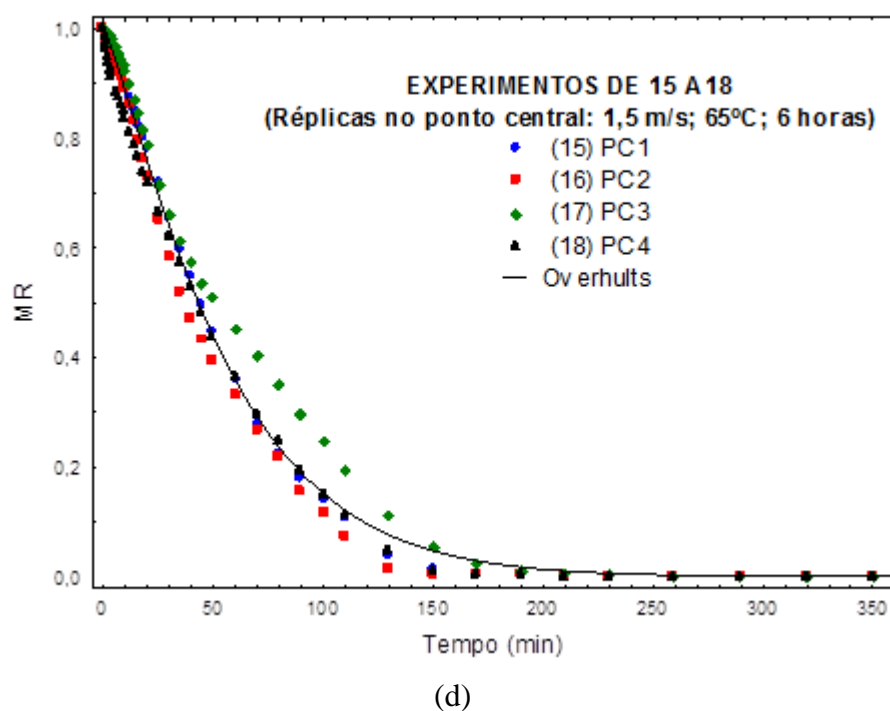
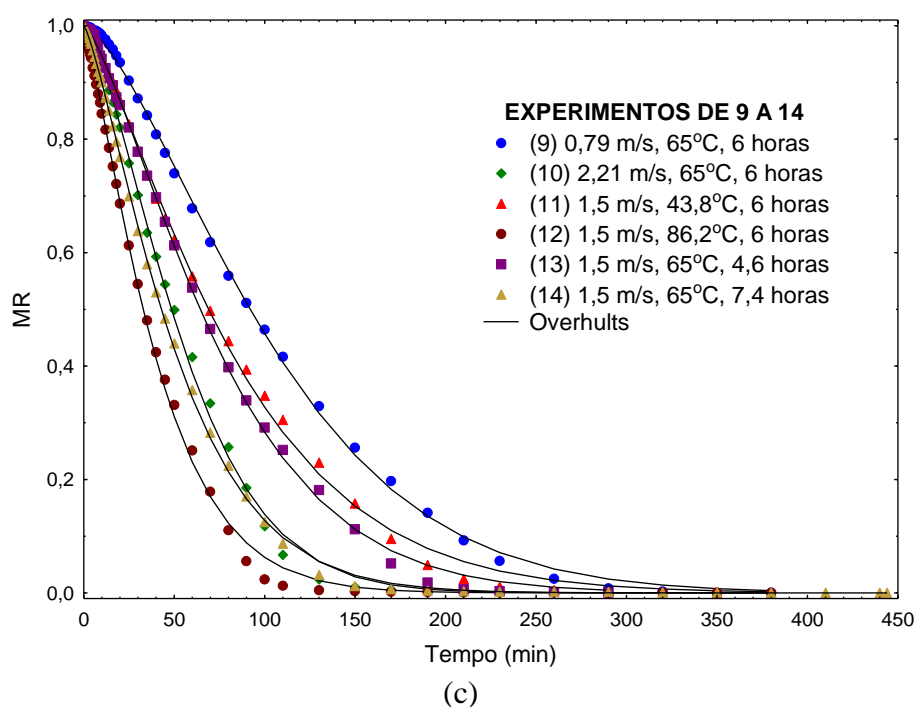


Figura 4.2 – Curvas de cinética de desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 4, (b) 5 a 8, (c), 9 a 14 e (d) 15 a 18.

Por si só, tal análise validaria o uso das variáveis temperatura e velocidade do ar em seus limites máximos, reduzindo o tempo de processo e gerando uma possível economia de energia. Porém, tornou-se necessária a análise do impacto das mesmas nos compostos

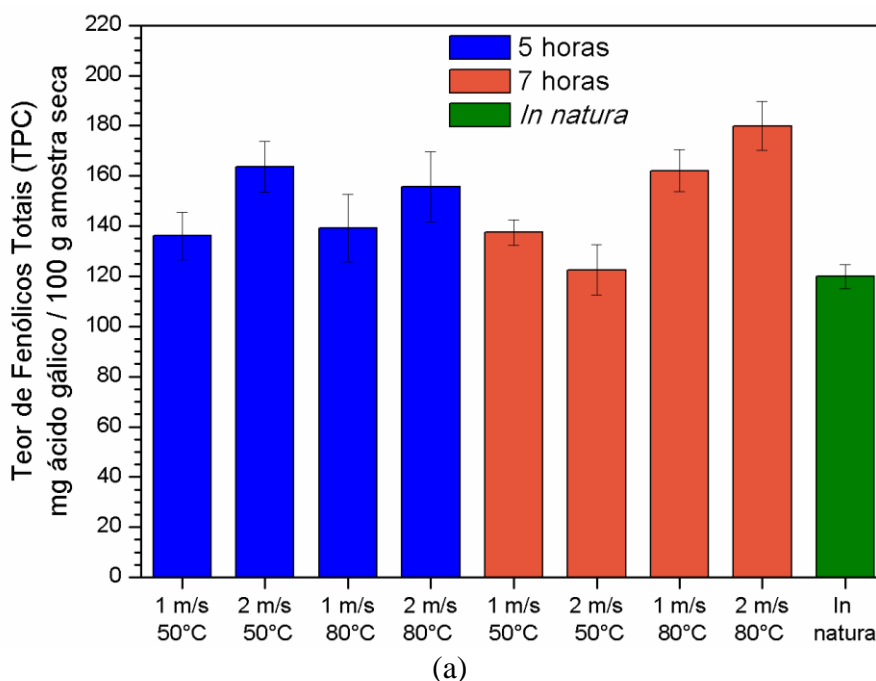
bioativos presentes no resíduo, a fim de se verificar se os mesmos foram afetados ou não por essas condições, visando à obtenção de um produto final de qualidade.

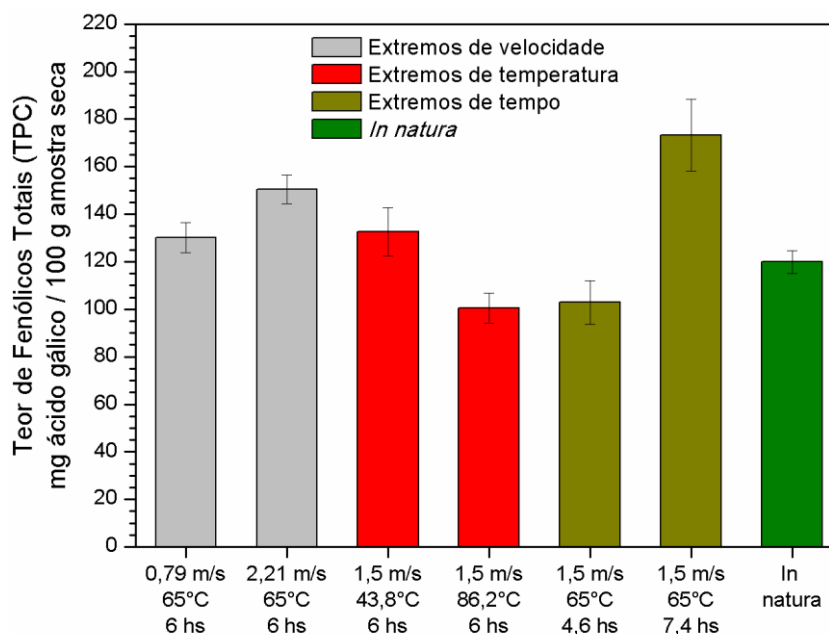
4.3.3 – Compostos Bioativos

Os resultados obtidos nas análises de cada composto bioativo para os experimentos realizados serão apresentados a seguir. Com o intuito de facilitar o entendimento e discussão dos mesmos, agrupou-se os experimentos em dois blocos, bloco (a): experimentos de 1 a 8, representando os níveis ± 1 do PCC (equivalente ao 2^K) e bloco (b): experimento 9 a 14, onde se avaliou os extremos das variáveis analisadas (níveis extremos do planejamento, ou seja, $\pm \alpha$). Os resultados obtidos para os experimentos de 15 a 18, que representam as réplicas no ponto central estão expressos ao término da discussão.

Teor de Fenólicos Totais (TPC)

Os resultados obtidos para o teor de fenólicos totais (TPC) para os blocos (a) e (b), ou seja, os 14 primeiros experimentos estão expressos na Figura 4.3, onde pôde ser observado que o teor de fenólicos totais foi afetado pelas condições operacionais da secagem por ar quente.





(b)

Figura 4.3 – TPC para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e

(b) experimentos de 9 a 14

Pela análise da Figura 4.3, verificou-se que a desidratação do resíduo de maracujá por ar quente favoreceu positivamente a quantidade de compostos fenólicos presentes no material, obtendo-se na maioria dos experimentos teores próximos ou superiores aos do material *in natura*. Tal comportamento, como discutido anteriormente, pode ser justificado pelo rompimento da estrutura interna do material e a presença de compostos como as melanoidinas que favorecem os antioxidantes (CHISM; HAARD, 1996; VEGA-VÁLDEZ et al., 2009).

Pôde ser observado também que os experimentos realizados nas maiores temperaturas e tempos de exposição foram responsáveis pelos maiores teores deste composto bioativo e que a velocidade do ar pouco influenciou no TPC. Tal comportamento é confirmado na Figura 4.3(b), onde é possível observar também o maior impacto causado no teor de fenólicos devido a um elevado tempo de exposição. A única ressalva é que em temperaturas extremas, como a de 86,2°C, o TPC obtido reduziu-se em comparação com as temperaturas mais baixas, indicando uma degradação do composto quando submetido a valores muito elevados de temperatura.

Dessa forma, pôde-se concluir que sob o ponto de vista dos compostos fenólicos, as melhores condições, dentre as testadas foram as temperaturas de 80°C e tempos de 7 horas,

que permitiram os melhores resultados para esses compostos. O impacto da velocidade é baixo quando comparado as outras variáveis, mas se mostrou positivo.

Em posse dos resultados anteriores, construiu-se a Figura 4.4 que representa as superfícies de resposta do TPC em função das variáveis estudadas. Nestas superfícies a variável não apresentada encontra-se no nível central.

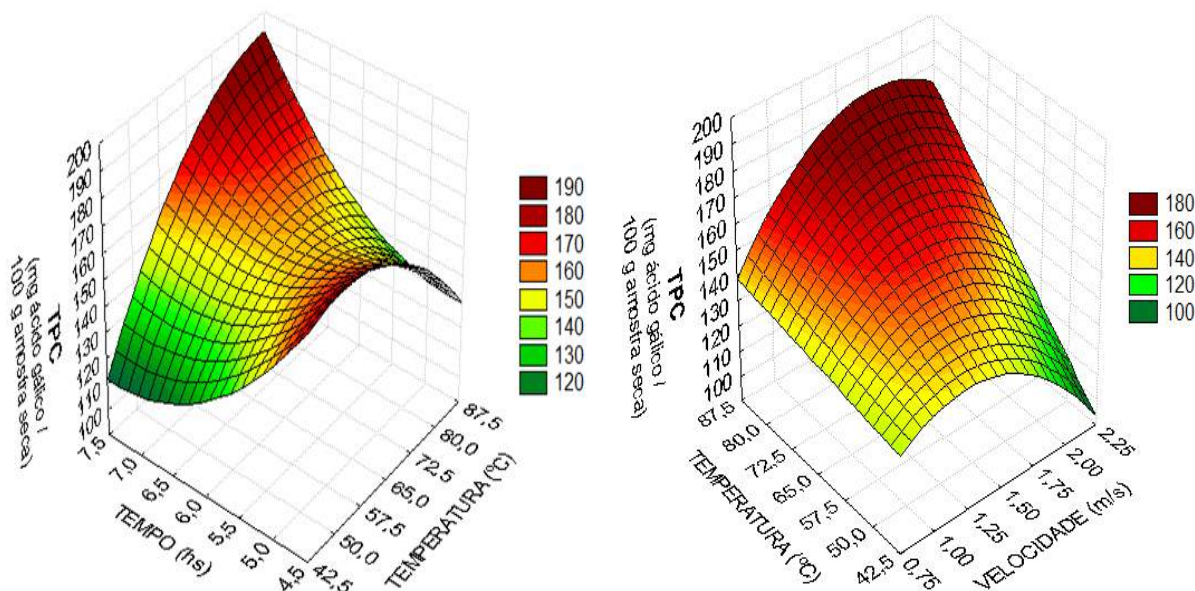


Figura 4.4 – TPC para as desidratações por ar quente

Os modelos obtidos e seus parâmetros estatísticos estão detalhados no Apêndice B. Observou-se que tal análise confirmou o impacto positivo observado para as variáveis temperatura e tempo (e sua interação) nos teores de TPC e que, apesar de menor impacto quando comparada com as demais variáveis, a velocidade também favoreceu os teores de compostos fenólicos.

Teor de Flavonoides Totais (TFC)

A Figura 4.5 apresenta os resultados para os teores de flavonoides do resíduo de maracujá. Observou-se um comportamento qualitativamente semelhante aos obtidos para os compostos fenólicos, isto é, a desidratação favoreceu o teor final de flavonoides presentes nos resíduo.

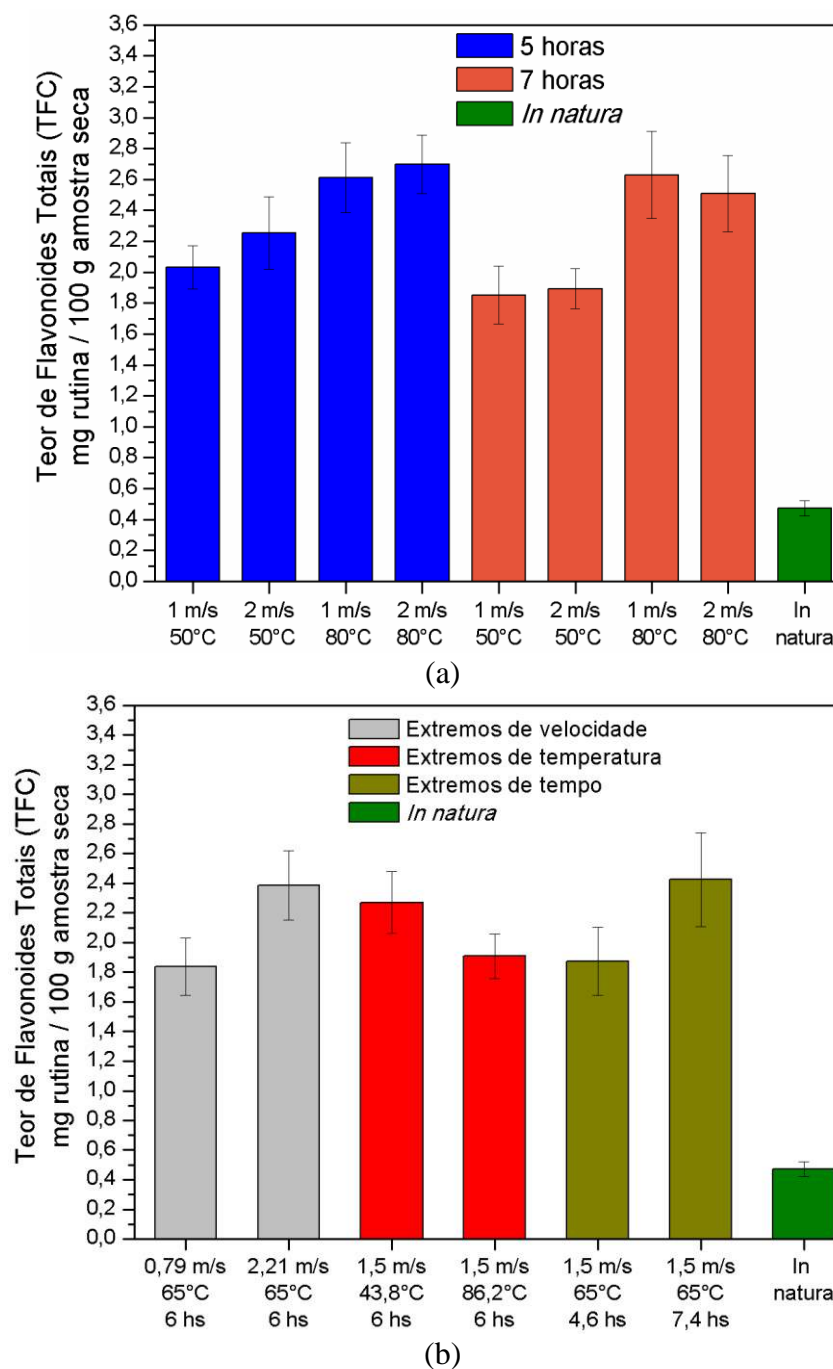


Figura 4.5 – TFC para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e
(b) experimentos de 9 a 14

Verificou-se que a variável temperatura foi a que mais impactou positivamente o TFC, e diferentemente do ocorrido para os fenólicos, o tempo de exposição não apresentou tanta influência nos mesmos. A velocidade do ar, mais uma vez, se mostrou com pouca relevância, com exceção de sua condição extrema (b) e mais uma vez notou-se que a

temperatura de 86,2°C levou a uma degradação do composto, indicando também um limite de operação – que no caso dos experimentos foi de 80°C.

Dessa forma, pôde-se concluir que o teor de flavonoides presente no material desidratado foi muito superior ao obtido do *in natura* e que tal condição ainda pode ser maximizada quando exposta a temperaturas maiores, desde que seja observado um limite. Velocidade do ar e tempo de desidratação pouco impactaram, permitindo uma operação dessas variáveis em níveis inferiores, maximizando a economia de energia, desde que obviamente respeitando as condições de umidade final requerida.

Assim como realizado para os compostos fenólicos, em posse dos resultados obtidos construiu-se as superfícies de resposta expostas na Figura 4.6 e cuja análise estatística completa encontra-se no Apêndice B. Através das mesmas observou-se claramente o maior impacto da temperatura sobre o TFC em relação ao tempo de desidratação e velocidade do ar.

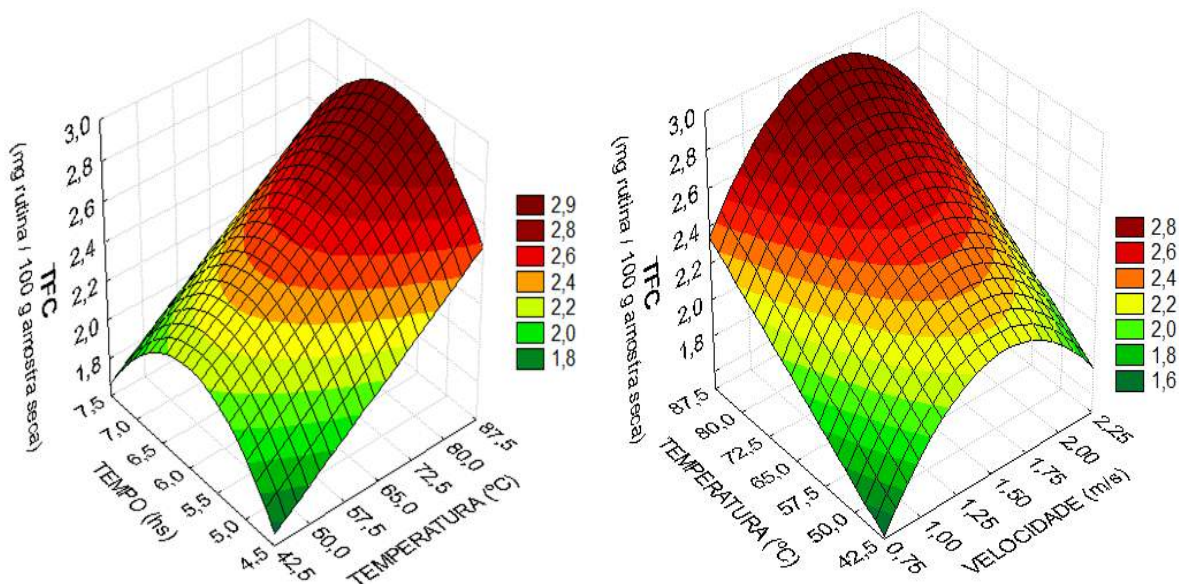
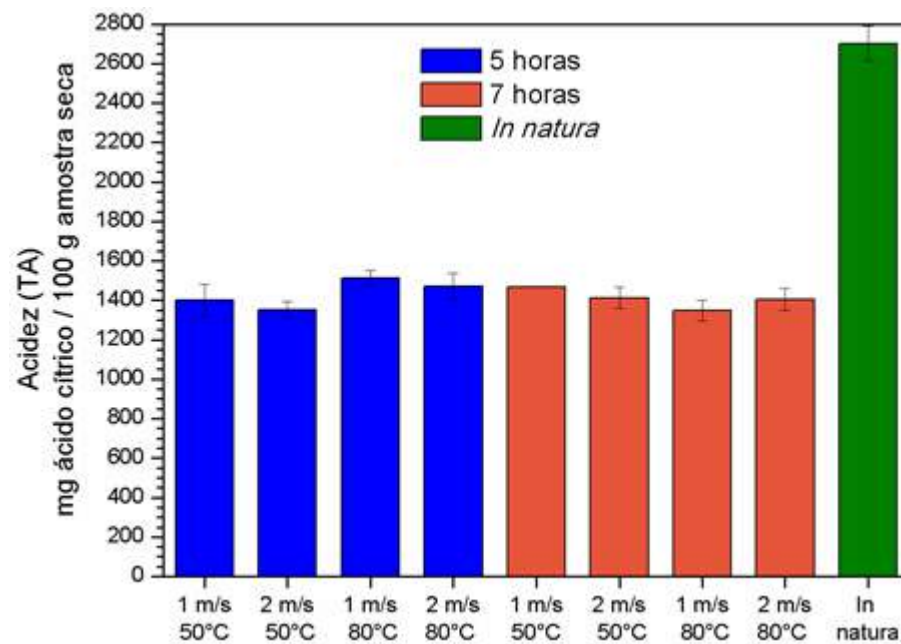


Figura 4.6– TFC para as desidratações por ar quente

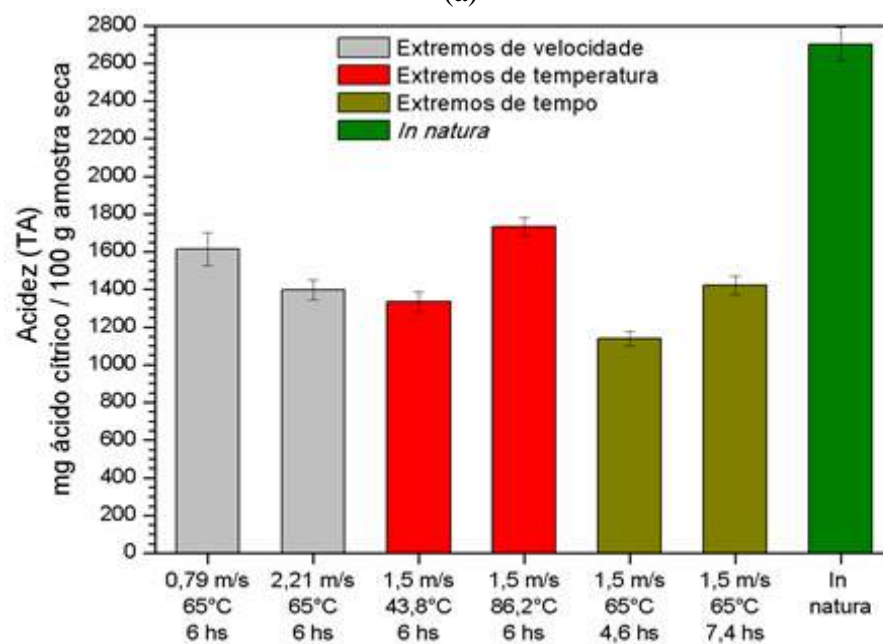
Acidez (TA)

Ao contrário do obtido para os compostos fenólicos e flavonoides, foi observado que a desidratação do resíduo por ar quente promoveu a degradação do ácido cítrico, como observado na Figura 4.7, com o mesmo atingindo valores médios de 55% do teor original do material (entre 1400 e 1600 mg ácido cítrico / 100 g amostra seca). Tal comportamento já era

esperado, assim como exposto por Podsedek (2007), que confirmou a sensibilidade desse composto à temperatura.



(a)



(b)

Figura 4.7 – TA para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e

(b) experimentos de 9 a 14

Ao mesmo tempo, verificou-se na Figura 4.7(a) que praticamente as variáveis operacionais pouco influenciaram no teor final de ácido cítrico. Isso indica que após a

degradação sofrida por esse composto durante a desidratação, seus teores se estabilizaram, independentemente de temperatura, velocidade ou tempo. Uma leve variação foi observada apenas na Figura 4.7(b), onde pôde-se notar que, somente em condições extremas, houve um maior efeito.

A Figura 4.8 apresenta as superfícies de resposta obtidas para o TA. Cabe ressaltar que as mesmas representam o comportamento dos teores de ácido cítrico em uma faixa muito estreita de resultados, onde se situaram praticamente todos os resultados. A análise estatística (Apêndice B) confirmou tal comportamento.

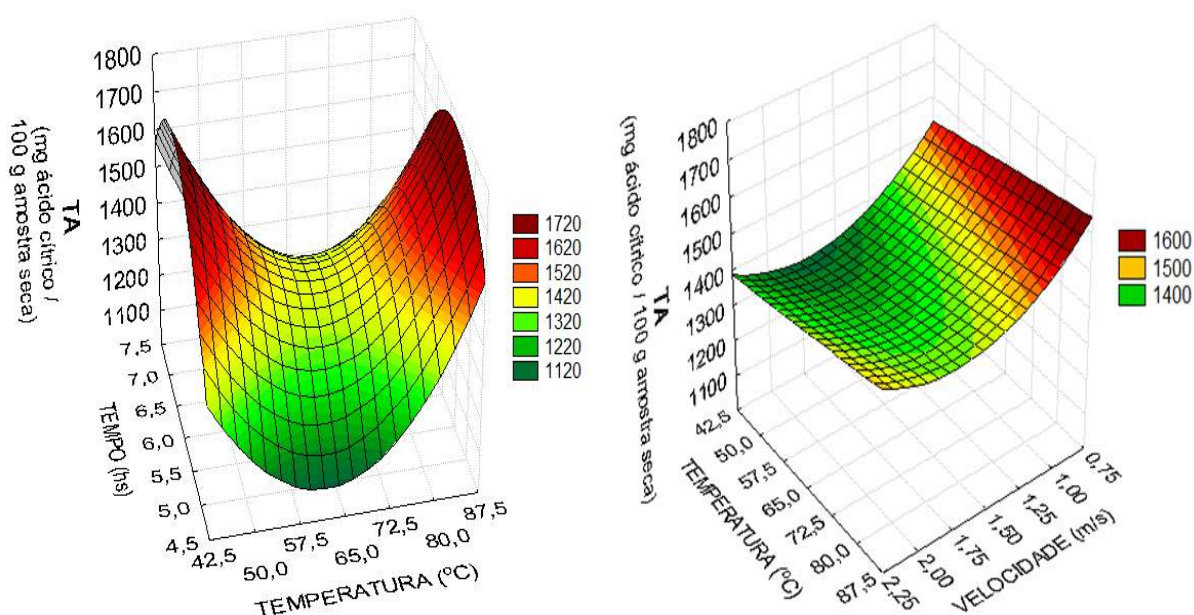
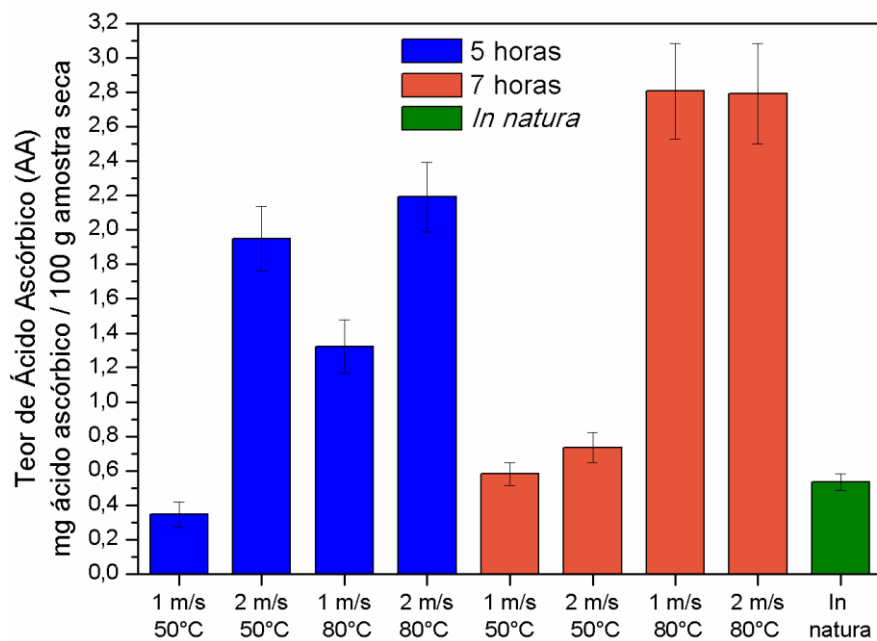


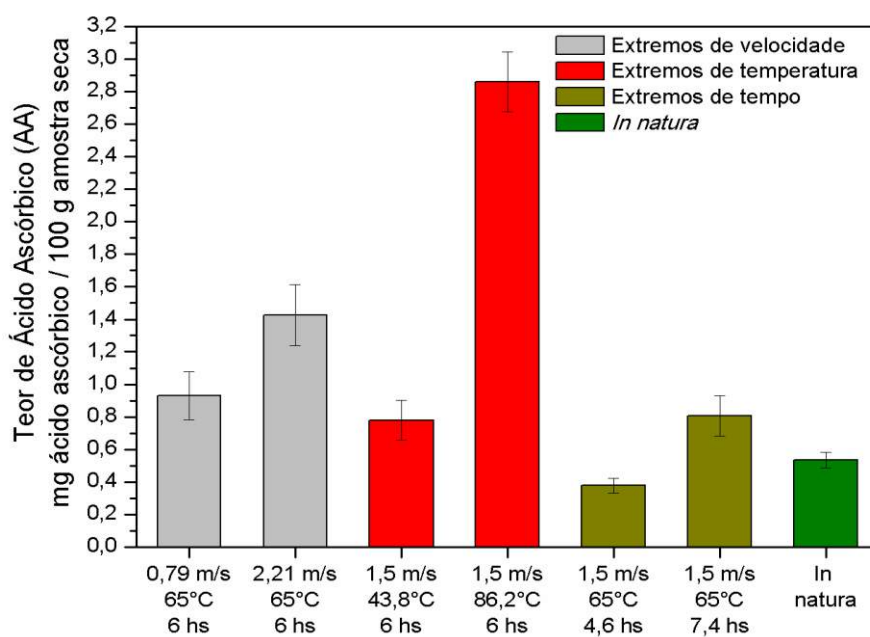
Figura 4.8 – TA para as desidratações por ar quente

Teor de Ácido Ascórbico (AA)

Os resultados obtidos para os teores de ácido ascórbico ou vitamina C (AA), estão expressos na Figura 4.9. Foi possível observar que o AA do material foi impactado de forma positiva e intensa pela temperatura, assim como esperado e observado por Dorta et al. (2012), indicando um potencial benefício da desidratação por ar quente sobre o resíduo do maracujá.



(a)



(b)

Figura 4.9 – AA para desidratação por ar quente: (a) experimentos de 1 a 8 e
(b) experimentos de 9 a 14

Além do grande impacto positivo da temperatura, foi possível observar que aumentos na velocidade e tempo de desidratação também geraram aumentos no AA, ainda que de forma menos intensa, como pôde ser bem observado na Figura 4.9(b). Dessa forma, verificou-se que é possível intensificar os teores de ácido ascórbico no material, atuando em condições

operacionais que favorecem a desidratação, sendo que a variável temperatura do ar foi a que mais impactou o processo.

A Figura 4.10 e as análises estatísticas obtidas através da mesma (Apêndice B) confirmaram o observado, onde é visível a grande influência da temperatura no AA do resíduo de maracujá desidratado.

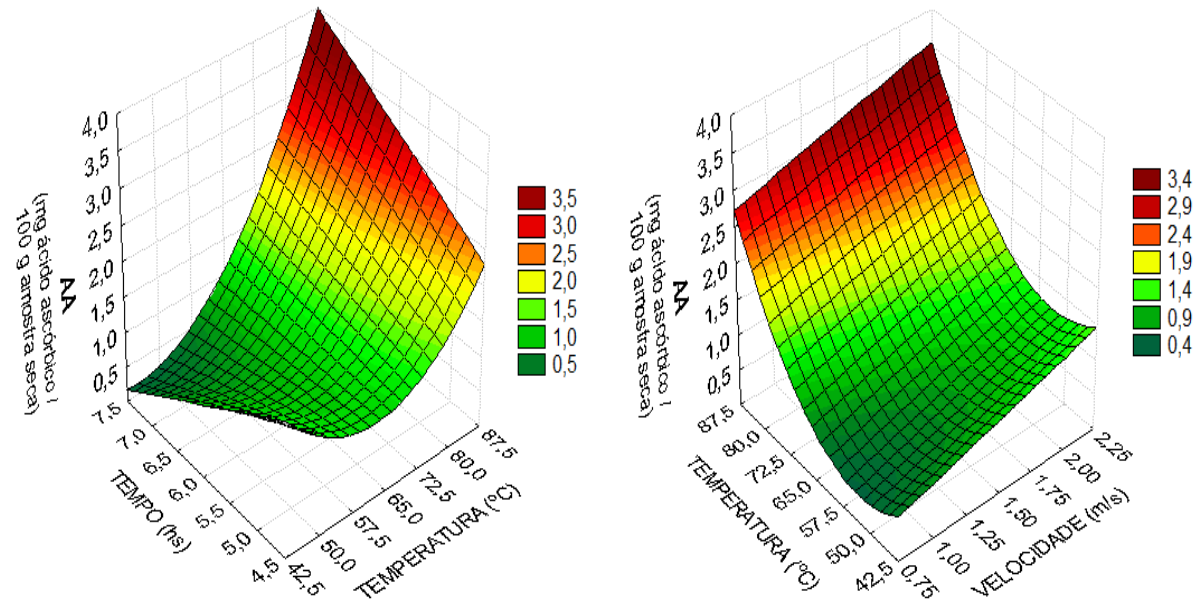
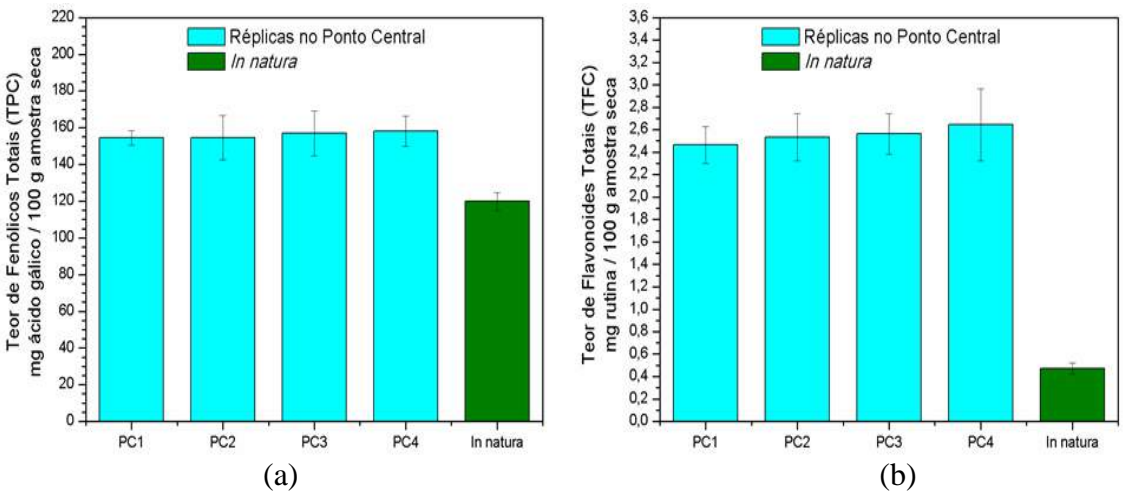


Figura 4.10 – AA para as desidratações por ar quente

Os resultados obtidos para os experimentos de 15 a 18, as réplicas no ponto central, se mostraram condizentes com os demais experimentos e estão expressos na Figura 4.11. Nesses foi possível verificar a confiabilidade e repetibilidade dos resultados através das réplicas no ponto central.



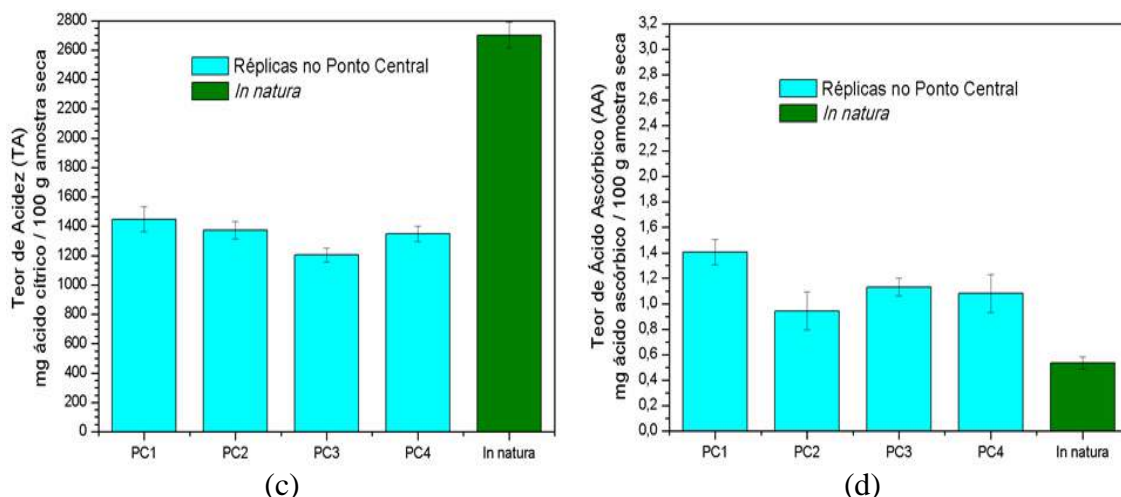


Figura 4.11 – Compostos bioativos para desidratação por ar quente nos experimentos de 15 a 18: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA.

Globalmente analisando os resultados obtidos para os teores de compostos bioativos, pôde-se concluir que apesar das variáveis velocidade do ar e temperatura terem influenciado fortemente a cinética de remoção de umidade, os teores de compostos bioativos foram impactados de forma muito mais relevante pela temperatura do ar quente e tempo de desidratação, sofrendo menor impacto da velocidade.

Os compostos fenólicos, flavonoides e ácido ascórbico foram intensificados após as exposições à temperatura de 80°C, enquanto que o ácido cítrico degradou com a desidratação. Tal comportamento em compostos bioativos também foi observado por Silva (2015) para uma série de resíduos desidratados em leito fixo, como abacaxi, maracujá, goiaba e acerola.

4.3.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Após a desidratação, as amostras foram submetidas à microscopia eletrônica de varredura (MEV). Tal análise foi relevante devido à importância de se verificar os impactos estruturais sofridos pelo material pós-desidratação, confirmando as propriedades e observações das análises anteriores. As imagens obtidas estão mostradas na Figura 4.12.

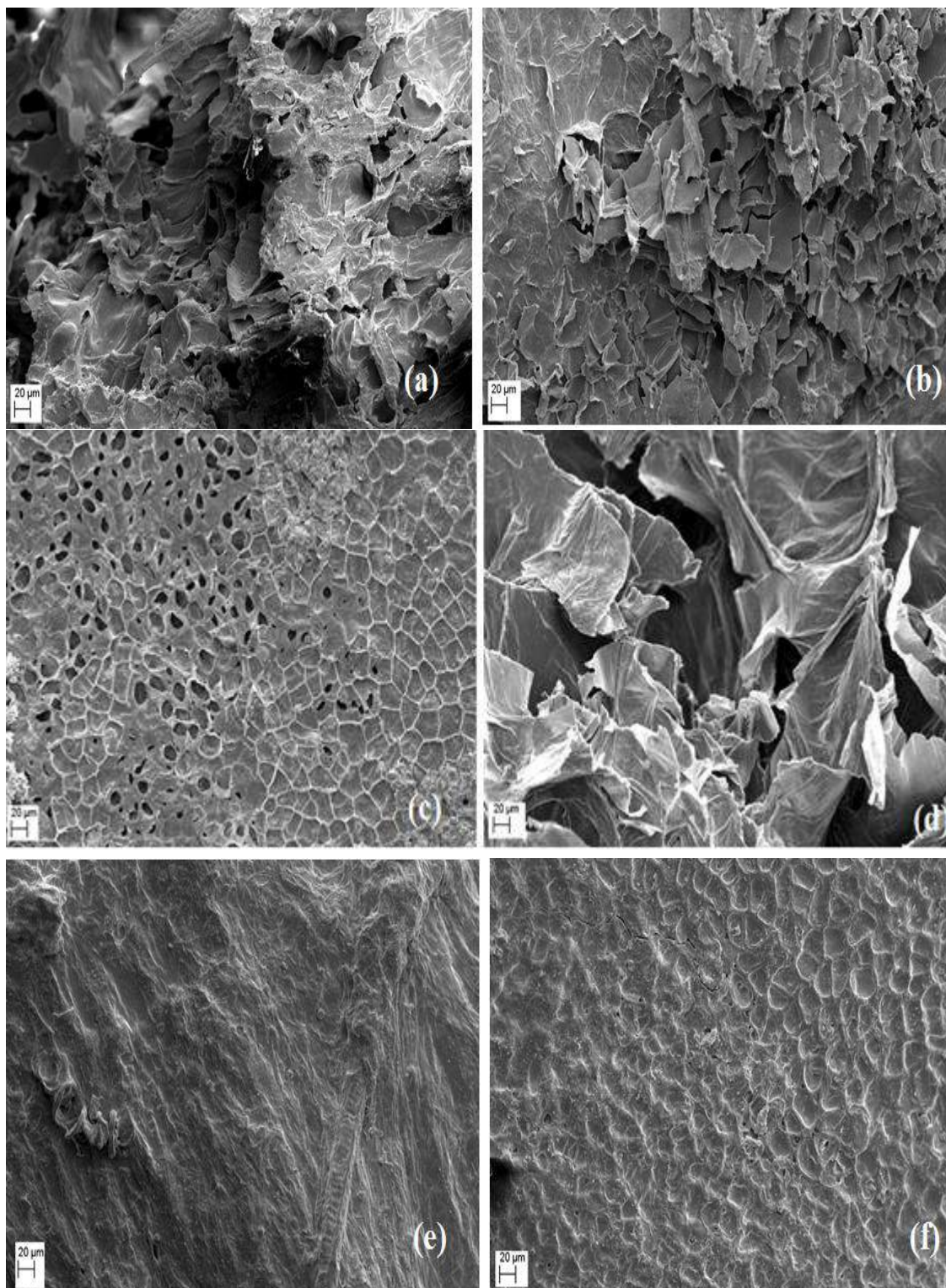


Figura 4.12 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 500 vezes para as amostras desidratadas por ar quente: (a) 50°C; 1 m/s; 5 horas, (b) 50°C; 1 m/s; 7 horas, (c) 65°C; 1,5 m/s; 6 horas, (d) 65°C; 2,2 m/s; 6 horas, (e) 80°C; 2 m/s; 7 horas e (f) 86,2°C; 1,5 m/s; 6 horas.

Através das imagens obtidas foi observado que as variáveis analisadas impactaram diretamente na estrutura final do material obtido. Enquanto que para as temperaturas de 50°C (a e b) obteve-se uma estrutura porosa indicativa da passagem do ar pelo resíduo, nas temperaturas de 80°C (e) e 86,2°C (f) a estrutura apresentou um fechamento nos mesmos indicando o enrugamento do material, já que nessas condições houve uma exposição excessiva ao ar quente.

No que diz respeito a variações na velocidade do ar quente, observou-se que um aumento nessa variável originou uma maior formação de poros na estrutura da amostra, quando a mesma foi submetida à velocidade de 1,5 m/s (c) e 2,2 m/s (d). Comportamento semelhante foi observado por Silva (2015) para sementes de acerola desidratadas por ar quente, onde foi observado que aumentos de velocidade proporcionaram rompimento de fibras e geração de poros na estrutura do resíduo.

Por fim, o tempo de desidratação apresentou impactos semelhantes aos da temperatura, reduzindo o número de poros no material quando o mesmo foi submetido a 5 (a) e 7 horas (b) de desidratação, indicando que a exposição excessiva do material ao calor originado do ar quente pode aumentar o enrugamento do material, reduzindo a porosidade da estrutura.

4.4 – Desidratação por Infravermelho

4.4.1 – Considerações Gerais sobre a Desidratação

As amostras desidratadas por infravermelho apresentaram uma redução de volume maior que aquelas submetidas à exposição por ar quente e seu aspecto visual mostrou variações de acordo com a condição operacional a qual o material foi submetido, como pode ser visto na Figura 4.13. Regiões de superaquecimento e/ou carbonização não foram identificadas, ressaltando a maior uniformidade de aquecimento por este método como já afirmado na literatura (SAKAI; HANZAWA, 1994; NOWAK; LEWICKI, 2004).



Figura 4.13 – Amostras desidratadas por infravermelho em diferentes condições operacionais

4.4.2 – Testes Preliminares

Assim como explanado na Metodologia, submeteu-se inicialmente o resíduo de maracujá a desidratação por infravermelho em três temperaturas distintas: 65, 80 e 95°C, onde o material foi deixado para desidratar até atingir o equilíbrio e o próprio equipamento informava o fim da desidratação. Na Tabela 4.4 tem-se os resultados obtidos para o tempo de desidratação e a umidade final em cada um dos experimentos, verificando-se que, como esperado, maiores temperaturas, permitiram obter tempos reduzidos de desidratação (TOGRUL, 2005)

Tabela 4.4 – Tempo de desidratação e umidade final obtidos na desidratação por infravermelho (testes preliminares)

Temperatura	Tempo de desidratação	Umidade Final
65°C	525 min (8,8 hs)	5,30 ± 0,09 %
80°C	360 min (6,0 hs)	4,33 ± 0,05 %
95°C	260 min (4,1 hs)	3,64 ± 0,11 %

Com os resultados obtidos, realizou-se a construção das curvas de cinética, convertendo os dados de umidade em valores de adimensional de umidade (MR). Os valores de MR em função do tempo foram analisados por técnicas de regressão não linear, com o objetivo de se avaliar qual dos modelos apresentados na literatura se melhor adequaria aos pontos experimentais.

Assim como obtido para a desidratação no leito fixo, o modelo que melhor representou os dados foi o de Overhults et al. (1973), cujos parâmetros estão apresentados na Tabela 4.5 e as curvas de cinética obtidas apresentadas na Figura 4.14.

O modelo de Overhults et al. (1973) foi eficiente para prever o comportamento do material quando exposto a essa radiação, apresentando altos valores de adequabilidade ao modelo (R^2). Silva (2014) também verificou o mesmo comportamento para este modelo na desidratação de acerola por infravermelho sob diferentes pré-tratamentos.

Tabela 4.5 – Coeficientes para modelo de Overhults et al.(1973) na desidratação por infravermelho

Temperatura	k	n	R^2
65°C	$8,70 \times 10^{-5}$	1,29	0,9991
80°C	$1,36 \times 10^{-4}$	1,26	0,9994
95°C	$1,82 \times 10^{-4}$	1,34	0,9994
R^2 médio			0,9993

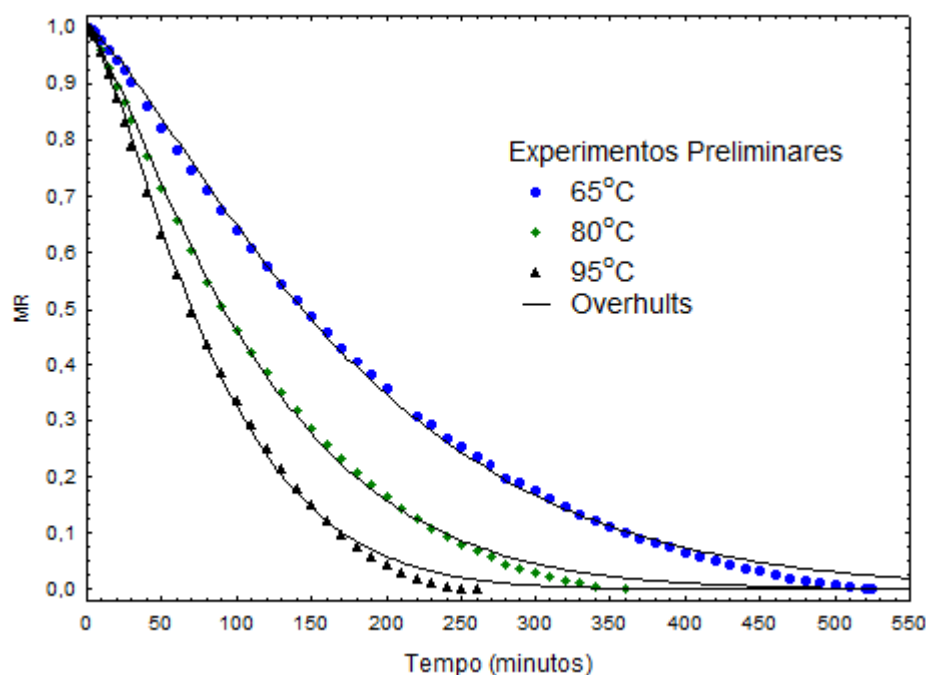


Figura 4.14 – Cinética de remoção de umidade para a desidratação por infravermelho

Além da avaliação da cinética, foram realizadas as análises dos compostos bioativos para se verificar o impacto deste tipo de desidratação sobre os teores dos mesmos no material desidratado. Os resultados obtidos estão expressos na Figura 4.15, indicando um efeito benéfico da exposição ao infravermelho.

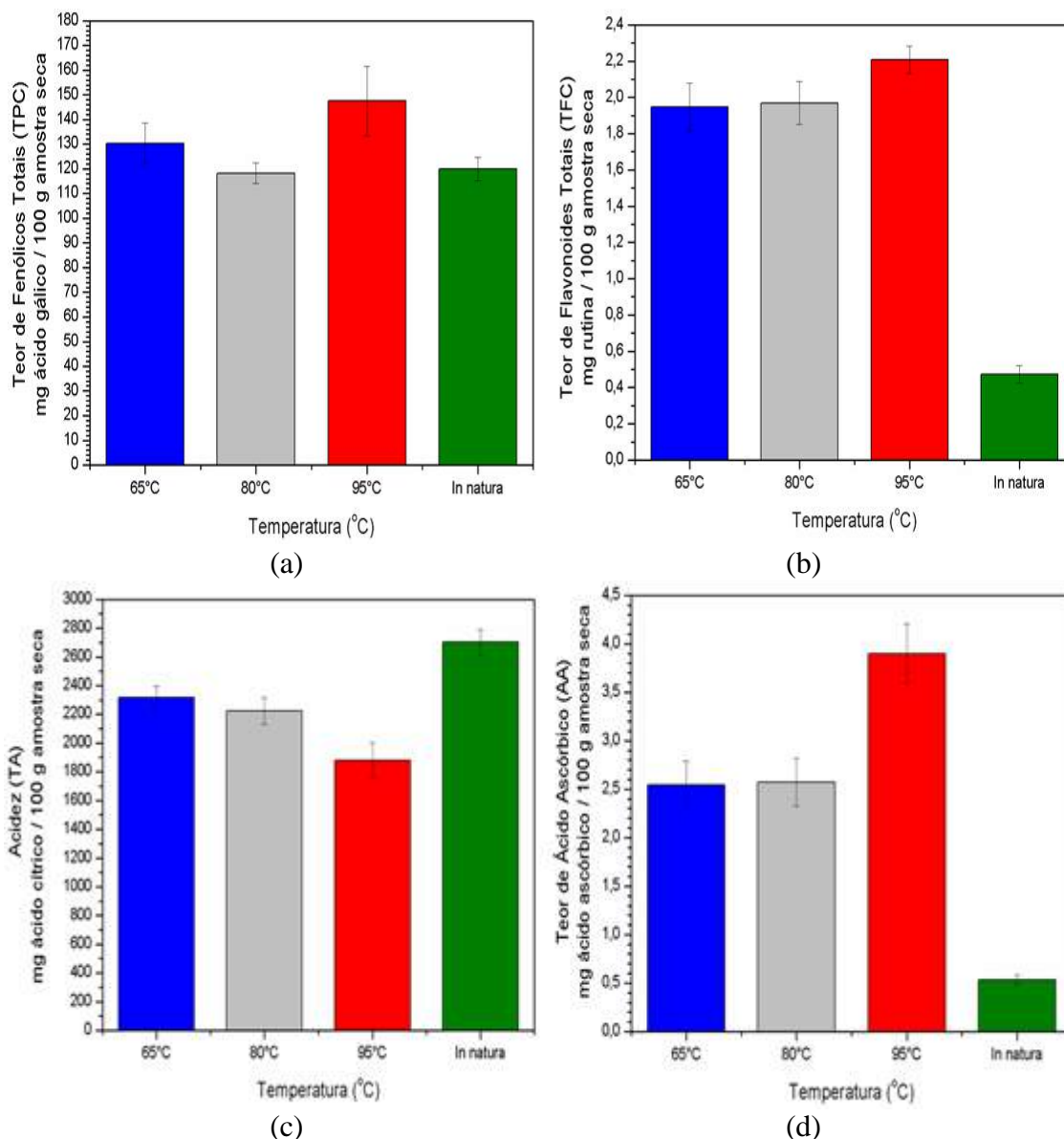


Figura 4.15 – Teores de compostos bioativos após a desidratação por infravermelho: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA – Testes Preliminares

Observou-se que os teores de compostos fenólicos, flavonoides e ácido ascórbico foram impactados positivamente pelo processo, apresentando valores semelhantes (no caso do TPC) e até mesmo muito superiores (TFC e AA) que o resíduo *in natura*, indicando um potencial aproveitamento dessa metodologia. Em contrapartida, os teores de ácido cítrico (TA) apresentaram valores inferiores aos do material *in natura*, indicando a degradação desse composto ao longo do processo devido à sensibilidade térmica do mesmo, já discutida anteriormente.

Dessa forma, concluiu-se que o aumento na temperatura na faixa estudada nesta etapa do trabalho se mostrou benéfico ao processo, reduzindo o tempo de desidratação e ao

mesmo tempo agiu positivamente nos teores de compostos bioativos, os quais apresentaram aumento e melhores resultados para a temperatura de 95°C. E a exceção da regra foi o TA, já que maiores temperaturas promoveram a degradação desse composto.

4.4.3 – Planejamento Composto Central (PCC)

Apesar dos três experimentos terem sido suficientes para fornecer informações úteis sobre a cinética de desidratação e o comportamento dos teores de compostos bioativos no resíduo de maracujá, tornou-se necessária uma análise mais profunda dessa metodologia, com o intuito de quantificar o efeito das variáveis de processo estudadas sobre as respostas de interesse.

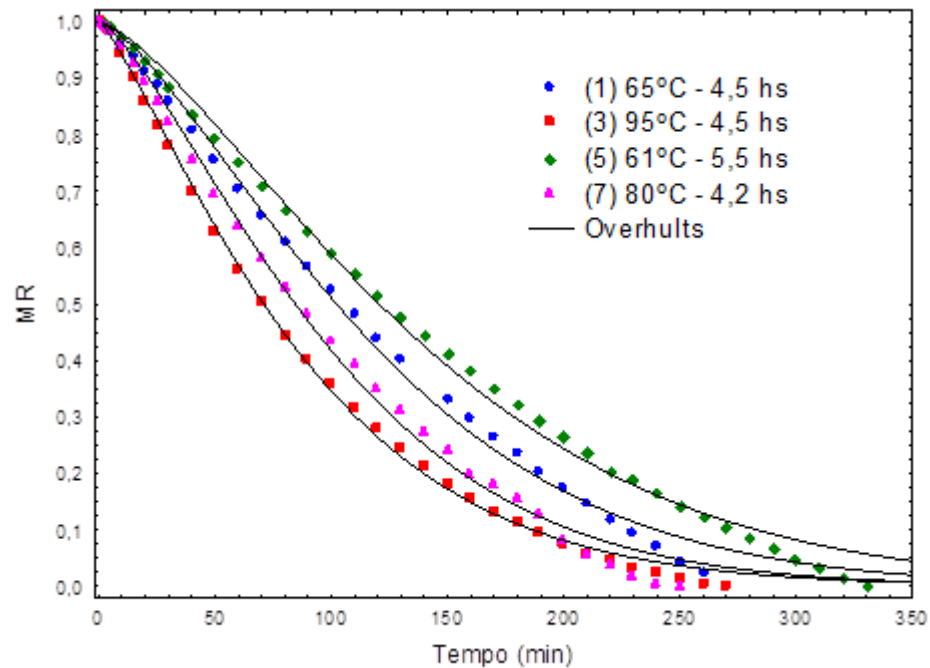
Dessa forma, realizou-se um Planejamento Composto Central (PCC), baseado nas temperaturas utilizadas nos testes anteriores, mas com o acréscimo da variável tempo, permitindo uma melhor averiguação dos dados experimentais. Os experimentos realizados, assim como os resultados de umidade final obtidos para cada um deles estão expressos na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Umidade final e adequabilidade ao modelo de Overhults et. al. (1973) para o PCC das desidratações por infravermelho

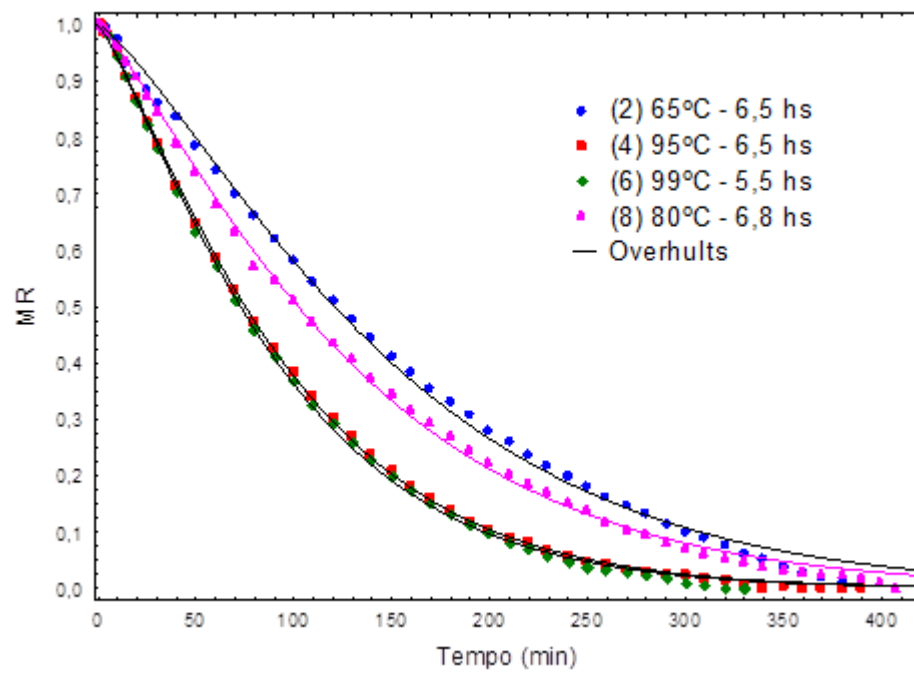
Experimentos	Temperatura (°C)	Tempo (horas)	Umidade Final (%)	R² (Overhults)
1	65	4,5	56,31 ± 3,15	0,9966
2	65	6,5	38,66 ± 1,57	0,9980
3	95	4,5	4,11 ± 0,20	0,9992
4	95	6,5	2,55 ± 0,02	0,9998
5	61	5,5	53,63 ± 6,84	0,9971
6	99	5,5	3,72 ± 0,06	0,9997
7	80	4,2	37,41 ± 2,36	0,9970
8	80	6,8	6,74 ± 0,17	0,9993
9	80	5,5	19,27 ± 1,07	0,9994
10	80	5,5	20,82 ± 0,78	0,9990
11	80	5,5	19,64 ± 1,00	0,9990
12	80	5,5	20,36 ± 0,59	0,9986
13	80	5,5	21,19 ± 0,38	0,9992

Verificou-se que, assim como ocorrido nos testes iniciais, o modelo de Overhults et al. (1973) representou bem os dados experimentais. Devido às variações de tempo, uma série de experimentos apresentou níveis altos de umidade, que eram esperados, já que optou-se por

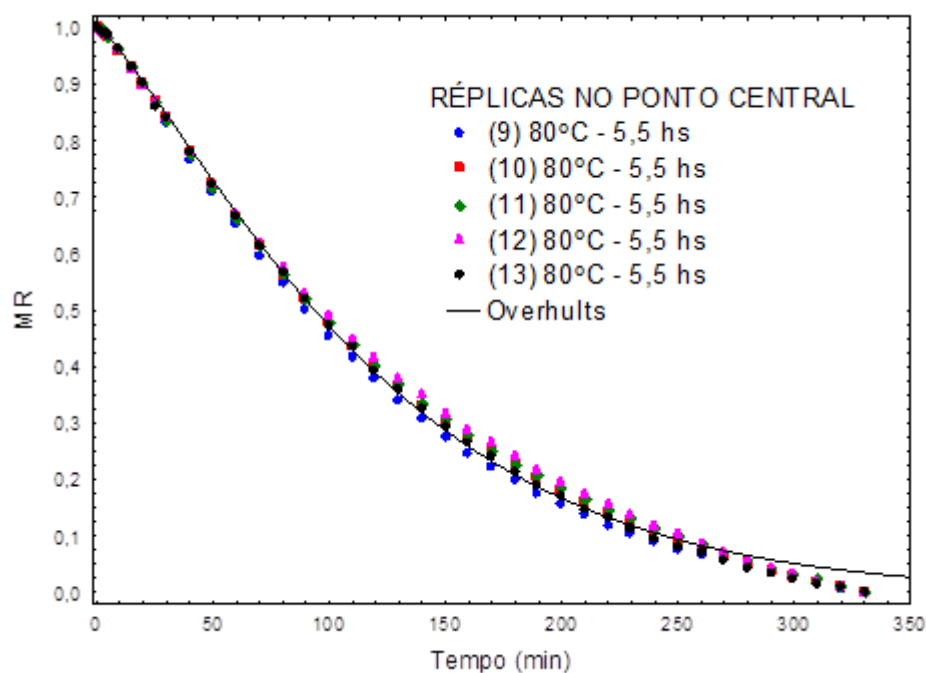
verificar o impacto nos compostos bioativos em relação à exposição parcial e superexposições ao infravermelho. A Figura 4.16 apresenta as curvas de cinética obtidas para cada experimento do Planejamento Composto Central, onde fica visível o efeito da temperatura sobre cada um dos experimentos.



(a)



(b)



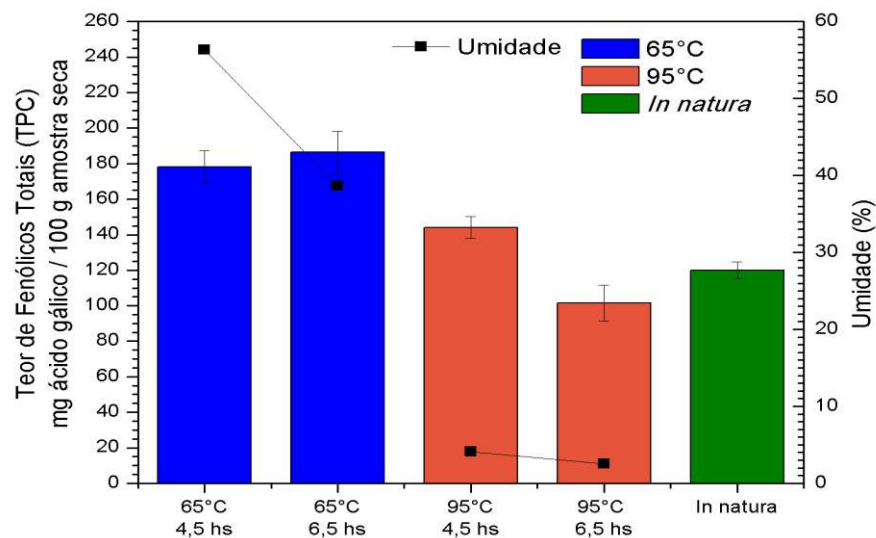
(c)

Figura 4.16 – Curvas de cinética de desidratação por infravermelho: (a) experimentos 1, 3, 5 e 7; (b) experimentos 2, 4, 6 e 8 e (c) experimentos de 9 a 13

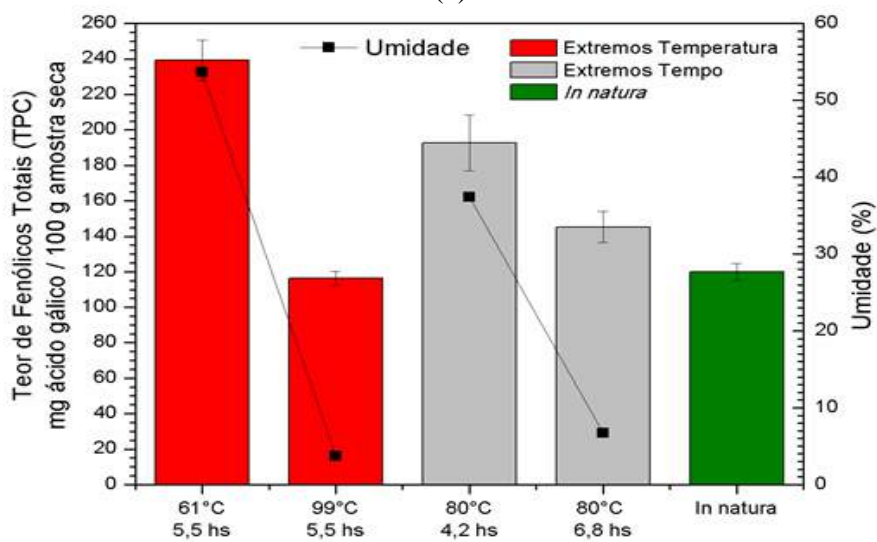
A análise de compostos bioativos foi realizada para todos os experimentos do PCC. Assim como foi na desidratação por ar quente e visando uma melhor representação e discussão dos resultados obtidos, dividiu-se os mesmos em dois agrupamentos gráficos: (a) experimentos de 1 a 4 (temperaturas de 65 e 95°C e tempo de 4,5 e 6,5 horas) e (b) experimentos de 5 a 8 (extremos de temperatura e tempo do PCC). Os experimentos de 9 a 13, que representam as réplicas no ponto central e a reprodutibilidade dos resultados são apresentados ao término da discussão.

Teor de Fenólicos Totais (TPC)

Os teores de fenólicos obtidos estão apresentados na Figura 4.17, onde pôde-se observar que os mesmos foram impactados tanto pela temperatura quanto pelo tempo, de formas diferentes de acordo com os níveis dessas variáveis. Inicialmente, pôde-se observar que o TPC obtido nos experimentos foi próximo ou superior ao do resíduo *in natura*, indicando aumento nos teores desses compostos durante a desidratação por infravermelho.



(a)



(b)

Figura 4.17 – TPC para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8

Verificou-se também que para os experimentos realizados nas temperaturas de 61°C e 65°C, o TPC apresentou valores elevados, porém com um alto índice de umidade, o que inviabilizaria o armazenamento do material desidratado. Dessa forma, os experimentos realizados nas demais temperaturas (80°C e 95°C) são considerados os melhores em termos de teores de fenólicos nesse quesito, pois atingiram níveis de umidade inferiores a 10%, portanto, satisfatórios.

Entretanto, para as temperaturas de 80°C e 95°C ficou evidente o impacto negativo da variável tempo aos teores de fenólicos, indicando que a exposição prolongada do material a radiação infravermelha de média e alta intensidade é prejudicial ao TPC.

Dessa forma, observou-se que é necessário identificar condições de temperatura e tempo de exposição adequados, tendo em vista a redução de umidade até níveis que possam ser estocados, bem como aos teores de fenólicos totais. Dentro dessa análise, a temperatura de 95°C com 4,5 horas de exposição destacou-se, sendo então, a melhor condição dentre as avaliadas.

Teor de Flavonoides Totais (TFC)

O teor de flavonoides obtido nos experimentos está expresso na Figura 4.18.

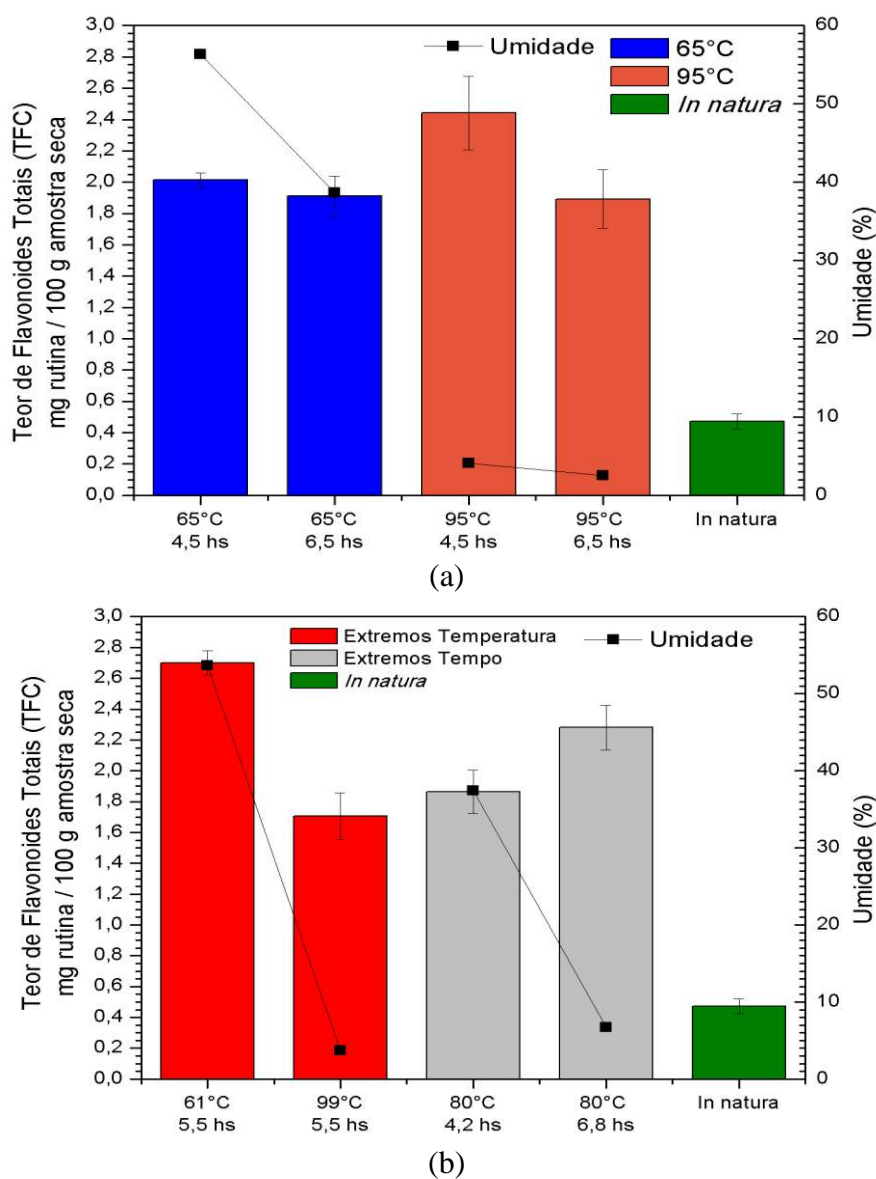


Figura 4.18 – TFC para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8

Observou-se que, assim como ocorrido nos testes preliminares, foi possível obter teores de flavonoides elevados quando comparados aos do resíduo *in natura*, independente da condição que o material foi submetido ao infravermelho, comportamento semelhante ao observado na desidratação por ar quente.

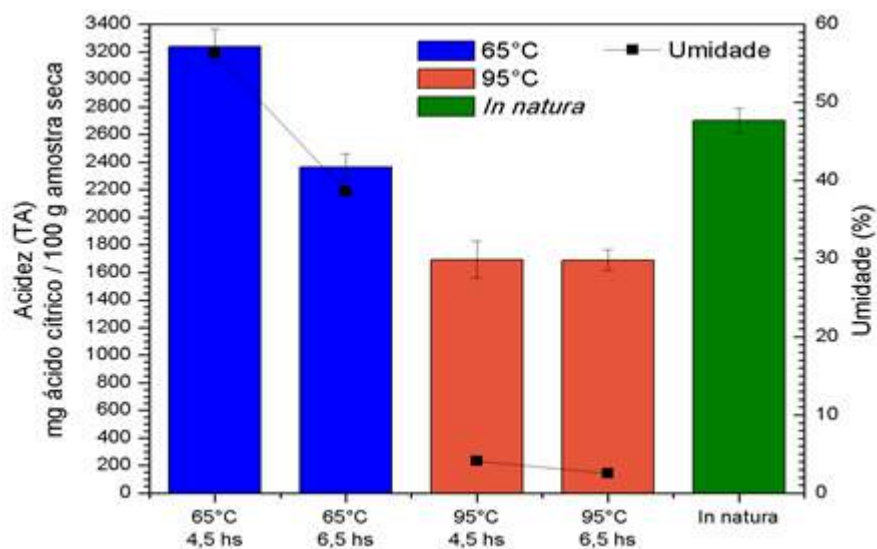
No que diz respeito ao impacto das variáveis analisadas, observou-se que em relação a variável tempo, cada faixa de temperatura se comportou de maneira diferente. Nas temperaturas de 65°C, o TFC se manteve praticamente inalterado, independente do tempo de exposição, indicando que após a liberação do composto da matriz interna do material não há degradação. Já para as temperaturas de 80°C o tempo foi favorável aos teores de flavonoides (Figura 4.18, b), enquanto que tempos excessivos de exposição à 95°C geraram a degradação do composto (Figura 4.18, a). Quanto à temperatura, os melhores resultados de TFC foram obtidos para a temperatura de 95°C e observou-se que temperaturas superiores a essa levaram a uma degradação do composto, como pode ser visto na Figura 4.18(b).

Assim também foi possível, a partir destes dados, encontrar condições que levaram a um produto com umidade final adequada ao armazenamento e a um TFC elevado, que novamente é o caso do experimento realizado à 95°C e 4,5 horas.

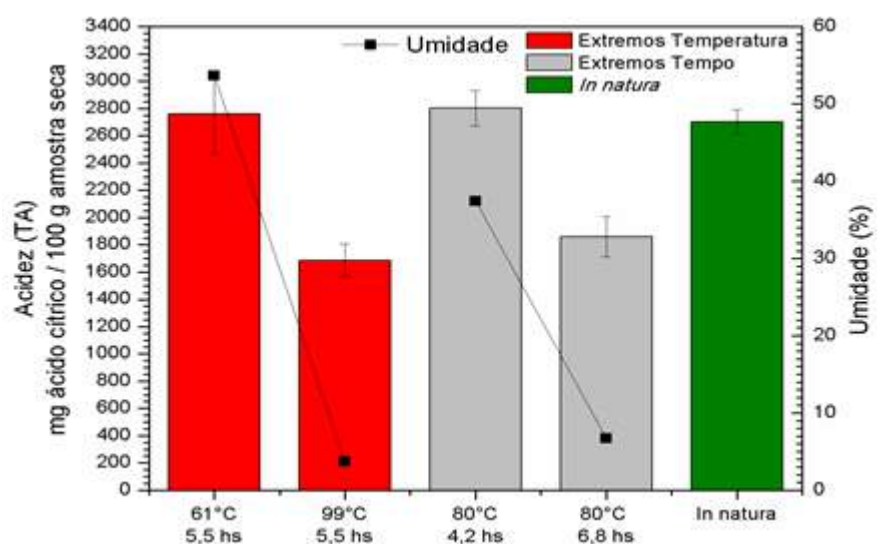
Acidez (TA)

O teor de ácido cítrico obtido está apresentado na Figura 4.19. Conforme também observado nos testes preliminares verificou-se que o ácido cítrico presente no resíduo, além de bastante sensível às variações de temperatura, também é impactado negativamente pelo tempo de exposição ao infravermelho, se degradando consideravelmente.

Outra observação interessante é que ao se verificar os resultados encontrados para a temperatura de 65°C, com tempos de exposição onde houve pouca remoção de umidade e comparando os mesmos com os resultados dos testes iniciais, foi possível verificar que a degradação do ácido cítrico provavelmente ocorre nas etapas finais da desidratação.



(a)

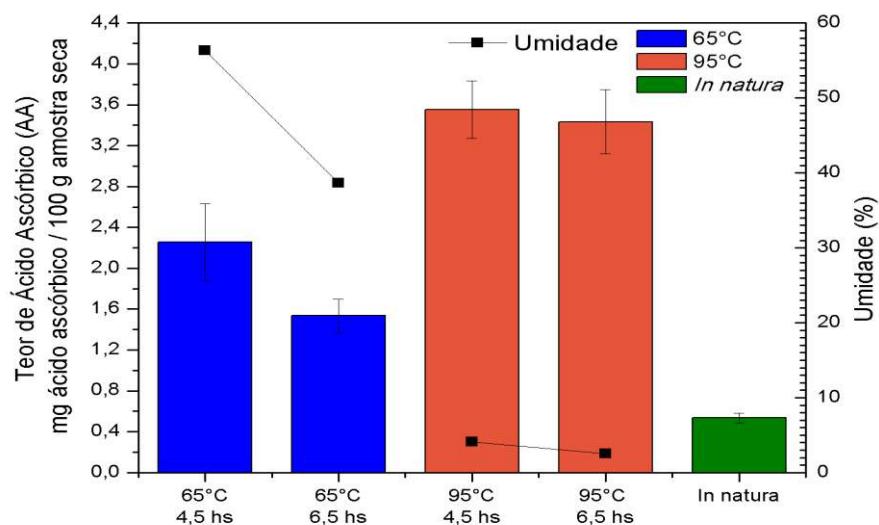


(b)

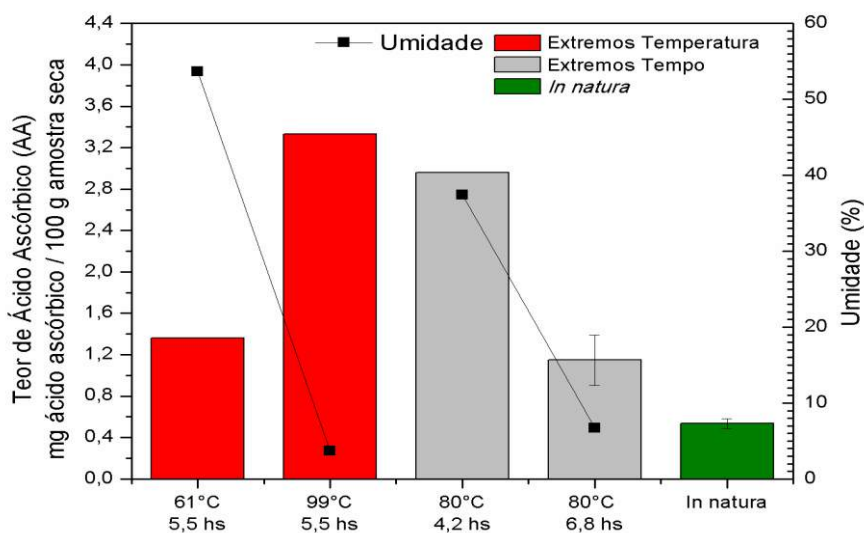
Figura 4.19 – TA para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8

Teor de Ácido Ascórbico (AA)

Os teores de ácido ascórbico obtidos após a desidratação por infravermelho foram consideravelmente superiores aos do maracujá *in natura*, mas também foram influenciados pelas variáveis temperatura e tempo, como pode ser visto na Figura 4.20.



(a)



(b)

Figura 4.20 – AA para as desidratações por infravermelho: (a) experimentos de 1 a 4 e (b) experimentos de 5 a 8

Constatou-se que a temperatura de 95°C é extremamente favorável ao aumento nos teores de ácido ascórbico da amostra, confirmando a tendência de aumento desse composto quando exposto termicamente (Figura 4.15d) até um certo limite (DORTA et al., 2012). Além disso, nessa faixa de temperatura, não houve impacto do tempo de exposição, favorecendo ainda mais essa condição operacional.

Todavia, foi observado um impacto negativo do tempo de exposição para as temperaturas de 65°C e 80°C. Tais resultados mostraram que se a intensidade de energia não for suficientemente alta, um tempo de exposição elevado pode influenciar a degradação da vitamina C em uma velocidade muito maior que seu aumento, já que não há energia suficiente

para intensificar os valores de AA através da degradação enzimática e liberação do material do interior da estrutura.

Os resultados obtidos para os experimentos de 9 a 13, réplicas no ponto central, consolidam a reprodutibilidade dos dados, como se pode observar na Figura 4.21.

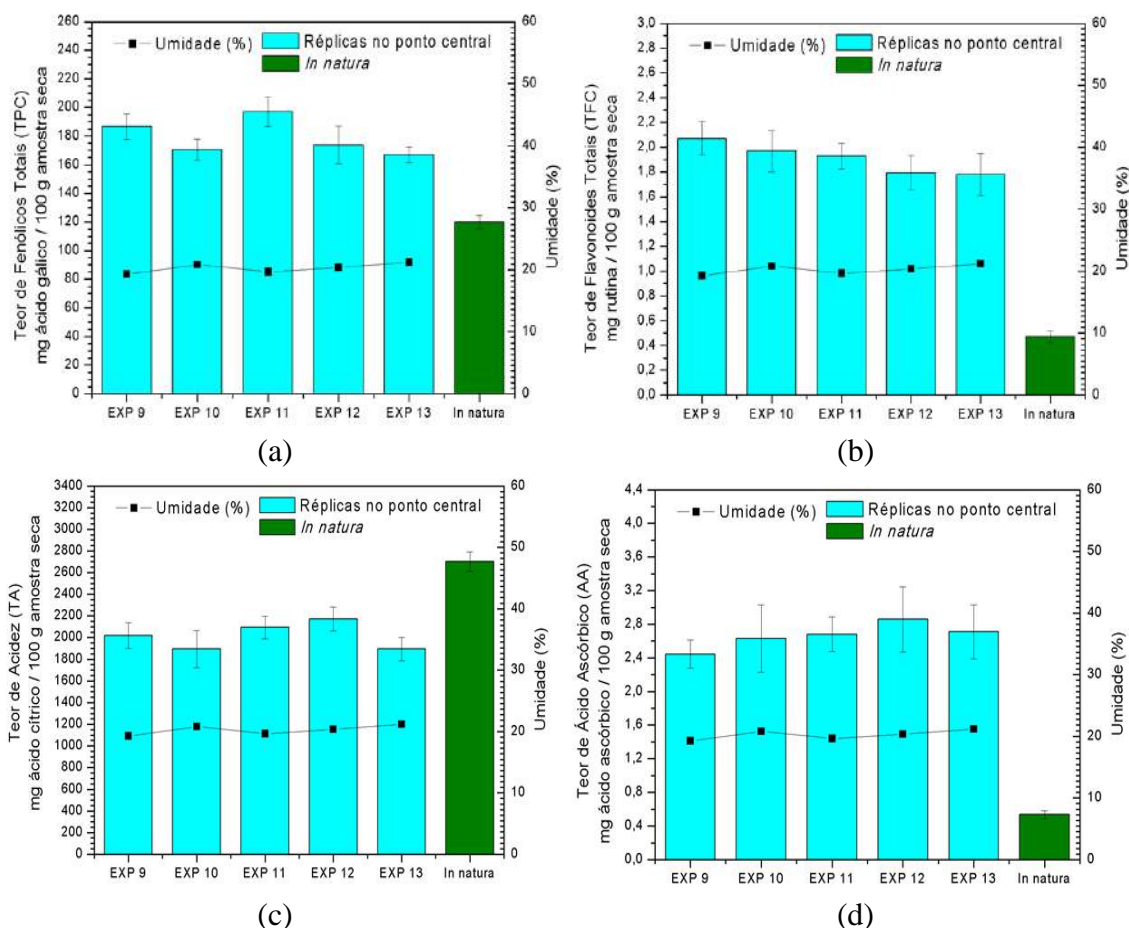


Figura 4.21 – Teores de compostos bioativos obtidos na desidratação por infravermelho – experimentos de 9 a 13: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA.

Dessa forma, os experimentos realizados no planejamento composto central acabaram por confirmar o observado nos testes iniciais: altas temperaturas favorecem tanto a retirada de umidade quanto os teores de compostos bioativos (com exceção do ácido cítrico). Mas aos mesmos, somou-se a consideração que tempos de exposição em excesso ou superar o limite de temperatura (que no caso foi 95°C) podem impactar negativamente nesses compostos, degradando-os, não apresentando vantagem à metodologia, já que essas condições também aumentam o consumo de energia.

Assim como realizado na desidratação por ar quente, obteve-se superfícies de resposta para todos os experimentos do PCC da desidratação por infravermelho, as quais estão mostradas na Figura 4.22 e cuja análise estatística detalhada está expressa no Apêndice B. Em todas foi possível observar a influência da temperatura e do tempo de desidratação, assim como exposto e discutido anteriormente.

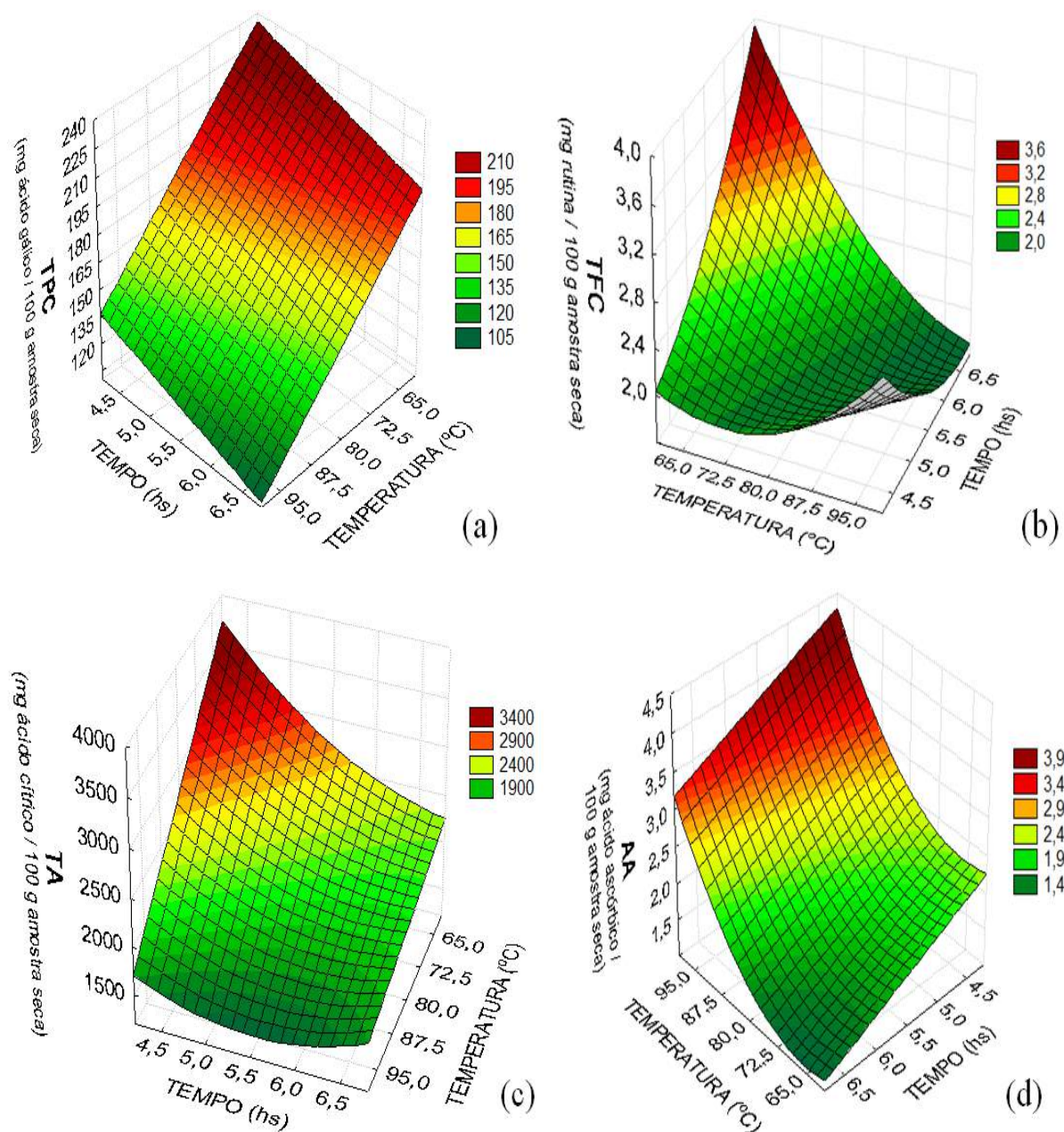
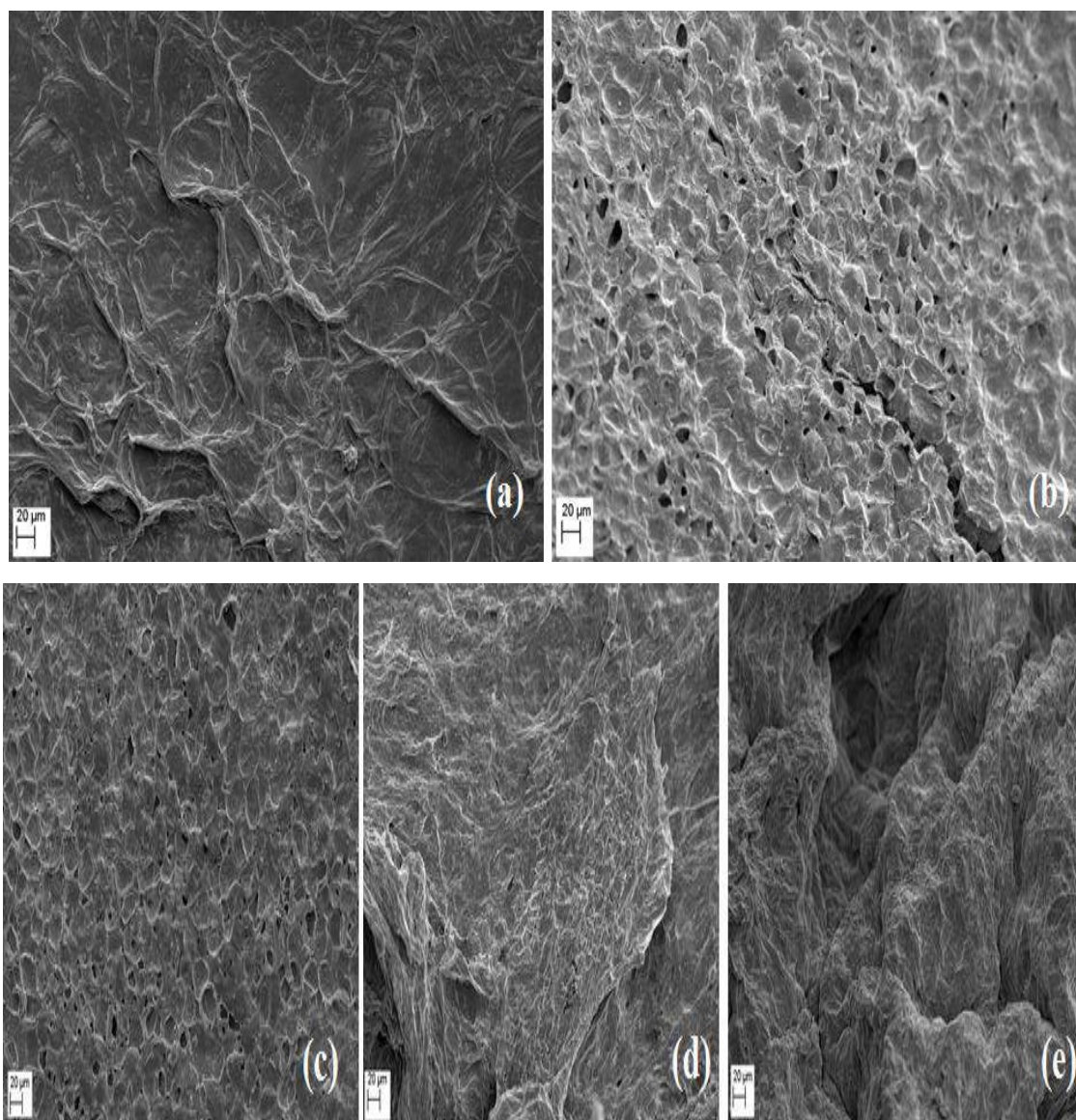


Figura 4.22 – Teores de compostos bioativos para a desidratação por infravermelho (PCC):
(a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA

4.4.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Assim como realizado para a desidratação por ar quente, as amostras submetidas ao infravermelho também passaram pela microscopia eletrônica de varredura (MEV). As imagens obtidas para variadas condições experimentais estão expostas na Figura 4.23.



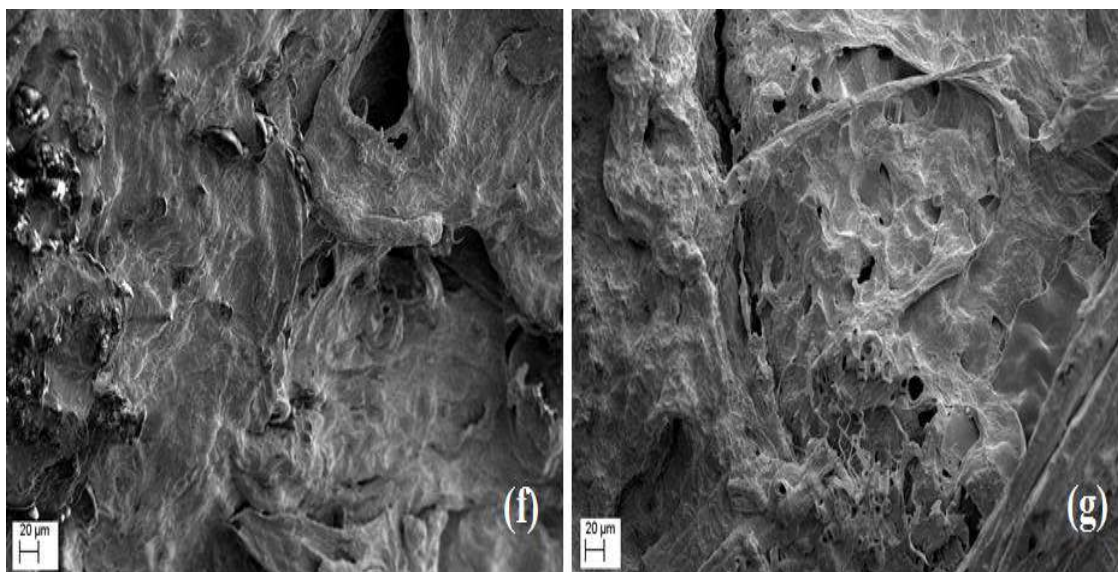


Figura 4.23 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 500 vezes para amostras desidratadas por infravermelho: (a) 65°C; 6,5 horas, (b) 80°C; 5,5 horas, (c) 95°C; 4,5 horas, (d) 95°C; 6,5 horas, (e) 99°C; 6,5 horas; (f) 80°C; 4,2 horas, (g) 80°C; 6,8 horas.

Através das imagens obtidas constatou-se que as amostras submetidas ao infravermelho apresentaram um aspecto final pouco poroso, justificado pela redução de volume da amostra devido ao aquecimento intenso e mais uniforme. O aumento de temperatura levou a um leve aumento na porosidade no material, como pode ser observado de 65°C (a) para 80°C (b) mas uma contínua exposição a essa radiação acabou implicando no enrugamento e encolhimento da estrutura, como visto para 95°C (c e d) e 99°C (e).

Impacto semelhante foi observado para a variável tempo de exposição, onde, à temperaturas constantes, o seu aumento também proporcionou tal redução na porosidade, como observou-se para 95°C de 4,5 horas (c) para 6,5 horas (d) e 80°C de 4,2 (e) para 6,8 horas (f) de exposição.

4.5 – Desidratação por Micro-Ondas

4.5.1 – Considerações Gerais Sobre a Desidratação

As amostras desidratadas por micro-ondas, de acordo com a potência aplicada, apresentaram um encolhimento intenso e redução de volume, como pode ser observado na Figura 4.24. Tal redução é explicada pelas características da desidratação por micro-ondas

que age em todo o volume do material, o que implica em consideráveis mudanças na estrutura física do produto (RATTI, 1994; KROKIDA; MAROULIS, 1997).

Cabe ressaltar que devido à remoção rápida de umidade, se o processo não for controlado, o material pode apresentar sinais de superaquecimento e carbonização (DATTA; ANANTHESWARAN, 2001; ZHANG et al., 2006). Dessa forma, tornou-se mais que necessária a avaliação dessa metodologia de desidratação em diferentes condições de operação, a fim de se verificar seu real impacto e potencial para aproveitamento.



Figura 4.24 – Aspecto visual da amostra desidratada por micro-ondas

4.5.2 – Cinética de Desidratação

Assim como descrito no Capítulo 3, os primeiros testes realizados utilizando a radiação de micro-ondas foram realizados em um micro-ondas doméstico de potência 700 W, onde a amostra era colocada e o mesmo aberto periodicamente para retirada de amostras. Realizou-se as desidratações em tempos fixos finais de 10 minutos e nas potências de 280, 420, 560 e 700 W. Os resultados de umidade em função do tempo para cada um dos experimentos realizados estão expressos na Figura 4.25.

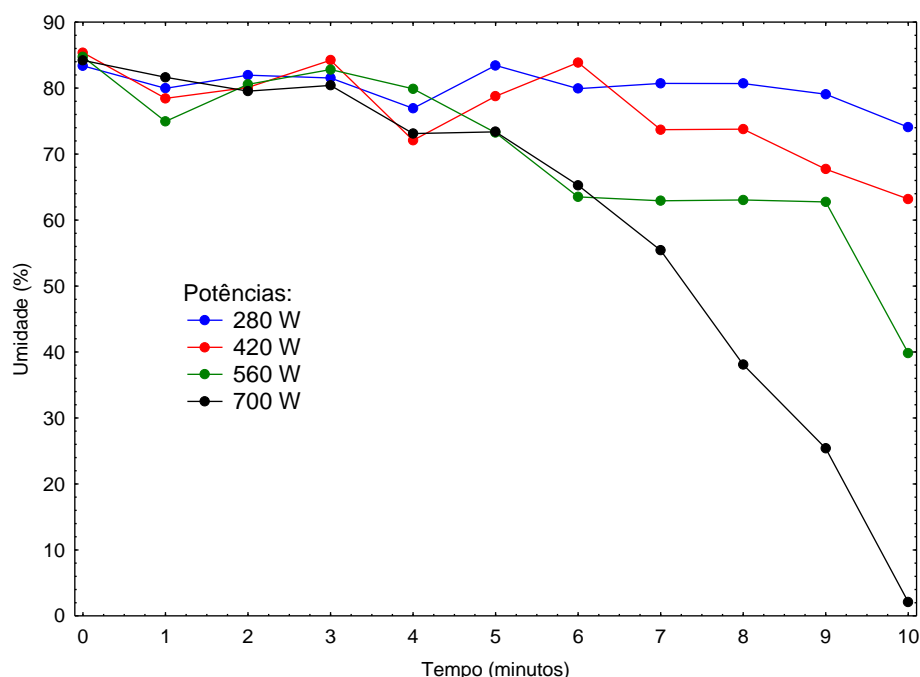


Figura 4.25 – Desidratação em função do tempo para o micro-ondas de 700W

Nestes testes preliminares, apesar de ter sido possível observar que, como esperado, as maiores potências resultaram em uma maior taxa de remoção de umidade, houve uma oscilação significativa em vários pontos experimentais. Tal oscilação é justificada pelo fato do equipamento ser aberto para a retirada das amostras a cada ponto experimental. Este procedimento expõe o material ao ar ambiente, interferindo na análise do processo.

Outro fator impactante é que, como visto no Capítulo 2, o aquecimento por radiação de micro-ondas é feito por meio da transmissão de energia eletromagnética para o material, aumentando a vibração das moléculas de água. Dessa forma, a cada momento que o micro-ondas era parado, essa transmissão era interrompida e a vibração cessava. Assim, quando o aparelho era ativado novamente, tornava-se necessário um breve reaquecimento do material até a condição imediatamente anterior a coleta da amostra, gerando perda na eficiência da desidratação.

Dessa forma, tornou-se necessário a construção de um melhor sistema de coleta de dados durante a desidratação, onde não fosse necessário abrir e/ou parar o funcionamento do forno micro-ondas. Como explicitado no Capítulo 3, construiu-se um sistema de operação contínua, sendo então possível realizar um planejamento experimental para análise do efeito das variáveis do processo de forma mais confiável.

De acordo com o planejamento experimental realizado, as amostras de maracujá foram submetidas a quatro potências distintas (280, 480, 600 e 800 W) em tempos de 5, 10, 15 e 20 minutos. A curva de cinética foi construída utilizando os resultados obtidos para o tempo máximo de 20 minutos em todas as potências, onde os dados de umidade foram transformados em valores de adimensional de umidade (MR). Tais valores de MR em função do tempo foram analisados por técnicas de regressão, com o intuito de se avaliar qual dos modelos presentes na literatura melhor se adequaria aos resultados, assim como realizado para as metodologias avaliadas anteriormente.

Assim como obtido para a desidratação com ar quente e por infravermelho, o modelo que melhor representou os dados experimentais foi o de Overhults et al. (1973), cujos parâmetros estão apresentados na Tabela 4.7 e as curvas de cinética na Figura 4.26.

Tabela 4.7 – Coeficientes para modelo de Overhults et al. (1973) para a desidratação por micro-ondas

Potência	k	n	R ²
280 W	$1,34 \times 10^{-3}$	2,05	0,9977
480 W	$1,68 \times 10^{-3}$	1,80	0,9983
600 W	$2,13 \times 10^{-3}$	1,77	0,9998
800 W	$2,70 \times 10^{-3}$	1,39	0,9988
R ² médio			0,9987

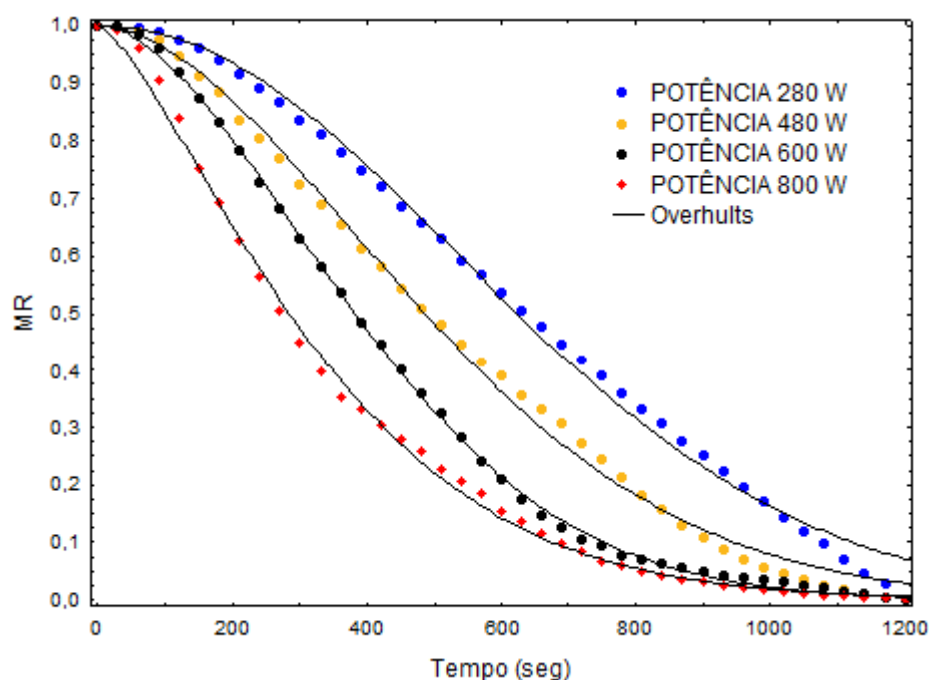


Figura 4.26 – Cinética de remoção de umidade para o sistema de micro-ondas de 800W

A figura anterior confirmou o comportamento esperado, mostrando que conforme a potência foi sendo elevada, obteve-se um aumento na taxa de desidratação, atingindo valores baixos de umidade rapidamente, ou seja, reduzindo o tempo necessário para a desidratação do material.

O impacto do tempo também foi verificado nos experimentos realizados, cujos resultados de umidade final estão expressos na Tabela 4.8. Observou-se que os maiores níveis de potências usados no planejamento experimental foram aqueles que conduziram a um nível de umidade satisfatório para a estocagem do material, em um tempo de exposição reduzido.

Tabela 4.8 – Umidades finais obtidas nas desidratações por micro-ondas

POTÊNCIA	TEMPO (minutos)			
	5	10	15	20
280 W	78,75 % ($\pm 0,95$)	76,19% ($\pm 1,45$)	71,23% ($\pm 0,71$)	63,87% ($\pm 0,72$)
480 W	75,54 % ($\pm 2,51$)	62,03 % ($\pm 1,89$)	41,78% ($\pm 1,31$)	8,95 % ($\pm 0,84$)
600 W	71,08 % ($\pm 0,83$)	48,43 % ($\pm 1,96$)	16,62 % ($\pm 0,53$)	4,36% ($\pm 0,08$)
800 W	66,60 % ($\pm 1,41$)	25,48 % ($\pm 0,93$)	8,23 % ($\pm 0,30$)	5,26% ($\pm 0,16$)

Apesar do potencial de remoção encontrado, tornou-se necessário verificar os efeitos dessa técnica sobre a qualidade do resíduo de maracujá. Em primeira análise, já foi possível observar que, além do encolhimento característico do material, os experimentos apresentaram um material com umidade final com variações consideráveis, dependendo da condição experimental. A potência de 280 W originou um material de alta umidade e com um aspecto que leva a crer que ocorreu pouco impacto das micro-ondas. Já as potências de 600 e 800 W geraram um resíduo bastante desidratado, com sinais de carbonização em sua estrutura, como pode ser observado na Figura 4.27.

A potência ideal, de acordo com essa análise inicial do aspecto final do produto e em termos de remoção de umidade, foi a de 480 W, onde o material atingiu valores de umidades baixos com 20 minutos de desidratação e não apresentou indícios de carbonização. Entretanto deve-se verificar se tais características se refletiram nos teores de compostos bioativos.



Figura 4.27 – Amostras com sinais de superaquecimento e carbonização para as potências de 600 W e 800 W

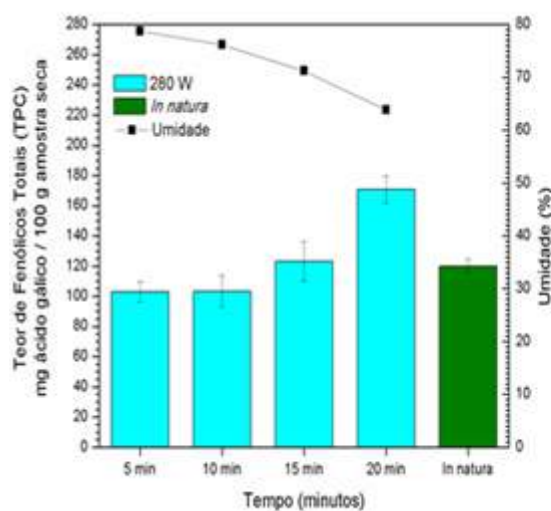
4.5.3 – Compostos Bioativos

A análise de compostos bioativos foi realizada para todos os experimentos do planejamento experimental (Tabela 4.8). Dessa forma, foi possível observar o efeito das quatro potências utilizadas ao longo de todos os tempos pré-definidos. O impacto da desidratação por micro-ondas em cada um dos compostos analisados pode ser visto nos itens a seguir.

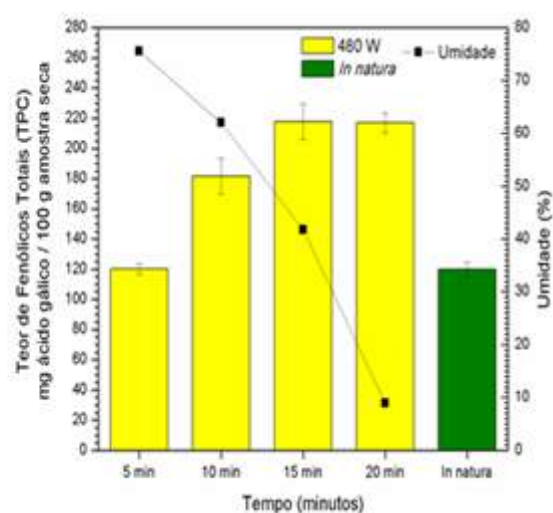
Teor de Fenólicos Totais (TPC)

A Figura 4.28 apresenta os resultados obtidos para os teores de compostos fenólicos totais obtidos nas desidratações realizadas. De acordo com os valores encontrados, observou-se que a exposição à radiação de micro-ondas se mostrou benéfica ao teor de compostos fenólicos, pois obteve-se para todas as potências valores de TPC próximos ou superiores aos do resíduo *in natura*, semelhante ao ocorrido nas desidratações por ar quente e infravermelho.

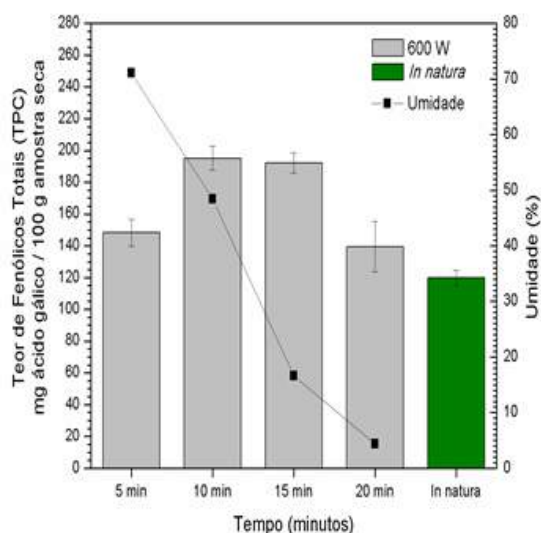
Tal aumento na quantidade de fenólicos no produto final, como já discutido, pode ser justificado pelo rompimento da matriz interna do resíduo, conforme a umidade foi sendo removida do mesmo (CHISM; HAARD, 1996). Hayat et al. (2010) e Ghanen et al. (2012) também verificaram o mesmo comportamento, ao obterem um aumento nos compostos fenólicos presentes em amostras de frutas cítricas após as mesmas serem submetidas à desidratação por micro-ondas em diferentes potências.



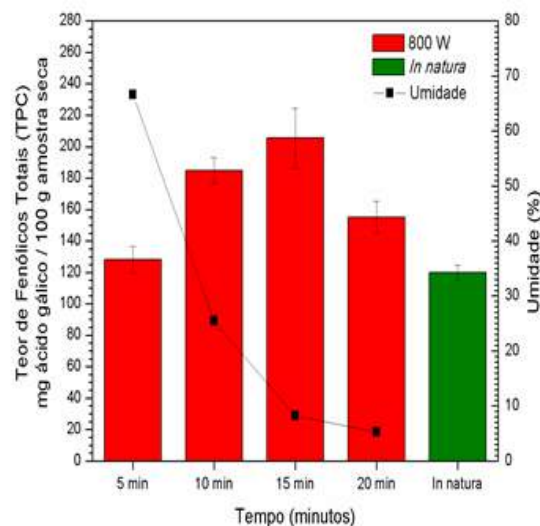
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.28 – TPC para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W

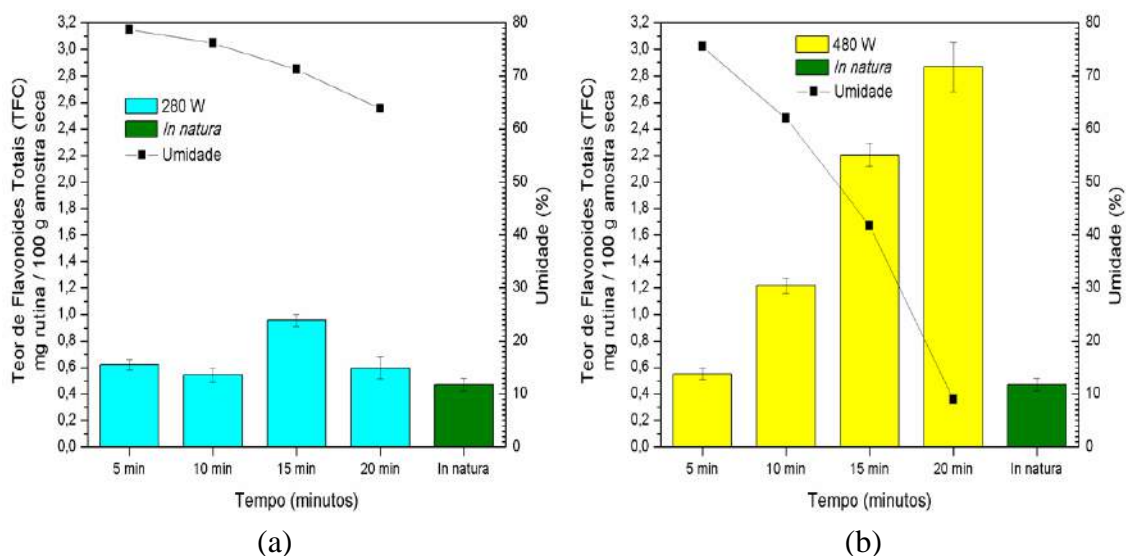
Verificou-se ainda que para as potências de 280 e 480 W (a e b), onde o aquecimento e, por conseguinte, a retirada de umidade, foram mais lentos, que o TPC iniciou a desidratação com valores próximos aos do *in natura*, mas conforme o aquecimento se seguiu, tais valores se elevaram e ficaram praticamente constantes. Já nos casos em que o fornecimento de energia foi mais intenso, como nas potências de 600 W e 800 W, o TPC apresentou um aumento e atingiu um pico de concentração, mas com a continuação no

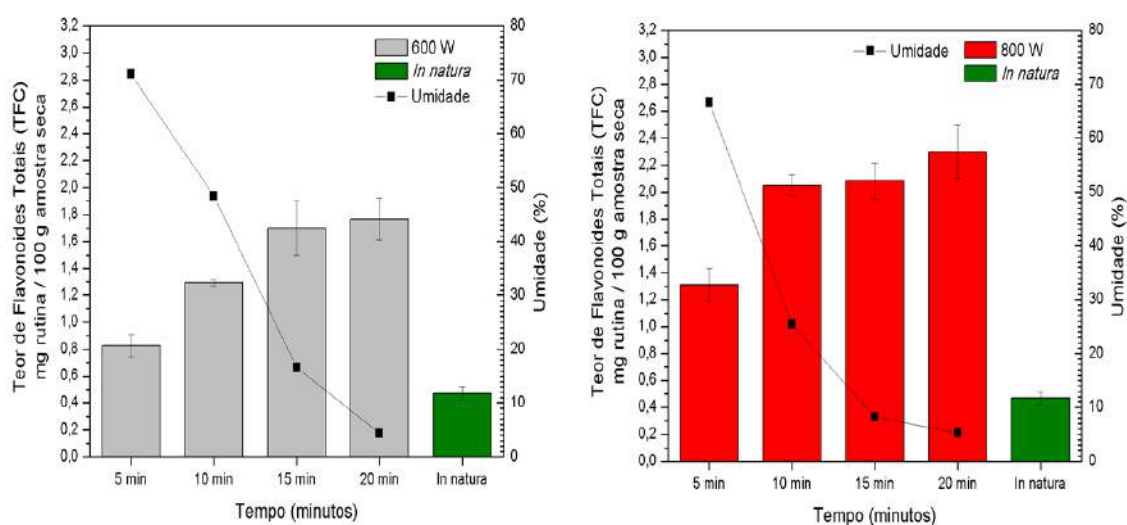
fornecimento de energia e logo, excesso de aquecimento, acabou por ocorrer a degradação desses compostos, reduzindo seus teores.

Por conseguinte, todos esses resultados indicaram que é possível obter bons valores de TPC nessa metodologia de desidratação, desde que o material seja submetido a condições intermediárias de potência, onde seja possível uma retirada de umidade satisfatória e ao mesmo tempo não ocorra a degradação dos fenólicos por excesso de exposição. Dessa forma, na faixa estudada, a potência de 480 W (b) se mostrou a ideal em termos de TPC, pois obteve-se um produto final de qualidade, com 8,95 % de umidade final e teor de fenólicos de $217,03 \pm 6,51$ mg ácido gálico / 100 g amostra seca.

Teor de Flavonoides Totais (TFC)

O TFC para as quatro potências estudadas, expresso em mg de rutina / 100 g amostra seca, é apresentado na Figura 4.29. Os experimentos indicaram que a desidratação por micro-ondas também foi benéfica aos compostos flavonoides, obtendo-se valores consideravelmente superiores aos do resíduo *in natura*, para as potências onde houve maior remoção de umidade (480, 600 e 800W). Todavia, o comportamento desse compostos foi levemente diferente dos obtidos para os fenólicos, pois o TFC não se mostrou tão sensível ao excesso de exposição às micro-ondas, apresentando valores sempre crescentes conforme a energia é fornecida e, no caso de excesso da mesma, se estabilizaram no valor máximo.





(c) (d)
 Figura 4.29 – TFC para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W

Comparando cada potência, observou-se que os melhores resultados também foram obtidos para a potência de 480 W (b), onde atingiu-se o valor de $2,87 \pm 0,18$ mg rutina / 100 g amostra seca após 20 minutos de desidratação. Apesar das potências de 600 W (c) e 800 W (d) também terem apresentado bons resultados, seus valores foram inferiores aos da potência de 480 W, indicando que o excesso de energia decorrente desses aquecimentos levou a uma degradação simultânea a retirada dos compostos flavonoides da estrutura do material, resultando em um valor final de TFC inferior. Dessa forma, as potências intermediárias (480 W) mais uma vez são as indicadas para essa metodologia em termos de compostos flavonoides.

Acidez (TA)

Os teores de ácido cítrico obtidos para cada experimento estão apresentados na Figura 4.30. Diferentemente do ocorrido com os compostos fenólicos e flavonoides, os teores de ácido cítrico foram diretamente impactados pela exposição à radiação de micro-ondas, sofrendo degradação em relação ao resíduo *in natura* e comprovando, mais uma vez, a sensibilidade térmica desse composto.

Avaliando-se cada potência, observou-se que na potência de 280 W (a), onde a quantidade de umidade removida foi pequena, os valores de TA oscilaram próximo ao valor

do resíduo *in natura*, mas após isso, conforme as potências e tempos foram aumentando, o teor de ácido cítrico reduziu drasticamente.

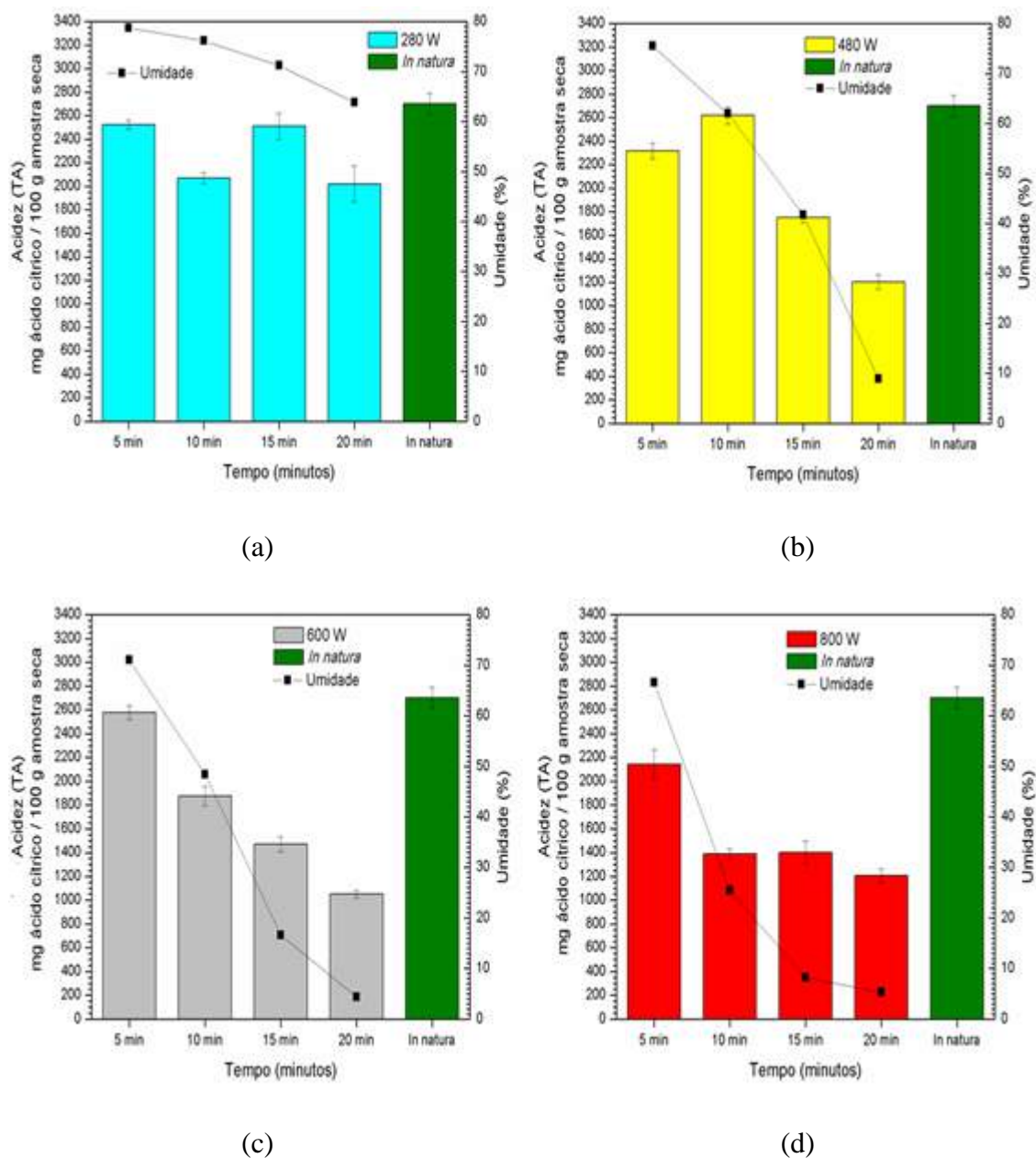


Figura 4.30 – TA para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W

Dessa forma, em termos de qualidade do material e retirada de umidade, o melhor valor obtido foi novamente para a potência de 480 W, onde foi possível obter um TA de $1204,05 \pm 62,75$ mg ácido cítrico / 100 g amostra seca para 20 minutos de desidratação, que apesar de ser o menos impactado de todas as potências, ainda representou apenas cerca de 45% do teor de ácido cítrico original do resíduo. Dessa forma, como independentemente da

potência, o teor de ácido cítrico irá reduzir, uma avaliação dos demais compostos bioativos torna-se necessária para confirmar a potência e condições ideais de operação.

Teor de Ácido Ascórbico (AA)

Os teores de vitamina C, expressos em mg de ácido ascórbico / 100 g amostra seca, estão expressos na Figura 4.31.

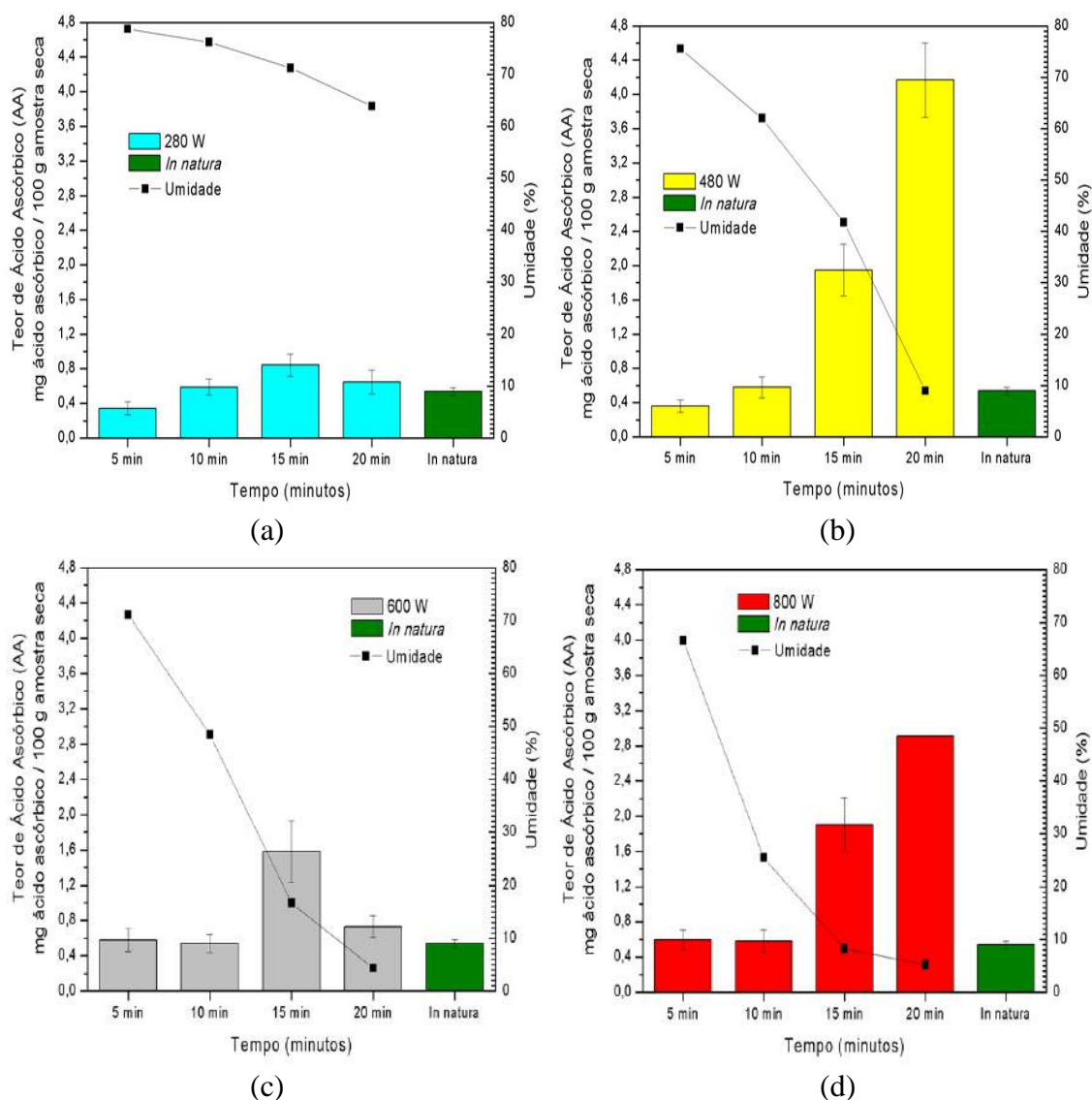


Figura 4.31 – AA para amostras desidratadas por micro-ondas: (a) 280 W, (b) 480 W, (c) 600 W e (d) 800 W

Verificou-se que os resultados apresentaram um comportamento interessante. Para todas as potências, o teor de ácido ascórbico praticamente manteve-se constante e próximo ao

do resíduo *in natura* durante os 10 primeiros minutos de desidratação, quando as taxas de umidade ainda são consideradas elevadas.

Após isso, notou-se uma tendência de aumento desse composto, conforme o tempo de desidratação foi aumentando e o material atingia valores menores de umidade, obtendo-se valores extremamente superiores aos do resíduo antes da desidratação. A única potência cujo esse comportamento final não foi observado foi a de 600 W, onde houve uma redução no AA de 15 para 20 minutos (Figura 4.31c).

Mais uma vez a potência de 480 W se mostrou a mais eficiente sob todos os aspectos, atingindo um valor de $4,17 \pm 0,43$ mg ácido ascórbico / 100 g amostra seca após 20 minutos de desidratação. Cabe ressaltar, também, que foi confirmado, mais uma vez, o aumento nos teores de vitamina C, quando o material é submetido a altas temperaturas ou superexposição energética. Mas, devido aos menores resultados obtidos para as potências de 600 e 800 W, notou-se que esse composto, quando submetido a condições extremas de energia, pode também sofrer degradação, devido sua sensibilidade (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

Considerando tudo que foi exposto, apesar do potencial mostrado pela desidratação por micro-ondas principalmente nos quesitos tempo de desidratação, todos os teores de compostos bioativos apresentam certa sensibilidade quando submetidos a altas potências, sendo necessário, como boa prática de operação, encontrar uma potência intermediária de operação, que evite problemas como carbonização e degradação indesejadas no material final. No caso do planejamento experimental realizado nesse trabalho, tal potência correspondeu a 480 W, que se destacou como a mais eficiente para todos os teores de compostos bioativos analisados e também na produção de um produto final de baixa umidade.

Na Figura 4.32, através das superfícies de resposta, é possível observar o comportamento que acaba de ser analisado referente ao efeito das variáveis independentes nos compostos bioativos. A análise estatística da mesma (Apêndice B) confirmou o impacto da exposição às micro-ondas no material final, assim como os impactos obtidos das variáveis analisadas.

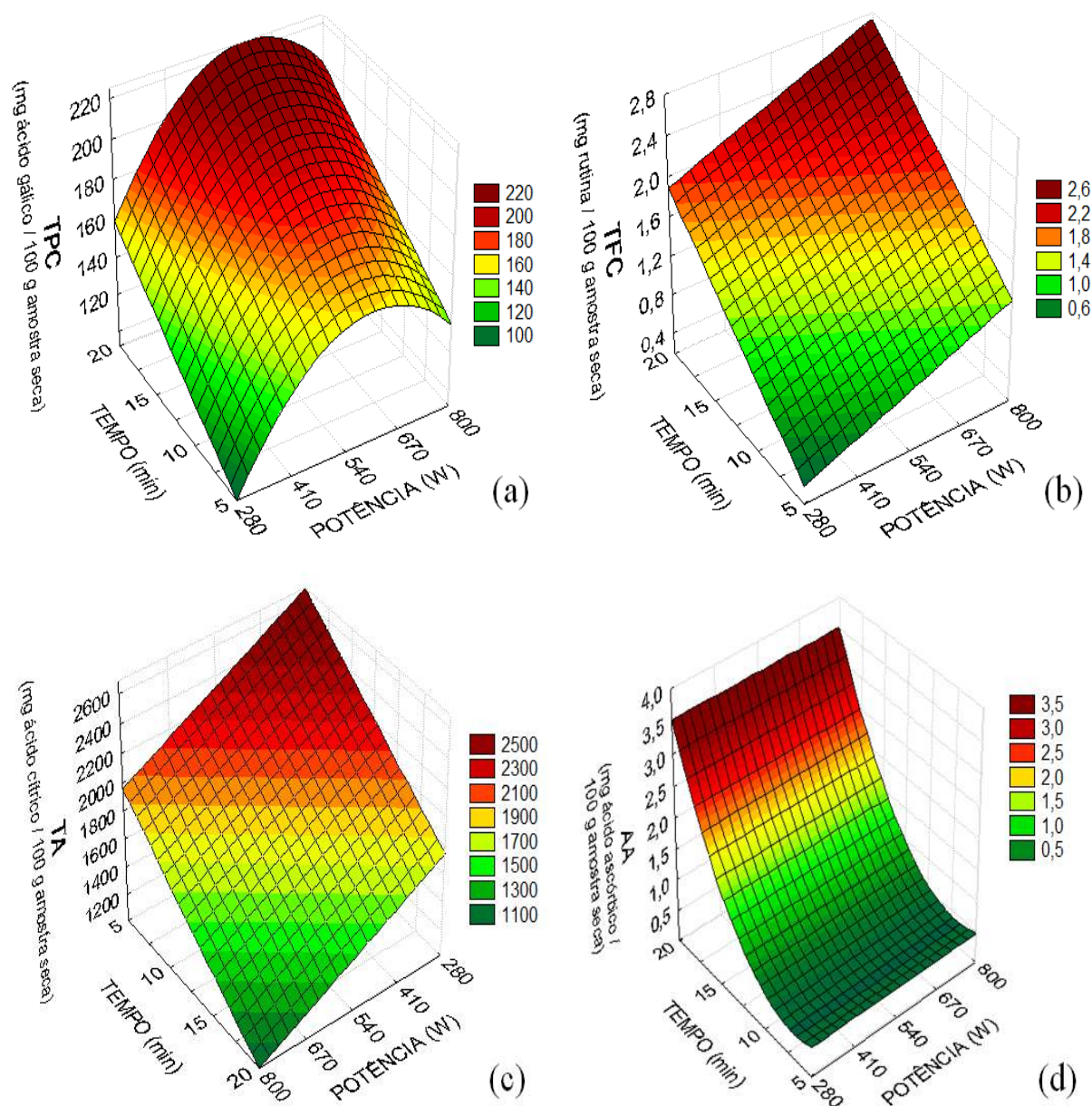


Figura 4.32 – Teores de compostos bioativos na desidratação por micro-ondas:
(a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA

4.5.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens obtidas pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) para o resíduo desidratado por micro-ondas estão expressas na Figura 4.33.

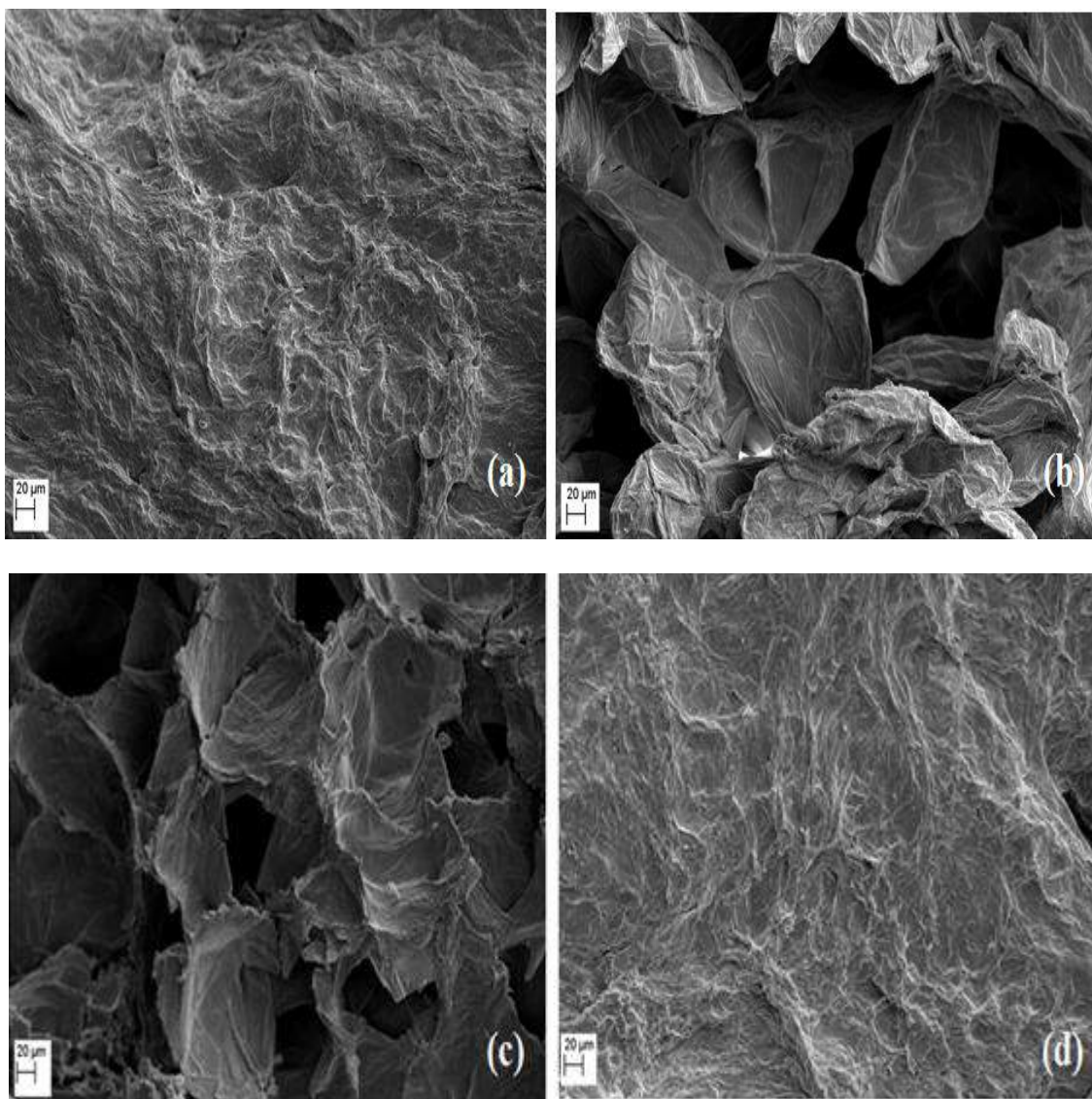


Figura 4.33 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 500 vezes para amostras desidratadas por micro-ondas nas potências de 280 W (a), 480 W (b), 600 W (c) e 800 W (d), expostas por tempos de 20 minutos.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica também mostraram que o aumento de potência impactou diretamente a estrutura do material, sendo possível observar que, conforme o mesmo foi submetido a intensidades de exposição cada vez maiores, sua estrutura foi tornando-se mais porosa, o que permitiu a liberação dos compostos bioativos, mas tal aumento foi limitado, ocorrendo um enrugamento e encolhimento da mesma após a exposição excessiva a essa radiação.

Dessa forma obteve-se uma estrutura levemente impactada pela desidratação na potência de 280 W(a), um aumento de poros considerável na potência de 480 W(b),

considerada a mais adequada para a operação, o início da redução da porosidade na potência de 600 W (c) e por fim o encolhimento e enrugamento da estrutura devido às temperaturas excessivas obtidas na potência de 800 W (d).

4.6 – Liofilização

4.6.1 – Considerações Gerais sobre a Desidratação

Assim como foi explanado no Capítulo 3, as amostras de resíduo submetidas à liofilização foram previamente congeladas por dois métodos distintos: freezer convencional (à temperaturas de aproximadamente -18°C) e nitrogênio líquido (cujas temperaturas se situam abaixo dos -150°C). A escolha por esses dois métodos se deu baseada nas diferentes taxas de congelamento que tais métodos apresentam (KUPRIANOFF, 1964; PITOMBO, 1989). Enquanto o nitrogênio líquido congela a amostra rapidamente, o freezer convencional realiza o congelamento a taxas menores.

Tais diferenças na taxa de congelamento impactam diretamente na formação dos cristais de gelo, que por sua vez se refletem na taxa de retirada de umidade. A Figura 4.34 mostra o aspecto do material após o mesmo ser submetido a esses dois métodos de congelamento distintos.

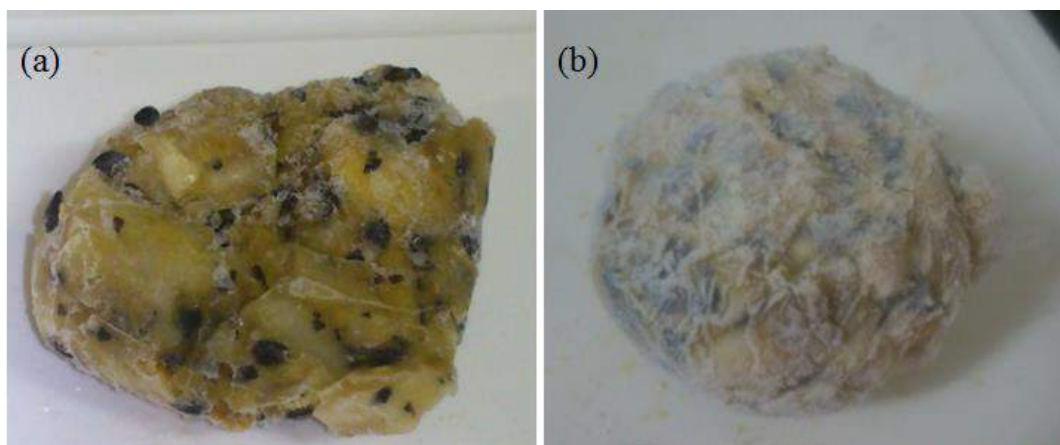


Figura 4.34 – Aspecto visual das amostras de maracujá congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)

Após a desidratação, foi observada uma diferença nítida nos resultados obtidos por esta metodologia, em comparação com as apresentadas anteriormente, pois o material não apresentou redução do volume macroscópico após o processo, independente do tipo de

congelamento. Tal comportamento também foi observado por Marques et al. (2006) para amostras de abacaxi, acerola, mamão, manga e goiaba. Outro ponto interessante foi que o cheiro característico do resíduo se manteve após a liofilização, o que foi observado também por Krokida; Philippopoulos (2006) para amostras de maçã. Estes autores verificaram que quantitativamente há uma retenção nos compostos de aroma do material após a liofilização, em comparação aos métodos convencionais de desidratação, o que pode ser explicado pelas baixas temperaturas que o material fica submetido ao longo do processo.

A única diferença visual observada nos experimentos realizados com o resíduo de maracujá foi que, após a desidratação, as amostras congeladas por nitrogênio líquido se apresentaram mais claras (tendendo a esbranquiçadas) do que as congeladas em freezer, como pode ser observado na Figura 4.35.

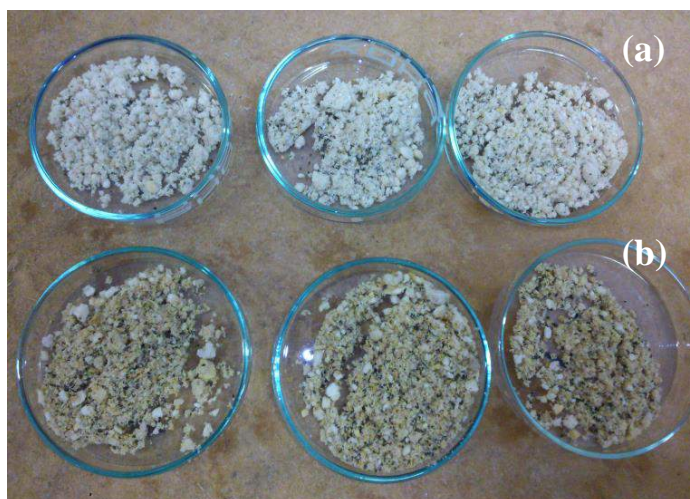


Figura 4.35 – Aspecto pós-liofilização das amostras de maracujá congeladas em nitrogênio líquido (a) e freezer (b)

4.6.2 – Cinética de Desidratação

Como exposto no Capítulo 3, realizou-se ao todo 16 experimentos, onde para cada método de congelamento, as amostras foram submetidas a 6, 12, 18, 24, 36, 48, 72 e 120 horas de liofilização. Em termos de remoção de umidade do material, realizou-se a medida da mesma após cada experimento, o que permitiu a construção da curva exposta na Figura 4.36.

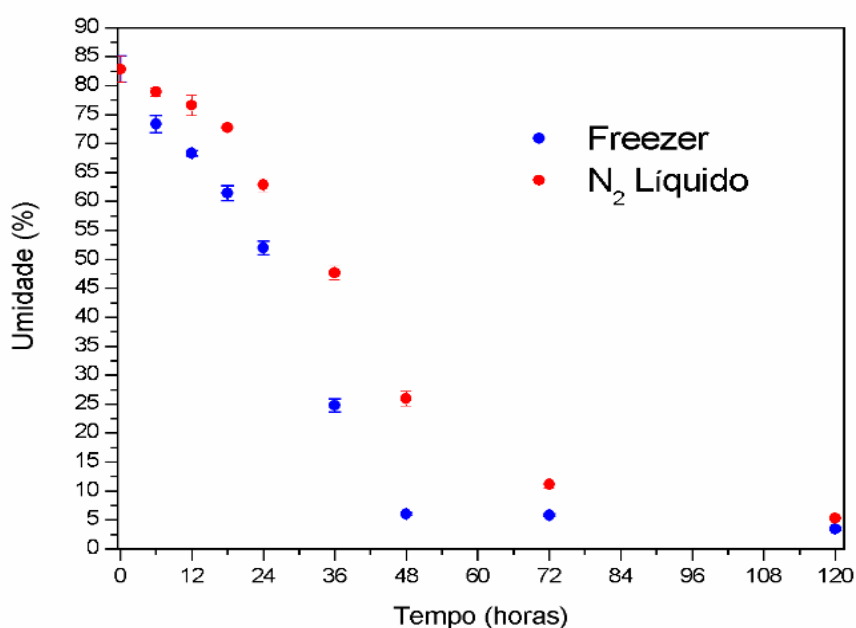


Figura 4.36 – Umidade em função do tempo para as amostras liofilizadas

Observou-se que a liofilização foi mais eficiente para as amostras que passaram pelo congelamento em freezer, onde as mesmas atingiram valores de umidade final inferiores a 10% já com 48 horas de desidratação ($6,07 \pm 0,18\%$), sendo que tais valores só foram atingidos pelas amostras submetidas ao nitrogênio líquido após 72 hs ($11,11 \pm 0,56\%$). Comportamento semelhante a este foi observado por Marques (2008) para a acerola e mamão papaya, o que confirmou o exposto na literatura que os métodos de congelamento rápidos, como o do nitrogênio líquido, acabam por gerar cristais menores, cuja remoção é mais lenta quando comparada a métodos de congelamento mais lento, como o do freezer, onde cristais maiores e mais homogêneos são formados, e cuja remoção por sublimação se torna mais eficiente. Cabe ainda ressaltar que o tempo necessário para que o material atinja uma umidade final adequada ao armazenamento é muito superior às demais técnicas de desidratação, sendo esta uma desvantagem importante da liofilização, principalmente no quesito gasto de energia.

Assim como realizado nos métodos anteriores, os dados de umidade foram convertidos em adimensional de umidade (MR) para o estudo cinético. Mais uma vez, o modelo de Overhults et al. (1973) foi o que melhor representou os dados experimentais de cinética de secagem, indicando que tal modelo foi representativo da desidratação do maracujá independente da metodologia utilizada. Seus parâmetros e as curvas de cinética obtidas para a liofilização estão apresentados na Tabela 4.9 e Figura 4.37, respectivamente.

Tabela 4.9 – Coeficientes para modelo de Overhults et al. (1973) para as amostras liofilizadas

Método de Congelamento	k	n	R ²
Freezer	$3,22 \times 10^{-2}$	2,11	0,9910
N ₂ líquido	$2,30 \times 10^{-2}$	2,12	0,9964

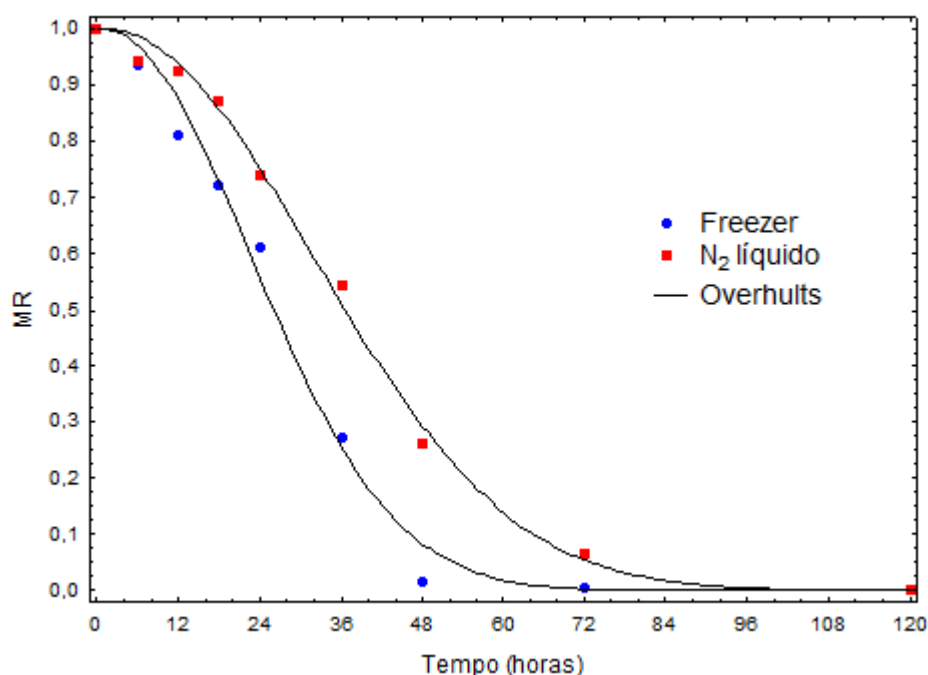


Figura 4.37 – Cinética de desidratação do resíduo de maracujá por liofilização

Analisando a Figura 4.37 e fazendo-se um paralelo com a Figura 4.36, observou-se que a etapa de sublimação (ou primeiro estágio de secagem), onde a maior parte da umidade é retirada, ocorreu até 48 hs e 72 hs para amostras congeladas em freezer e nitrogênio líquido respectivamente, sendo assim, diretamente impactada pelo método de congelamento. Após esses períodos de tempo, iniciou-se a dessorção (ou segundo estágio de secagem) onde o método de congelamento pouco impactou na retirada de umidade.

Segundo Marques (2008), isso é justificado pelo fato de que nesse estágio a água que é retirada corresponde aquela que está ligada diretamente a estrutura do material, dependendo muito mais de suas características físicas, químicas e biológicas do que do processo de congelamento. Dessa forma, em termos de cinética de desidratação, pode-se concluir que a escolha pelo método de congelamento tem impacto direto no tempo final de processo.

4.6.3 – Análise de Compostos Bioativos

Como visto no item anterior, o método de congelamento impactou diretamente no tempo de liofilização, o que tornou necessária uma análise minuciosa se tal comportamento se refletiu nos compostos bioativos do material, geralmente, extremamente sensíveis a variação de temperatura.

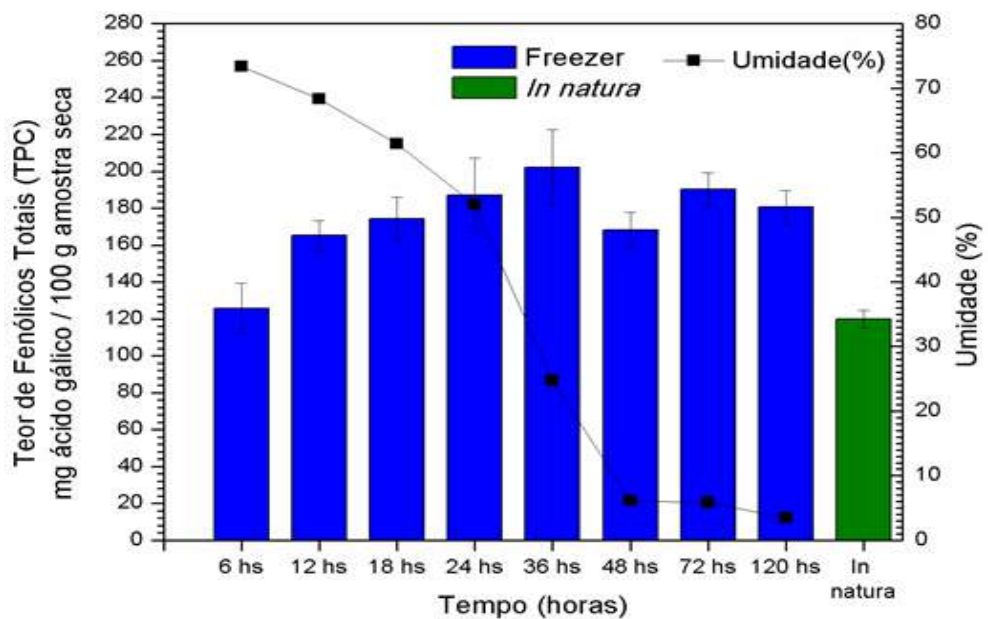
Segundo Chaves et al. (2009), apesar de métodos de congelamento rápido, como o nitrogênio líquido, gerarem tempos de liofilização maiores (ou seja, não favorecerem a sublimação), a formação de cristais pequenos obtidos nessa metodologia poderia ajudar a preservar detalhes estruturais do material, reduzindo o tempo das reações degradativas e conservando os componentes bioativos presentes no resíduo.

Dessa forma, realizou-se a análise de compostos bioativos para cada um dos experimentos do planejamento, cujos resultados estão expostos e discutidos a seguir.

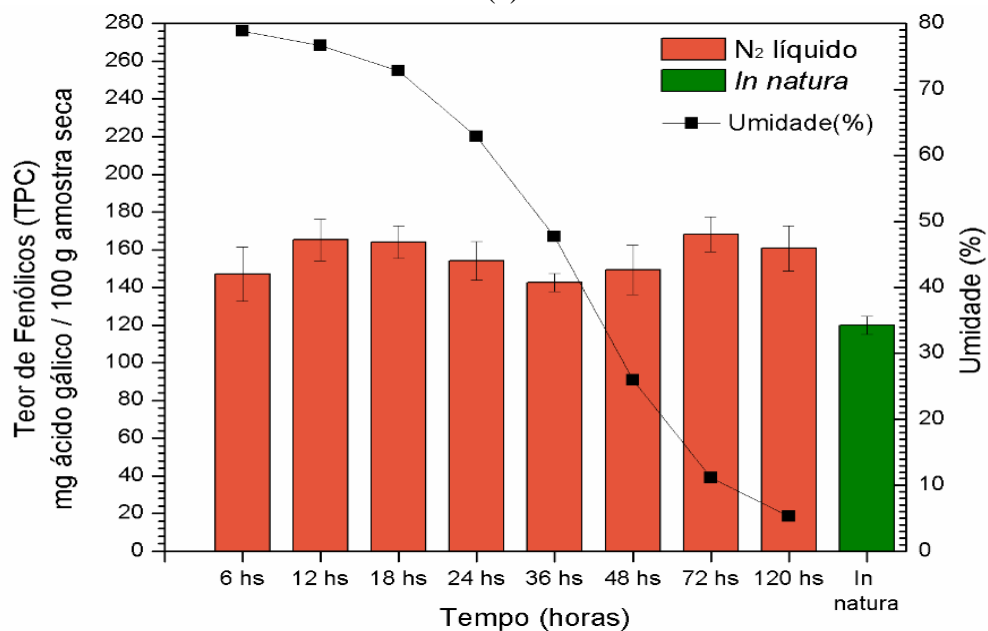
Teor de Fenólicos Totais (TPC)

A Figura 4.38 apresenta os resultados obtidos para os teores de compostos fenólicos (TPC) obtidos nas duas metodologias de congelamento. Observou-se que em ambos os métodos de congelamento, a liofilização se mostrou benéfica para o teor de fenólicos totais, que apresentaram resultados superiores aos do *resíduo in natura*. Assim também nessa técnica ocorre a liberação desses compostos da matriz do material conforme o mesmo vai perdendo umidade.

Comparando-se os dois métodos, pôde-se verificar que o TPC para as amostras congeladas em freezer apresentou resultados finais levemente superiores aos obtidos nas amostras congeladas em N₂ líquido, obtendo-se teores de 180-190 mg ácido gálico / 100 g amostra seca após 72 horas, contra teores entre 160-170 mg ácido gálico para o método por N₂ líquido no mesmo período. Tais resultados contrariaram a expectativa de que métodos de congelamento rápidos seriam mais benéficos aos compostos bioativos que os métodos lentos, já que os resultados obtidos nas duas metodologias foram bastante próximos.



(a)



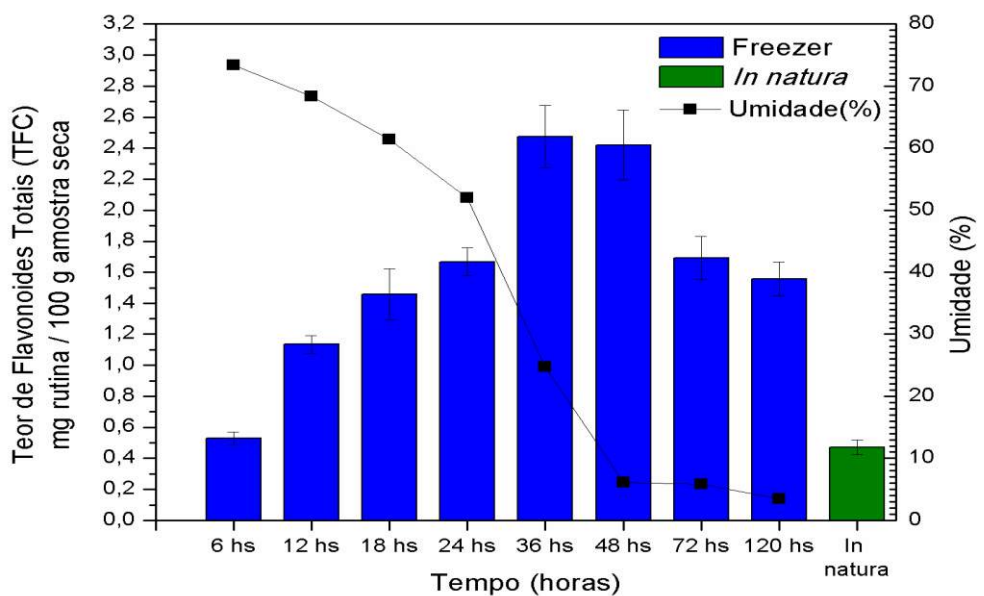
(b)

Figura 4.38 – TPC para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)

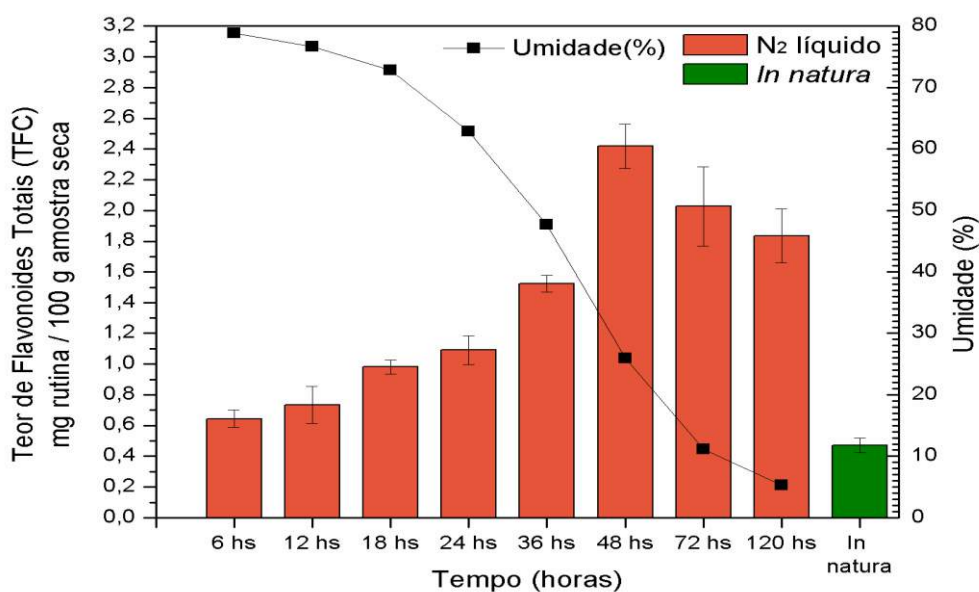
Outra observação relevante é o comportamento dos fenólicos para cada método de congelamento. Enquanto o TPC do freezer apresentou um aumento, atingindo um pico com 36 hs (quando a umidade era de $24,77 \pm 1,14$ %) e depois estabilizou, os resultados obtidos por nitrogênio líquido se mantiveram praticamente constantes independente do tempo de desidratação, o que reforça o lado positivo do congelamento em freezer para os teores desse composto.

Teor de Flavonoides Totais (TFC)

O teor de flavonoides totais (TFC), expresso em mg de rutina / 100 g amostra de seca, é apresentado na Figura 4.39:



(a)



(b)

Figura 4.39 – TFC para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)

Foi verificado que assim como ocorrido aos compostos fenólicos, o teor de flavonoides superou em muito os valores obtidos para o resíduo *in natura*, independente do

método de congelamento. A explicação para tal aumento mais uma vez está na remoção desses compostos da matriz conforme o material é desidratado, sendo comprovada pelos picos de teores obtidos quando a umidade já apresentava valores inferiores a 30%. Pérez-Gregório et al. (2011) obtiveram resultados semelhantes na liofilização de alho onde os teores de flavonoides do material também apresentaram aumentos significativos.

Em ambos os métodos de congelamento, o TFC iniciou com valores semelhantes ao *in natura* e conforme a umidade foi removida, os mesmos aumentaram. Um pico foi atingido em umidades inferiores a 30% (correspondendo a tempos de desidratação entre 36-48 hs) e após isso, observou-se uma degradação gradual do composto, apesar de seus teores terem se mantido ainda elevados em comparação com o *in natura*.

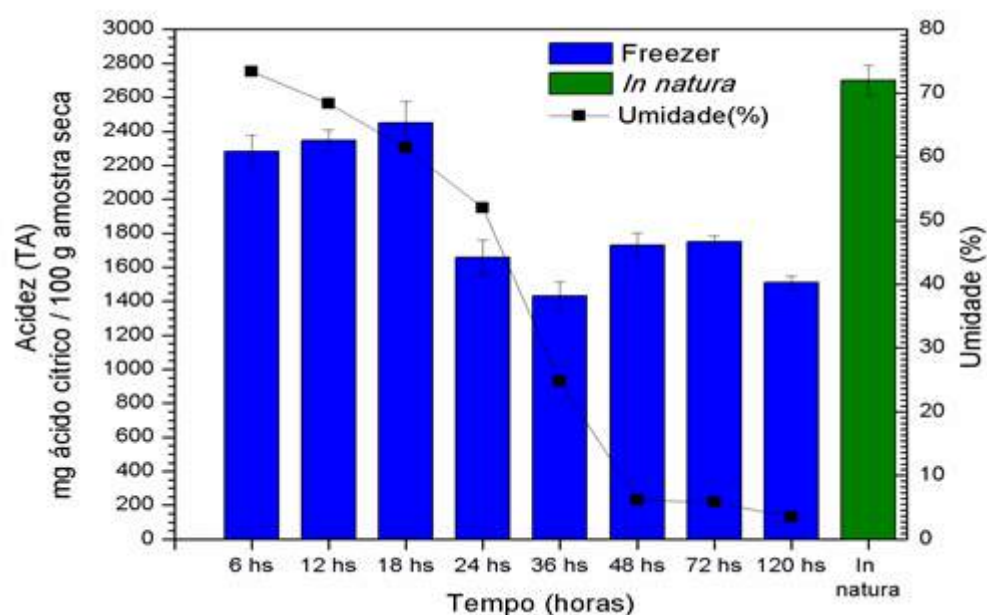
Dessa forma, pode-se concluir que os flavonoides apresentam certa sensibilidade a longos tempos de exposição às condições de liofilização, sendo necessária uma atenção maior ao processo para não submeter o material à exposição prolongada. Cabe ressaltar ainda que o método de congelamento pouco influenciou no TFC, atingindo-se praticamente os mesmos teores máximos para as mesmas condições de umidade em ambos os métodos.

Acidez (TA)

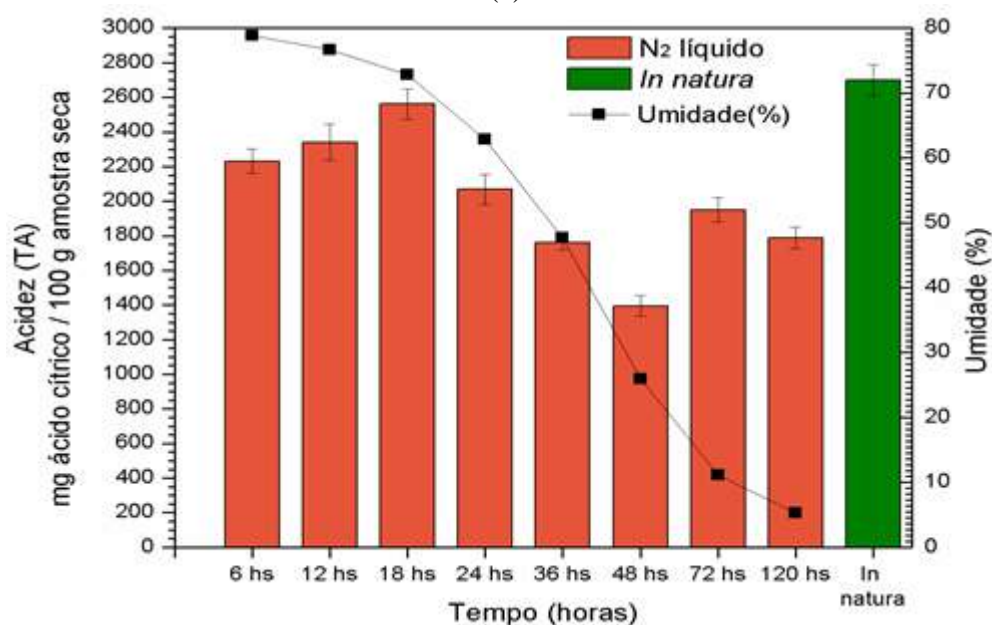
A acidez do material no final dos experimentos, expressa na presença de ácido cítrico na amostra, está apresentado na Figura 4.40. Observou-se que o teor de ácido cítrico presente no resíduo após a desidratação por liofilização apresentou comportamento oposto aos dos fenólicos e flavonoides, com valores inferiores aos do resíduo *in natura*.

Tal comportamento, semelhante aos obtidos para os métodos de desidratação que envolveram exposição térmica, pode indicar que o ácido cítrico se degrada conforme o material vai perdendo umidade, independente das condições de temperatura a que é submetido. Uma das justificativas para isto pode estar ligada a sua solubilidade em água, fazendo com que o mesmo deixe a amostra junto com a umidade. Entretanto, mais testes precisam ser realizados para confirmar tal suposição.

Verificou-se também que, independente do método de congelamento, nas primeiras 18 horas de liofilização, os teores de acidez se mantiveram próximos aos do resíduo *in natura*, mas conforme a umidade foi sendo retirada e o tempo de desidratação aumentou, o ácido cítrico degradou, mantendo valores cerca de 60% dos originais, em umidades finais abaixo de 15%.



(a)



(b)

Figura 4.40 – TA para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)

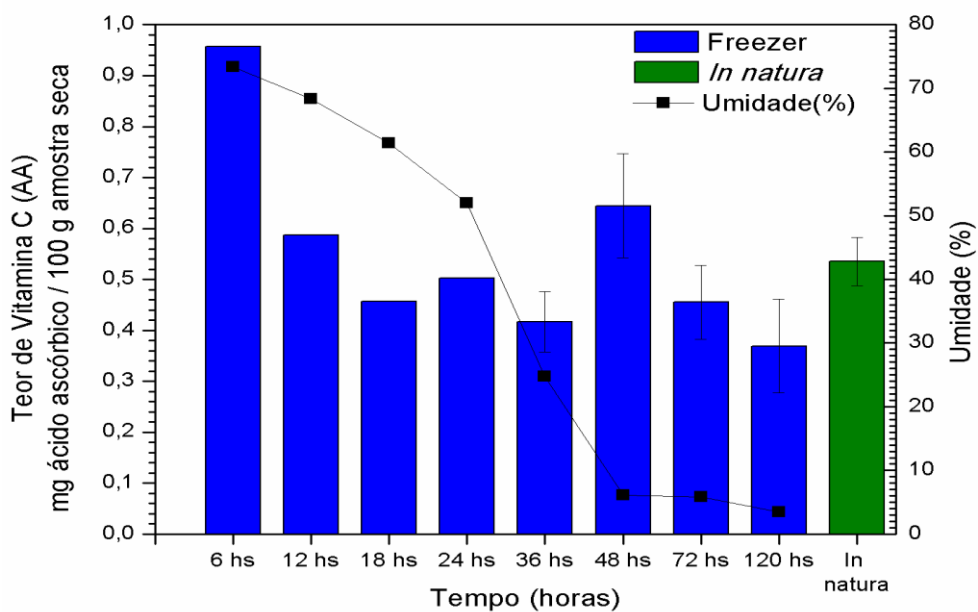
Quanto aos métodos de congelamento, o N₂ líquido apresentou resultados levemente melhores quando comparados aos do freezer, para mesmos tempos de liofilização, o que indicou que houve certa proteção desse composto devido aos cristais menores do método de congelamento rápido, assim como exposto por Chaves et al. (2009).

Dessa forma, concluiu-se que mesmo submetido a baixas temperaturas, o ácido cítrico também apresentou degradação durante o processo de desidratação. Mas, como já

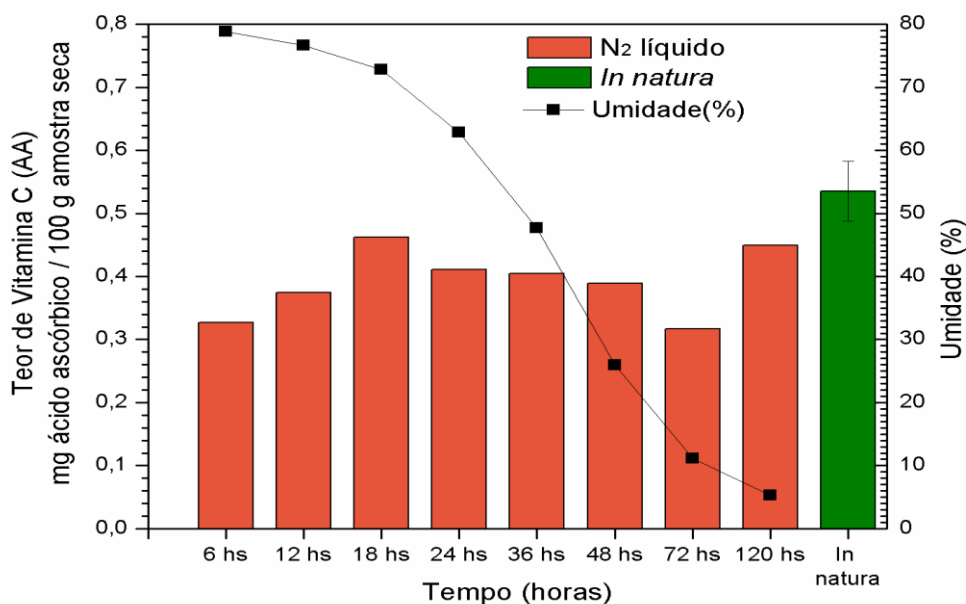
discutido, tal perda desse composto não é tão prejudicial à qualidade final do produto obtido, devido ao sabor adstringente que o mesmo pode conferir ao produto (SILVA, 2014).

Teor de Ácido Ascórbico (AA)

Os teores de ácido ascórbico (vitamina C) obtidos nos experimentos de liofilização estão expressos na Figura 4.41.



(a)



(b)

Figura 4.41 – AA para amostras liofilizadas congeladas em freezer (a) e nitrogênio líquido (b)

Observando-se os resultados encontrados, verificou-se que os mesmos se mantiveram praticamente constantes ou com pouca variação e muito próximos aos obtidos no resíduo *in natura*. Tal comportamento também foi observado por Marques (2008) para abacaxi, goiaba, acerola, manga e mamão papaya. A única exceção a esse comportamento foi observada nas amostras congeladas em freezer, onde a oscilação no teor de vitamina C foi maior, inclusive com um aumento nas seis primeiras horas de liofilização, logo estabilizado a valores mais baixos conforme a umidade foi sendo removida.

Dessa forma, verificou-se que a liofilização não gerou degradação considerável nos teores de vitamina C, mas por outro lado, não foi observado o mesmo aumento que esse composto obteve nos métodos anteriores de desidratação, onde houve exposição térmica.

Analisando globalmente o processo de desidratação por liofilização, pôde-se concluir que a remoção adequada de umidade somente ocorre após um longo de tempo de processo (no mínimo 48 horas), o que faz com que os gastos de energia envolvidos nessa metodologia sejam elevados. O método de congelamento que mais se destacou foi o freezer, em que se obteve menores tempos de liofilização, além de ser mais barato e de fácil manuseio, comparado ao nitrogênio líquido.

Em termos de compostos bioativos, a remoção de umidade por liofilização permitiu obter bons teores de compostos fenólicos e flavonoides, que foram superiores aos do resíduo *in natura*. Ao mesmo tempo, os teores de ácido ascórbico se mantiveram constantes e próximos ou inferiores ao do material úmido, diferentemente do obtido nas metodologias de desidratação analisadas anteriormente. O ácido cítrico apresentou o mesmo comportamento, indicando também sensibilidade e degradação mesmo a baixas temperaturas. O método de congelamento praticamente não impactou na presença desses compostos, viabilizando também o uso do freezer, devido às condições já discutidas.

4.6.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Os resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura estão expostos na Figura 4.42. Através dos mesmos foi possível observar a quantidade de poros gerados no material após a desidratação mesmo em ampliações de apenas 50 vezes (a) e (c), em contraste com o enrugamento da estrutura apresentado pelas outras metodologias. Tal aspecto ilustra a

nível microscópico, o não encolhimento do material e a manutenção de suas características após a remoção de umidade, além do fato que a presença de poros na estrutura, ainda permite a possibilidade de uma possível reidratação do material, o que acontece em produtos como café e chá solúvel, dentre outros (MARQUES, 2008).

Oikonomoupoulou et al. (2011) verificaram também por MEV a grande quantidade de poros de alimentos liofilizados como batata, cogumelo e cereja, confirmando a eficiência desse método de desidratação nesse quesito.

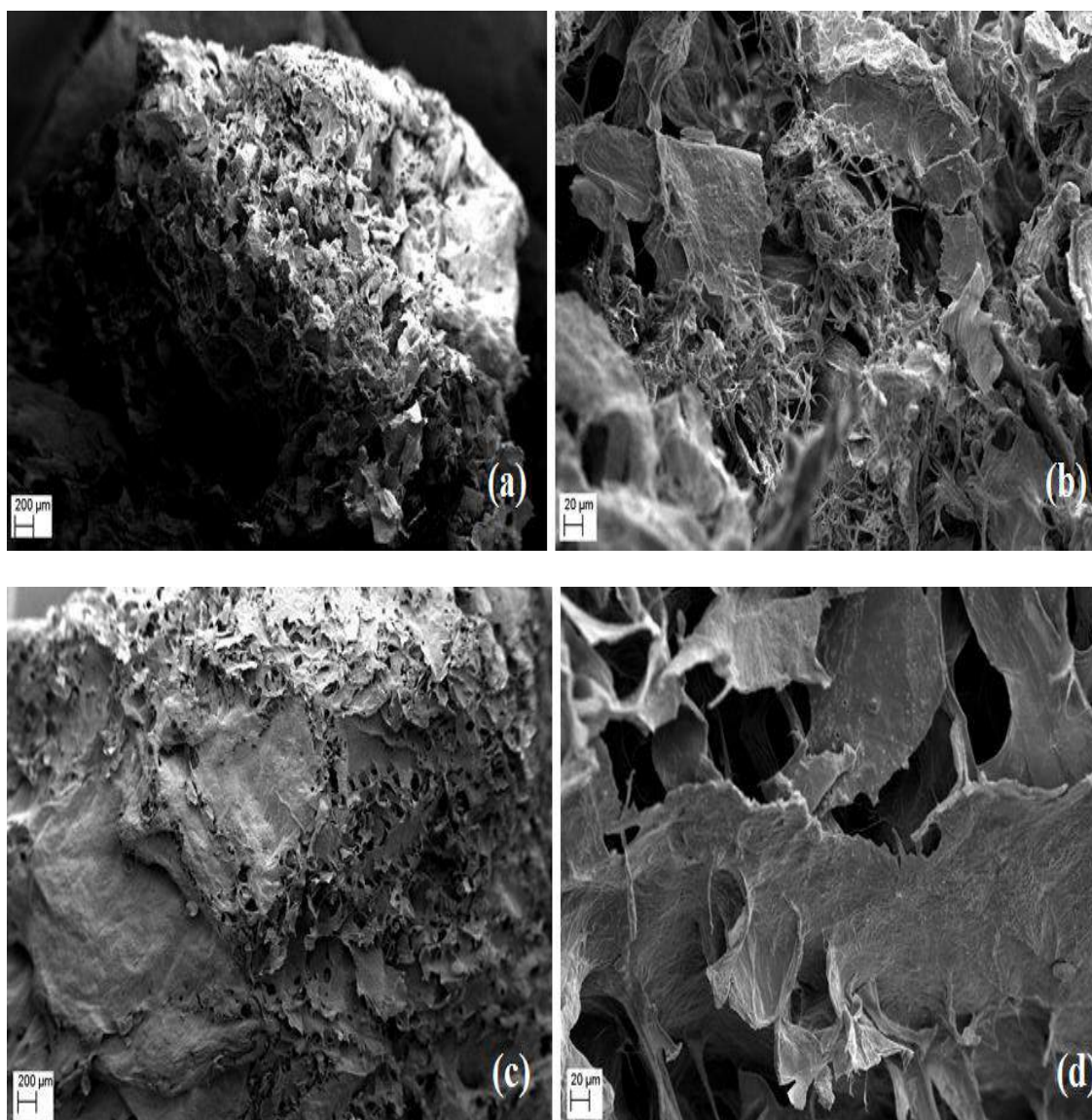


Figura 4.42 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras desidratadas por liofilização congeladas previamente em freezer e desidratadas por (a) 72 horas e ampliação de 50 vezes, (b) 72 horas e ampliação de 500 vezes, (c) 120 horas e ampliação de 50 vezes e (d) 120 horas e ampliação de 500 vezes.

Apesar da estrutura porosa obtida, quando o material foi visualizado sob uma ampliação de 500 vezes (b) e (d), foi possível verificar que o tempo de exposição gerou certo impacto na amostra, reduzindo levemente a dimensão dos poros obtidos quando o material é desidratado de 72 hs (a e b) para 120 hs (c e d). Esse comportamento é explicado pelo fato de que submetendo o resíduo a um tempo superior que o necessário, um início de degradação na estrutura pode ocorrer, assim como observado para os compostos fenólicos e flavonoides.

Amostras congeladas em nitrogênio líquido também foram submetidas ao MEV e as imagens obtidas estão representadas na Figura 4.43. Através das mesmas foi possível verificar certas diferenças nas estruturas e tamanhos nos poros, justificados pelo tamanho dos cristais obtidos por esse método de congelamento, que por serem menores acabaram por gerar canais menores e em maior número na estrutura do material, comprovando o exposto na literatura.

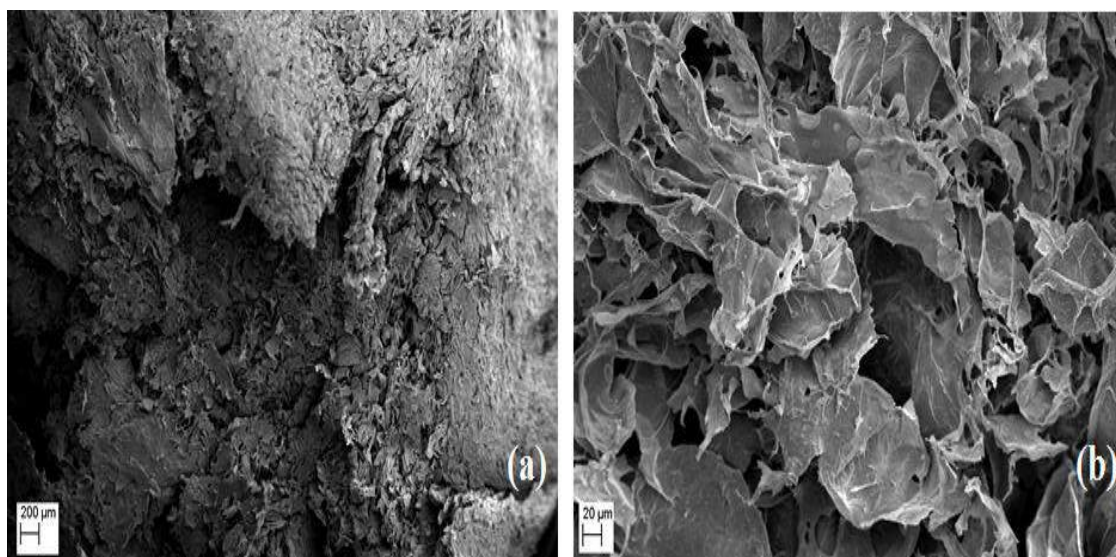


Figura 4.43 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV) para amostras desidratadas por liofilização, congeladas previamente em nitrogênio líquido e desidratadas por 120 horas (a) ampliação de 50 vezes e (b) 120 horas ampliação de 500 vezes. .

4.7 – PECTINA

4.7.1 – Considerações Gerais sobre a Pectina Obtida

Assim como descrito no Capítulo 3, a técnica empregada para se obter a pectina presente no resíduo de maracujá foi à extração utilizando ácido cítrico e posterior precipitação alcoólica, devido a sua facilidade de realização e os bons resultados obtidos na literatura. O

uso do ácido cítrico também se mostra como uma alternativa ambientalmente viável, já que os métodos tradicionais empregam o uso de ácidos inorgânicos, cujo impacto ambiental em forma de resíduos é elevado (KLIEMANN, 2006; PINHEIRO, 2007; MUNHOZ, 2008).

Após a extração ácida e submetendo a solução obtida ao contato com etanol, pôde-se verificar a formação de um gel que se acumulou na solução e então, foi retirado por filtração e submetido à secagem em estufa. Curiosamente o filtrado apresentou coloração semelhante a do resíduo desidratado utilizado, variando sua tonalidade de acordo com a metodologia de desidratação aplicada. As Figuras 4.44, 4.45 e 4.46 ilustram cada uma das etapas de obtenção dessa fibra.



Figura 4.44 – Precipitação da pectina em meio alcoólico



Figura 4.45 – Pectina úmida obtida após filtração



Figura 4.46 – Pectina obtida após a secagem em estufa

4.7.2 – Experimentos e Resultados

Apesar de existirem diversos trabalhos visando o aproveitamento da pectina, são muitos escassos os que verificaram o impacto da desidratação prévia do material por diferentes métodos no rendimento da mesma. O mais próximo de tal análise foram os trabalhos realizados por Seixas et al. (2014) que obtiveram rendimento entre 15-30% para casca de maracujá utilizando ácido tartárico e realizando o aquecimento da solução ácida com micro-ondas. Já Bagherian et al. (2011) verificaram aumentos qualitativos e quantitativos nos teores de pectina em toranjas. Estes autores usaram extração com ácido clorídrico e submeteram as soluções de extração à micro-ondas e ultrassom.

No presente trabalho, baseado nos resultados de cinética e compostos bioativos obtidos para as quatro metodologias de desidratação estudadas, escolheu-se alguns experimentos e seus produtos finais para se avaliar a presença de pectina. Estes ensaios foram selecionados de forma que os mesmos representassem de forma satisfatória as diferentes condições operacionais dos métodos analisados.

Tais experimentos são mostrados na Tabela 4.10 e seus resultados na Figura 4.47.

Tabela 4.10 – Experimentos realizados para a obtenção de pectina

Experimento	Metodologia	Condição Operacional	Umidade (%)
P1	<i>In natura</i>	-	82,88 ± 2,30
P2	Ar quente	1,5 m/s; 65°C; 6 horas	4,20 ± 0,18
P3	Infravermelho	65°C ; 4,5 horas	55,57 ± 2,30
P4		80°C ; 5,5 horas	19,46 ± 0,26
P5		95°C ; 6,5 horas	2,55 ± 0,02
P6		280 W ; 20 minutos	63,87 ± 0,72
P7	Micro-ondas	480 W ; 20 minutos	8,84 ± 0,64
P8		800 W ; 20 minutos	5,26 ± 0,16
P9		Freezer ; 36 horas	24,29 ± 0,88
P10	Liofilização	Freezer ; 72 horas	5,13 ± 0,54
P11		N ₂ Líquido ; 36 horas	47,66 ± 1,23
P12		N ₂ Líquido ; 72 horas	11,11 ± 0,56

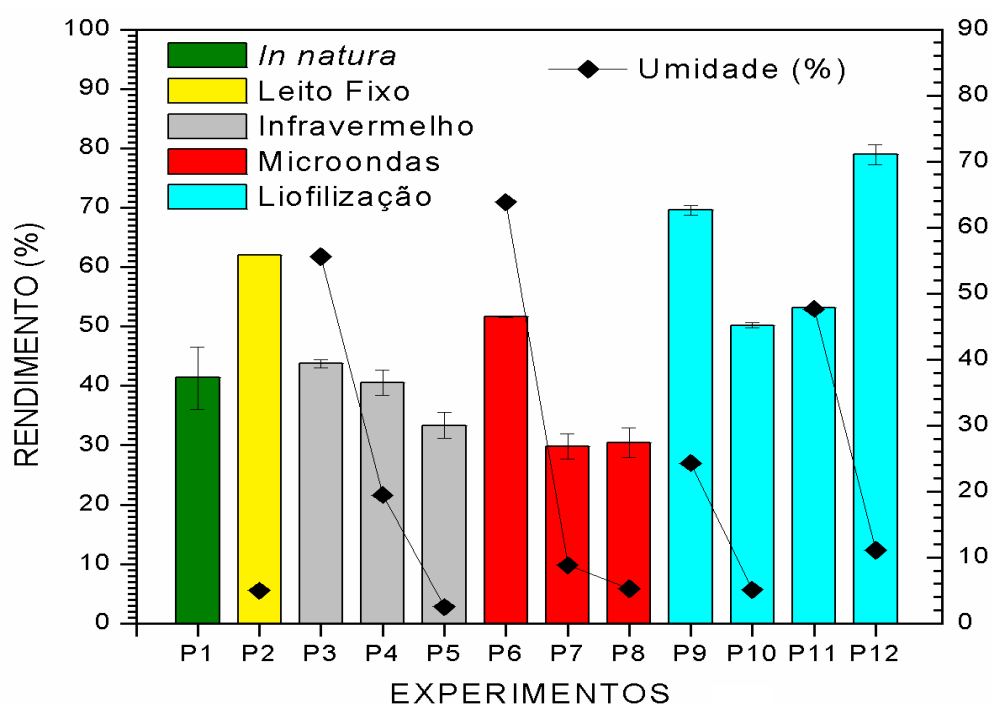


Figura 4.47 – Teores de pectina obtida nas diferentes metodologias de desidratação

Observou-se que o rendimento de pectina variou consideravelmente ao longo dos quatro métodos e suas condições operacionais, indicando que a presença dessa fibra no material pode ser afetada também pela condição sob a qual o mesmo é desidratado antes da extração.

Na desidratação por ar quente observou-se um aumento no teor da pectina em comparação com o *in natura*, indicando um impacto positivo dessa desidratação nas fibras do material quando o mesmo é submetido às condições do ponto central do planejamento (P2).

Já na desidratação por infravermelho, observou-se que apenas na condição P5 (65°C; 4,5 horas) foi obtida uma quantidade de pectina muito próxima ao do resíduo *in natura*, mas para um material com a umidade ainda elevada. Conforme o material foi submetido ao infravermelho em temperaturas e tempo superiores (P6 e P7), os rendimentos obtidos foram menores, indicando que essa fibra passou por uma degradação, devido à exposição a essa radiação, semelhante ao observado em alguns compostos bioativos.

Nas amostras desidratadas por micro-ondas, foi possível observar que a exposição do material a potências baixas de micro-ondas (condição P8) permitiu um leve aumento no rendimento obtido, obtendo-se o valor de $51,62 \pm 0,05\%$, para um material com umidade final de cerca de 55%. Porém, quando o resíduo foi submetido às potências de 480 e 800 W (P9 e P10) houve uma degradação na pectina, obtendo-se teores inferiores aos do *in natura*, mostrando que existe sensibilidade desse composto ao aquecimento excessivo nessa radiação assim como para o infravermelho.

Nas amostras desidratadas por liofilização os resultados foram totalmente diferentes. Confirmou-se o pouco impacto desse método na estrutura interna do material, indicando que além de manter o teor de pectina intacto, é possível obter valores superiores ao resíduo *in natura* em todas as condições submetidas. A justificativa para tal pode estar no fato que a estrutura porosa gerada nessa desidratação permitiu a liberação da pectina presente na mesma, além de mantê-la intacta.

Ao mesmo tempo, observou-se que o método de congelamento influenciou fortemente nos resultados. Enquanto que para as amostras congeladas em freezer (P11 e P12), o teor de pectina inicial obtido foi elevado e depois apresentou queda, devido à degradação por remoção de umidade e excesso de exposição, as amostras congeladas em nitrogênio líquido (P13 e P14) elevaram o rendimento conforme a umidade foi retirada. A explicação para tal diferença pode estar na afirmação de Chaves et al. (2009), que verificaram que métodos de congelamento rápido, ao gerarem cristais menores poderiam preservar detalhes estruturais na amostra, o que não se refletiu nos compostos bioativos, mas pôde ser observado para a pectina.

Dessa forma, pôde-se concluir que o maracujá apresenta altos teores de pectina que podem ser extraídos facilmente, com reagentes considerados baratos e de fácil obtenção como o ácido cítrico, reduzindo os impactos econômicos e ambientais desse processo de extração. Além das variáveis de extração, verificou-se que uma desidratação prévia do resíduo também pode impactar na pectina presente, sendo que dentre os métodos de desidratação, a liofilização permitiu obter teores muito superiores aos encontrados no material *in natura*, apesar de ser observado também um potencial aumento nos teores quando a amostra foi desidratada por ar quente, ou seja, as duas metodologias com os maiores tempos de desidratação.

4.8 – Comparativo Final entre as Metodologias de Desidratação

Após toda a análise e discussão realizadas ao longo deste capítulo, tornou-se necessária a avaliação comparativa entre os métodos de desidratação com o objetivo de se definir qual gerou produtos finais de melhor qualidade, considerando também os quesitos tempo de processo e consumo de energia.

Em termos de cinética de remoção de umidade, em todos os métodos foram obtidos produtos finais com níveis de umidade inferiores a 10%, adequados ao armazenamento satisfatório do material. O modelo de Overhults et al. (1973) se mostrou o mais adequado para representação dos pontos experimentais, independente da metodologia de remoção de umidade realizada.

Entretanto, em relação ao tempo final de processo, observou-se que nenhum método foi tão rápido quanto à desidratação por micro-ondas. Através da mesma foi possível obter um produto final de qualidade e baixas umidades com apenas 20 minutos, contra tempos ótimos de processo de 7 horas para o ar quente, 4,5 horas para o infravermelho e 48 horas para a liofilização. Sabe-se que a desidratação por micro-ondas é rápida, mais uniforme e energeticamente eficiente quando comparada com os sistemas convencionais de secagem (MASKAN 2000). Cabe ainda lembrar que uma redução no tempo de processo impacta diretamente no quesito economia de energia.

Sob o ponto de vista dos teores de compostos bioativos, o comportamento foi bastante similar em todas as desidratações. Verificou-se que os teores de compostos fenólicos se mantiveram próximos ou levemente superiores aos do resíduo *in natura*, ocorreu um aumento considerável nos teores de flavonoides e houve degradação no ácido cítrico. A única

exceção está nos teores de ácido ascórbico, sendo comprovado que os teores de tal composto aumentam ao longo do processo de desidratação, o que não ocorreu apenas na liofilização. Já em termos de rendimento de pectina, os melhores resultados ficaram para a liofilização, indicando a maior preservação destas fibras quando se utiliza este processo de desidratação.

De forma global, as melhores condições experimentais obtidas para cada método de desidratação estão definidas na Tabela 4.11.

Tabela 4.11 – Melhores condições experimentais nas metodologias de desidratação analisadas

Metodologia	Condição Experimental	Justificativa
AR QUENTE	1 m/s	Combinou os efeitos benéficos da temperatura e tempo de exposição e pôde ser realizado com velocidades mais baixas, já que essa variável não apresentou impacto nos teores de compostos bioativos, proporcionando economia de energia.
	80°C	
	7 horas	
INFRAVERMELHO	95°C 4,5 horas	Apresentou os melhores resultados para compostos bioativos e o menor tempo de desidratação, gerando economia de energia.
MICRO-ONDAS	480 W 20 minutos	Resultados superiores em todos os compostos bioativos e não gerou regiões de superaquecimento e carbonização na amostra, mantendo a qualidade do produto final.
LIOFILIZAÇÃO	Freezer 48 horas	Melhores resultados em compostos bioativos em um tempo menor que o método de congelamento em nitrogênio líquido, proporcionando economia de energia e em custos, já que o congelamento em freezer é mais simples e barato.

Com tais condições experimentais definidas, construiu-se o comparativo final, visando determinar o melhor método dentre todos em termos de compostos bioativos, o qual está expresso na Figura 4.48.

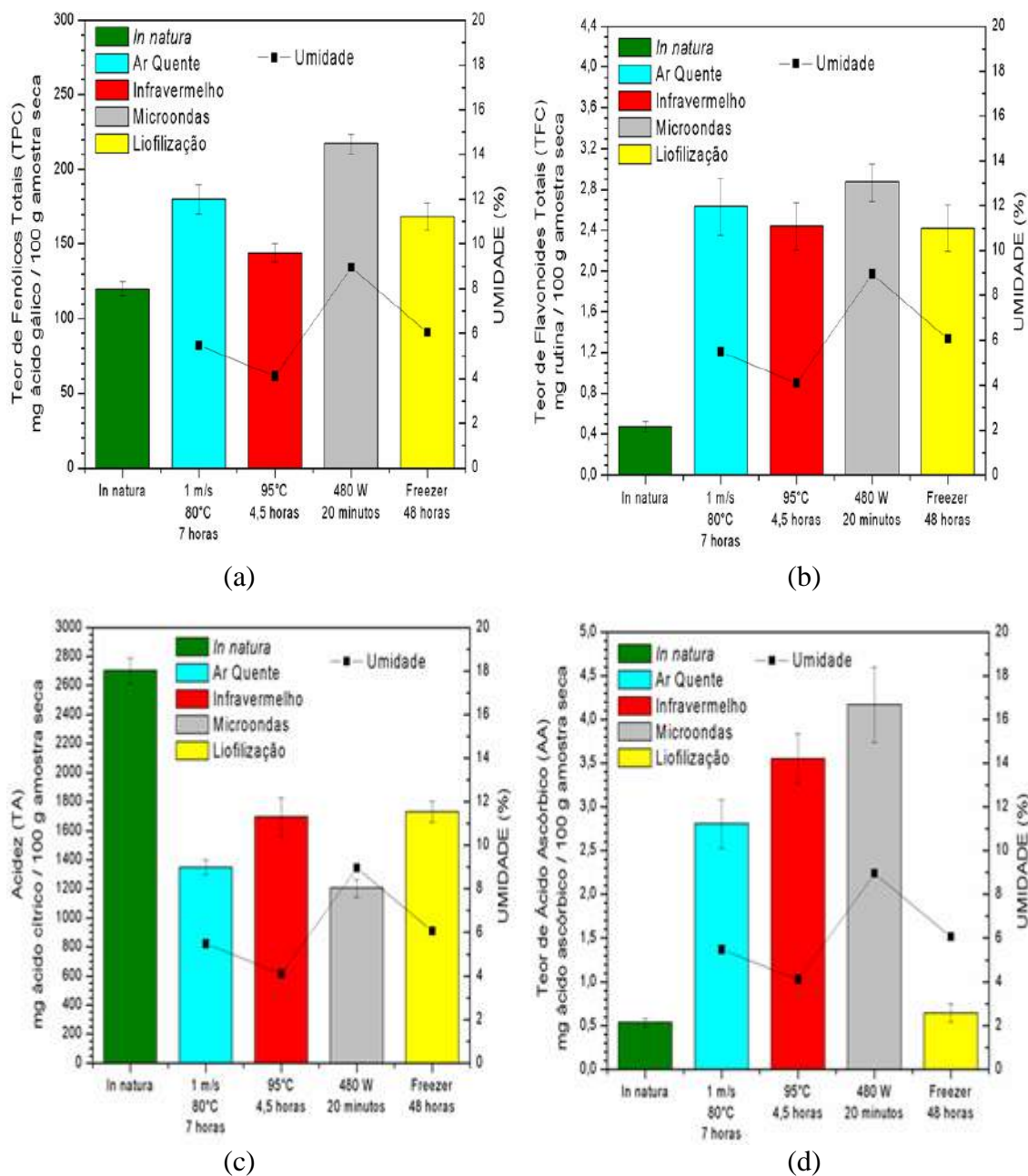


Figura 4.48 – Teores de compostos bioativos obtidos para as condições mais adequadas de cada metodologia: (a) TPC, (b) TFC, (c) TA e (d) AA

Verificou-se que além de ter sido o método de desidratação mais eficiente em termos de tempo, o micro-ondas se mostrou também como o mais benéfico para os compostos fenólicos, flavonoides e ácido ascórbico. A única exceção, mais uma vez, está nos teores de ácido cítrico, cujo impacto pode ser desprezado já que a degradação desse composto não é tão prejudicial ao produto final. As melhores metodologias, nesse caso específico, foram a desidratação por infravermelho e liofilização.

Dessa forma, entre os métodos de desidratação, pode-se afirmar que a remoção de umidade através de potências moderadas em micro-ondas possibilitou os melhores resultados para a desidratação do resíduo de processamento de maracujá, o que viabiliza essa metodologia para trabalhos futuros. Esse resultado só não ocorreu para a pectina, em que a liofilização se mostrou o método mais adequado.

Capítulo 5

CONCLUSÃO

O resíduo de processamento de maracujá-amarelo se mostrou como uma fonte potencial de aproveitamento para fins mais nobres desde o momento da sua caracterização, onde pôde-se perceber a presença de importantes compostos antioxidantes e da pectina, fibra característica da casca desse material.

Os processos de desidratação analisados (ar quente, infravermelho, micro-ondas e liofilização) se mostraram eficientes na remoção de umidade do material, permitindo obter um produto final com baixos teores de umidades, adequado à estocagem e sem risco de degradação ou decomposição por micro-organismos. Desses métodos, a desidratação por micro-ondas permitiu desidratar o produto no menor tempo possível (20 minutos). As melhores condições de desidratação dos demais métodos apresentaram 7 horas, 4,5 horas e 48 horas para ar quente, infravermelho e liofilização, respectivamente. Em todos os métodos, o modelo de Overhults et al. (1973) representou satisfatoriamente os resultados experimentais de cinética de secagem.

Quanto aos compostos bioativos, o comportamento dos mesmos se mostrou semelhante em todas as metodologias analisadas. Compostos fenólicos apresentaram valores próximos ou semelhantes ao resíduo *in natura*, apesar de certa sensibilidade quando submetidos a condições extremas de temperatura ou tempos excessivos de desidratação. Nos flavonoides, por outro lado, foi observado um impacto extremamente benéfico, permitindo teores muito superiores aos do material original e com o ponto positivo de que, na maioria dos métodos, não foi tão impactado pelas variáveis em suas condições extremas quanto os compostos fenólicos. O ácido cítrico se mostrou sensível a toda e qualquer desidratação, degradando para teores entre 40-60% do presente originalmente no resíduo. Por outro lado, o ácido ascórbico se mostrou potencialmente beneficiado pelos métodos de desidratação, aumentando seus teores consideravelmente, apesar de possuir, em certas condições, a mesma sensibilidade às condições extremas observada para os fenólicos e flavonoides.

Avaliando-se cada método de desidratação, observou-se que a desidratação por ar quente se mostrou efetiva na remoção de umidade. Por outro lado, seus compostos bioativos sofreram impacto benéfico apenas da temperatura e tempo de desidratação, permitindo a

operação do secador em menores velocidades, desde que atingida a umidade necessária para o produto final. Dessa forma a condição mais adequada de operação foi a 1 m/s; 80°C e 7 horas.

O uso de infravermelho apresentou eficiência elevada para a temperaturas elevadas (95°C), tanto em tempo de remoção de umidade quanto para os teores de compostos bioativos. Cabe ressaltar que apesar da influencia positiva do aumento da temperatura, essas apresentam um limite que deve ser verificado para garantir que os compostos obtidos não se degradem devido ao excesso de energia. O mesmo foi obtido para o tempo de desidratação, que impactou negativamente nos compostos bioativos quando excedido. Dessa forma, a melhor opção de operação é trabalhar em altas temperaturas até se atingir a umidade desejada, sem exposição em excesso ou desnecessária, que além de degradar o material aumenta o consumo de energia. Uma condição adequada, dentre as analisadas foi a 95°C e 4,5 horas de exposição.

A desidratação por micro-ondas se mostrou efetiva na remoção de umidade, permitindo em um pequeno tempo obter produtos com baixos teores de água residual. Apesar disso, verificou-se que é necessário trabalhar em potências intermediárias para maximizar os teores dos compostos bioativos e evitar regiões de superaquecimento e até mesmo carbonização. Dessa forma, um controle considerável desse processo de desidratação é fundamental para se aproveitar o potencial do mesmo. A melhor condição de operação foi a potência de 480 W com tempo de desidratação de 20 minutos.

Já a liofilização apresentou limitação quanto ao longo tempo requerido para a desidratação. A análise dos métodos de congelamento indicou que o freezer convencional permite obter desidratações em tempos menores e compostos bioativos iguais ou até mesmo semelhantes aos obtidos nas amostras congeladas por nitrogênio líquido. Quanto ao impacto que essa metodologia causou nos compostos bioativos, a mesma não foi tão diferenciada, obtendo-se comportamento semelhante aos dos demais métodos de desidratação, apesar de não ter conseguido potencializar os teores de ácido ascórbico. Entretanto, a liofilização apresentou uma importante vantagem como método de desidratação para maximizar os teores de pectina do resíduo de maracujá. Condições ideais de trabalho, na faixa estudada, foram: congelamento em freezer e 48 horas de desidratação.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) mais uma vez se mostrou como uma importante ferramenta para análise do comportamento de materiais após a desidratação. Pôde ser observada a presença de poros e canais, quando o material passa por condições favoráveis de desidratação e a degradação da estrutura, quando submetido às condições extremas. Por

meio desta técnica (MEV), observou-se que as amostras liofilizadas apresentaram a maior quantidade de poros e um impacto extremamente reduzido a tempos extremos de desidratação.

Dessa forma, os resultados obtidos neste trabalharam permitiram expor o potencial do aproveitamento de resíduos oriundo do processamento de maracujá, cuja destinação mais comum ainda tem sido o descarte ou produção de adubos. Observou-se que a desidratação é uma alternativa extremamente viável para agregar valor nesse material, permitindo obter produtos com teores satisfatórios de compostos antioxidantes e fibras, permitindo o uso dos mesmos em reforços alimentares, produção de alimentos saudáveis, dentre outros. E dentre todos esses métodos, o uso de micro-ondas se destacou como o mais eficiente na maioria dos quesitos, abrindo muitas oportunidades para um aproveitamento dessa tecnologia para desidratação dos resíduos de maracujá.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Desidratação do resíduo de maracujá por outras metodologias de remoção de umidade;
- ✓ Análise nutricional e sensorial da farinha de maracujá obtida pelo melhor método de desidratação (micro-ondas) e seu posterior aproveitamento e aplicação;
- ✓ Avaliação dos compostos bioativos por outras metodologias como a cromatografia líquida e gasosa e investigação da presença de outros compostos relevantes;
- ✓ Otimização do processo de extração de pectina combinado com os métodos de desidratação;
- ✓ Modelagem matemática dos processos de desidratação avaliados assim como seus impactos;
- ✓ Desidratação de outros resíduos de frutas pelas metodologias estudadas neste trabalho;

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABE, T.; AFZAL, T. M. Thin-layer infrared radiation drying of rough rice. Journal of Agricultural Engineering Research, v. 67, p. 289-297, 1997.
- ADAMS, G. D. J. Freeze drying of biological materials. Drying Technology, v. 9(4), p. 891-925, 1991.
- AHERNE, S.A.; O'BRIEN, N.M. Dietary flavonols: chemistry, food content, and metabolism. Nutrition, v. 18, p. 75-81, 2002.
- AJILA, C. M.; BHAT, S. G.; PRASADA RAO, U. J. S. Valuable components of raw and ripe peels from two Indian mango varieties. Food Chemistry, v. 102, p. 1006-1011, 2007.
- ANGEL, R. M. C.; MUNOZ, L. C. E.; AVILES-AVILES, C.; GARCÍA, R.G.; SANTILLÁN, M.M.; LAGUNES, A. G.; ARCHILA, M. A. Spray-drying of passion fruit juice using lactose maltodextrina blends as the support material. Brazilian Archives of Biology and Technology, Curitiba-PR, v. 52, n. 4, p. 1011-1018, 2009.
- AOAC, Official Methods of Analysis. Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, MD, 1995.
- ARBALLO, J. R.; CAMPANONE, L. A.; MASCHERONI, R. H. Modeling of Microwave Drying Fruits. Drying Technology, v. 28, p. 1178-1184, 2010.
- BABBAR, N., OBEROI, H. S.; UPPAL, D. S.; PATIL, R. T. Total phenolic content and antioxidant capacity of extracts obtained from six important fruit residues. Food Research International, v. 44, p. 391-396, 2011.
- BAGHERIAN, H. ASHTIANI, F. Z.; FOULADITAJAR, A.; MOHTASHAMY, M. Comparisons between conventional, microwave- and ultrasound-assisted methods for extraction of pectin from grapefruit. Chemical Engineering and Processing, v.50, p. 1237-1243, 2011.
- BARNES, J.; ANDERSON, L. A.; PHILLIPSON, J. D. St John's wort (*Hypericum perforatum* L.): a review of its chemistry, pharmacology and clinical properties. Journal of Pharms and Pharmacol. v. 53, n. 5, p. 583-600, 2001.
- BARR, E. The infrared pioneers – I. Sir William Herschel. Infrared Physics, v. 1, p. 1-4, 1961.

- BEHLING, E. B.; SENDÃO, M. C.; FRANCESCATO, H. D. C.; ANTUNES, L. M. G.; BIANCHI, M. L. P. Flavonoide quercetina: aspectos gerais e ações biológicas. Alimentos e Nutrição, UNESP, Araraquara-SP, v.15, n.3, p. 285-292, 2004.
- BELING, R. R. Anuário Brasileiro de Fruticultura. Santa Cruz do Sul: Editora Gazeta Santa Cruz. Biotechnology Progress, v. 2(3), p. 109-119, 2005.
- BENDICH, A.; LANGSETH, L. The health effects of vitamin C supplementation, a review. Journal American College Nutrition, v.14, p.124-136, 1995.
- BEZERRA, C. V.; SILVA, L. H. M.; CORRÊA, D. F.; RODRIGUES, A. M. C. A modeling study for moisture diffusivities and moisture transfer coefficients in drying of passion fruit peel. International Journal of Heat and Mass Transfer, v. 85, p. 750-755, 2015.
- BOBBIO, F. O; BOBBIO, P. A. Introdução à química de alimentos, 2ª Ed. São Paulo, 1995.
- BORTOLOTTI, C. T., Estudo Experimental da Fluidodinâmica de Mistura de Resíduo de Acerola e Soja em Leito de Jorro. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 2012.
- BORTOLOTTI, C. T.; SANTOS, K. G.; FRANCISQUETTI, M. C. C.; DUARTE, C. R.; BARROZO, M. A. S. Hydrodynamic Study of a Mixture of West Indian Cherry Residue and Soybean Grains in a Spouted Bed. The Canadian Journal of Chemical Engineering, v. 91, p. 1871-1880, 2013.
- BROOKER, D. B.; BAKKER-ARKEMA, F. W; HALL, C. W. Drying Cereal Grains, Westport, CT, USA, 1974.
- BUTTERFIELD, D. A.; CASTEGNA, A.; POCERNICH, C. B.; DRAKE, J.; SCAPAGNINIB, G.; CALABRESEC, V. Nutritional approaches to combat oxidative stress in Alzheimer's disease. Journal Nutritional Biochemistry, v. 13, p. 444-461, 2002.
- CAPARINO, O. A. Characteristics and quality of freeze-dried mango powder pre-frozen at different temperatures. Philippine Agricultural Scientist Journal, v. 83 (4), p. 338-343, 2000.
- CARGILL Foods – Disponível em <http://www.cargillfoods.com/lat/pt/produtos /acidulantes-ecitrato/acido-citrico/index.jsp>, acessado em 25 de março de 2015.
- CELIKER, H.; KISAKUREK, B. Progress in Freeze Drying. Drying'84. Em: A. S. MUJUMDAR e M. A. ROQUES, v. 1, p. 95-98, 1984.

- CELMA, A. R.; LÓPEZ-RODRÍGUEZ, F.; BLÁZQUEZ, F. C.; Experimental Modelling of infrared drying of industrial grape by-products. Food and Bioproducts Processing, v. 87, p. 247-253, 2009.
- CEPLAC – Comissão Executiva do Plano da Lavoura Cacaueira, 2015. Disponível em: <http://www.ceplac.gov.br/radar/maracuja.htm> acessado em 25 de março de 2015.
- CHANDRASEKARAN, S.; RAMANATHAN, S.; BASAK, T. Microwave food processing – A review. Food Research International, v. 52, p. 243-261, 2013.
- CHAU, C. F.; HUANG, Y. L. Characterization of passion fruit seed fibres – a potential fibre source. Food Chemistry, v. 85, p.189-194, 2004.
- CHAVES, K. C. B.; MARQUES, L. G.; FREIRE, J. T.; Determinação das curvas de congelamento em freezer convencional e nitrogênio líquido da pimenta “dedo-de-moça”. VII Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica, Uberlândia-MG, Brasil, 2009.
- CHISM, G. W.; HAARD, N. F. Characteristics of edible plant tissues. Food Chemistry, 3^a Ed., p. 943-1011. New York; Marcel Dekker, Inc, 1996.
- COSTA, J. N. Estudo da estabilidade de maracujá (*Passiflora edulis Sims f. flavicarpa Degener*) em pó, proveniente de cultivo orgânico. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, 102 p., Fortaleza-CE, 2012.
- DATTA, A. K.; ANANTHESWARAN, R.C. Handbook of Microwave Technology for Food Applications; Marcel Dekker: New York, 2001.
- DATTA, A. K.; DAVIDSON, P. M. Microwave and radio frequency processing. Journal of Food Science, v. 65, p. 32–41, 2000.
- DE VRIES, J. H.; JANSEEN, P. L.; HOLLMAN, P. C.; VAN STAVEREN, W. A.; KATAN, M. B. Consumption of quercetin and kaempferol in free living subjects eating a variety of diets. Cancer Left, v. 114, p. 141-144, 1997.
- DEGASPARI, C. H.; WASZCZYNSKY, N. Propriedades antioxidantes de compostos fenólicos. Visão Acadêmica, v. 5, n. 1, p. 33-40, 2004.
- DIPLOCK, A. T.; CHARLEUX, J. L.; CROZIER-WILLI, G.; KOK, F. J.; RICE-EVANS, C.; ROBERFROID, M.; STAHL, W.; VINÃ-RIBES, J. Functional food science and defence against reactive oxidative species. British Journal of Nutrition, v. 80, p.77-112, 1988.

- DOMINGUES, R. C. C. Clarificação do suco de maracujá por microfiltração: Análise experimental e modelagem matemática. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 2011.
- DORTA, E.; LOBO, M. G.; GONZALEZ, M. Using drying treatments to stabilize mango peel and seed: effect on antioxidant activity. LWT – Food Science and Technology, v. 45, p. 261–268, 2012.
- DUAN, X.; DING, L. REN, G.; LIU, L.; KONG, O. The drying strategy of atmospheric freeze drying apple cubes based on glass transition, Food and Bioproducts Processing, v. 91, p. 534-538, 2013.
- DUZZIONI, A. G.; LENTON, V. M.; SILVA, D. I. S.; BARROZO, M. A. S. Effect of drying kinetics on main bioactive compounds and antioxidant activity of acerola (*Malpighia emarginata* D.C.) residue. International Journal of Food Science and Technology, v.48, p.1041-1047, 2013.
- EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa e Agropecuária. Iniciando um pequeno grande negócio agroindustrial: polpa e suco de frutas/ Embrapa Agroindústria de Alimentos, Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas – Brasília-DF, 123 p., 2003.
- FALEIRO, F.G.; JUNQUEIRA, N.T.V.; BRAGA, M. F. Maracujá: germoplasma e melhoramento genético. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 677 p., 2005.
- FASINA, O. O.; TYLER, R. T.; PICKARD, M. Effect of infrared heat treatment on the chemical composition and functionality of cereal grains – comparison of hulless and pearled barley. Progress Report, Department of Applied Microbiology and Food Science, University of Saskatchewan, Saskatoon, p. 24–29, 1996.
- FELDMANN, K. A. Cytochrome P450s as genes for crop improvement. Current Opinion in Plant Biology, v. 4, p. 162-167, 2001.
- FERGUSON, L. R. Role of plant polyphenols in genomic stability. Mutation Research, v.475, p. 89-111, 2001.
- FERRARI, R.A.; COLUSSI, F; AYUB, R.A. Caracterização de subprodutos da industrialização do maracujá – aproveitamento das sementes. Revista Brasileira de Fruticultura, v. 26, n. 1, p. 101-102, 2004.

- FIETZ, V. R.; SALGADO, J. M.; Efeito da pectina e da celulose nos níveis séricos de colesterol e triglicerídeos em ratos hiperlipidêmicos. Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas-SP, v. 19, n. 3, p. 318-321, 1999.
- GHANEN, N.; MIHOUBI, D.; KECHAOU, N.; MIHOUBI, N. B. Microwave dehydration of three citrus peel cultivars: effect on water and oil capacities, color, shrinkage and total phenols content. Industrial Crops and Products, v. 40, p. 167-177, 2012
- GINZBURG, A. S. Application of Infrared Radiation in Food Processing. Leonard Hill, 1969.
- GUILLAND, J. C.; LEQUEU, B. As vitaminas: do nutriente ao medicamento. São Paulo: Santos, 68 p., 1995.
- GUPTA, M.; WONG, W. L. E. Microwaves and metals. Singapore: John Wiley & Sons (Asia) Pte. Ltd., 2007
- HAGEN, W.; DRAWERT, F. Determination of water content by infrared Monatsschrift fur Brauwissenschaft, v. 40(6), p. 240–246, 1986.
- HAMMAMI, C.; RENÉ, F. Determination of freeze-drying process variables for strawberries. Journal of Food Engineering, v. 32, p. 133-154, 1997.
- HANSULD, M. K., BRIANT, A. M. The effect of citric acid on selected edible starches and flours. Journal of Food Science, v. 19, p. 581-589, 1954.
- HASATANI, M.; ITAYA, Y.; MIURA, K. Hybrid drying of granular materials by combined radiative and convective heating. Drying Technology, v. 6(1), p. 43–49, 1988.
- HASLER, C. M. Function foods: Their role in disease prevention and health promotion. Food Technology, vol. 52, n.11, 1998.
- HAYAT, K.; ZHANG, X.; CHEN, H.; XIA, S.; JIA, C.; ZHONG, F. Liberation and separation of phenolic compounds from citrus mandarin peels by microwave heating and its effect on antioxidant activity. Separation and Purification Technology, v. 73, p. 371-376, 2010.
- HEBBAR, H. U.; ROSTAGI, N. K. Mass transfer during infrared drying of cashew kernel. Journal of Food Engineering, v. 47, p. 1-5, 2001.
- HENDERSON, J. M.; HENDERSON, S. M. A computational procedure for deep-bed drying analysis. Journal of Agricultural Engineering Research, v. 13, p. 87–95, 1968.
- HOLDSWORTH, S. D. Dehydration of foodstuffs – a review. Journal Food Technology, v. 6, p. 331, 1971.

- HRAZDINA, G.; BORZEL, A. J.; ROBINSON, W. B. Studies on the stability of the anthocyanidin-3,5-diglucosides. American Journal of Enology and Viticulture, v. 21, p. 201-204, 1970.
- HSU, C. L.; CHEN, W.; WENG, Y. M.; TSENG C. Y. Chemical composition, physical properties and antioxidant activities of yam flours as affected by different drying methods. Food Chemistry, v. 83, p. 85–92, 2003.
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção Agrícola Municipal 2012. Disponível em: <https://www.embrapa.br/mandioca-e-fruticultura/cultivos/maracuja>, acessado em 25 de março de 2015.
- IBRAF – Instituto Brasileiro de Frutas. Panorama da Cadeia Produtiva das Frutas 2012 e Projeções para 2013. Setembro/2013.
- ISHIMOTO, E. Y.; FERRARI, C. K. B.; BASTOS, D. H. M.; TORRES, E. A. F. S. In vitro antioxidant activity of Brazilian wines and grapes juices. Journal of Wine Research, v. 17 (2), p. 107-115, 2006.
- ISHIMOTO, F. Y.; HARADA, A. I.; BRANCO, I. G.; CONCEIÇÃO, W. A. S.; COUTINHO, M. R. Aproveitamento alternativo da casca do maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. var. flavicarpa Deg.*) para produção de biscoitos. Cultura do maracujá. Revista Ciências Exatas e Naturais, v. 9, n. 2, 2007.
- JANIQUES, A. G. P. R.; LEAL, V. O.; MOREIRA, N. X.; SILVA, A. A. M.; MAFRA, D. Compostos fenólicos e DRC. Journal of the Brazilian Society for Food and Nutrition, São Paulo, SP, v. 38 (3), p. 322-337, 2013.
- JAYARAMAN, K. S.; DAS GUPTA, D. K. Drying of Fruits and Vegetables. Em A. S. Mujumdar (2007), Handbook of Industrial Drying, , 3a Ed., p. 606-631, 2007.
- KIM, D. J.; SHIN, D. H.; AHN, B.; KANG, J. S.; NAM, K. T.; PARK, C. B.; KIM, C. K.; KIM, Y. B.; TUN, Y. W.; JANG, D. D.; YANG, K. H. Chemoprevention of colon cancer by Korean food plant components. Mutation Research - Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis, v. 523-524, p. 99-107, 2003.
- KLIEMANN, E. Extração e caracterização da pectina da casca do maracujá amarelo (*Passiflora edulis flavicarpa*). Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis-SC, 2006.

- KOUBALA, B. B.; KASCI, G.; MBOME, L. I. C.; CREPEAU, M. J.; THIBAUT, J. F.; RALET, M. C. .Effect of extraction conditions on some physicochemical characteristics of pectins from “Améliorée” and “Mango” mango peels. Food Hydrocolloids, v. 22 (7), p. 1345-1351, 2008.
- KROKIDA, M. K.; MAROULIS, Z. B. Effect of drying method on shrinkage and porosity. Drying Technology, v. 15 (10), p. 2441-2458, 1997.
- KROKIDA, M. K.; PHILIPPOPOULOS, C. Volatility of apples during air and freeze drying. Journal of Food Engineering, v. 73, p. 135-141, 2006.
- KULKARNI, S. G.; VIJAYANAND, P. Effect of extraction conditions on the quality characteristics of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa L.*); Food Science and Technology, v. 42, p. 1026-1031, 2010.
- KUPRIANOFF, J. Fundamental and practical aspects of the freezing of foodstuffs. Em: REY, L. Aspects Théoriques et Industriels de la Lyophilization. Paris, Hermann (1964), p. 497-517, 1964
- LAMPINEN, M. J.; OJALA, K. T.; KOSHI, E. Modeling and measurements of dryers for coated paper. Drying Technology, v. 9(4), p. 973-1017, 1991.
- LEE, H. S.; CHEN, C. S. Rates of vitamin C loss and discoloration in clear orange juice concentrate during storage at temperature of 4-24°C. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 46, p. 4723-4727, 1998.
- LEE, H. S.; COATES, G. A. Vitamin C in frozen, fresh squeezed, unpasteurized, polyethylene-bottled orange juice: a storage study. Food Chemistry, v. 65, p. 165-168, 1999.
- LEE, S. K., KADER, A. A. Preharvest and postharvest factors influencing vitamin C content of horticultural crops. Postharvest Biology and Technology, v. 20, p. 207-220, 2000.
- LEORO, M. G. V. Desenvolvimento de cereal matinal extrusado orgânico à base de farinha de milho e farelo de maracujá. Dissertação de Mestrado em Tecnologia de Alimentos Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 147 p., 2007.
- LEWIS, W. K. The rate of drying of solid materials. Indian Chemical Engineer, v.13, p. 427, 1921.
- LI, Z.; RAGHAVAN G. S. V.; ORSAT, V.; Optimal power control strategies in microwave drying. Journal of Food Engineering, v. 99, p. 263-268, 2010

- LIAPIS, A. I.; BRUTTINI, R.; Freeze Drying. Em: A. S. MUJUMDAR, Handbook of Industrial Drying (2007), 3a Ed. p. 257-281, 2007.
- LIAPIS, A. I.; PIKAL, M. J.; BRUTTINI, R.; Research and development needs and opportunities in freeze drying. Drying Technology, v. 14(6), p. 1265-1300, 1996.
- LOBO, S.; DATTA, A. K. Characterization of spatial non-uniformity in microwave reheating of high loss foods. The Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy, v. 33, p. 158-166, 1998.
- LOPES, R. M., Flavonoides. Revista Biotecnologia, Ciência e Desenvolvimento, São Paulo-SP, v. 17, p. 18-22, 2000.
- LÓPEZ-VARGAS J. H.; FERNÁNDEZ-LÓPEZ, J.; PÉREZ-ÁLVAREZ, J. A.; VIUDA-MARTOS, M. Chemical, physico-chemical, technological, antibacterial and antioxidant properties of dietary fiber powder obtained from yellow passion fruit (*Passiflora Edulis* var. *flavicarpa*) co-products. Food Research International, v. 51, p. 756-763, 2013.
- LUCCAS, P. Influência do congelamento no processo de liofilização do sangue bovino. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 1998.
- MAMEDE, M. E. O.; PASTORE, G. M. Compostos fenólicos do vinho: Estrutura e ação antioxidante. Boletim do Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos (CEPPA), v. 22, n. 2, 2004.
- MANACH, C.; SCALBERT, A.; MORAND, C.; RÉMÉSY, C.; JIMÉNEZ, L. Polyphenols: food sources and bioavailability. American Journal of Clinical Nutrition, v. 79, n. 5, p. 727-747, 2004.
- MARQUES, L. G. Liofilização de Frutas Tropicais. Tese de Doutorado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 2008.
- MARQUES, L. G.; FERREIRA, M. C.; FREIRE, J. T., Freeze-Drying of Acerola (*Malpighia glabra* L.), Chemical Engineering and Processing, v. 46, p. 451-457, 2007.
- MARQUES, L. G.; PRADO, M. M.; FREIRE, J. T.; Rehydration characteristics of freeze-dried tropical fruits. Food Science and Technology, v. 42, p. 1232-1237, 2009.
- MARQUES, L. G.; SILVEIRA, A. M.; FREIRE, J. T.; Freeze-drying characteristics of tropical fruits. Drying Technology, v. 24(1-7), p. 457-463, 2006.
- MARTÍNEZ, R.; TORRES, P.; MENESES, M. A.; FIGUEROA, J. G.; PÉREZ-ÁLVAREZ, J. A.; VIUDA-MARTOS, M. Chemical, technological and in vitro antioxidant

- properties of mango, guava, pineapple and passion fruit dietary fibre concentrate. Food Chemistry, v. 135, p. 1520-1526, 2012.
- MARTÍNEZ-VALVERDE, I.; PERIAGO, M. J.; ROS, G. Significado nutricional de los compuestos fenólicos de la dieta. Archivos Latinoamericanos de Nutricion, v. 50 (1), p. 5-18, 2000.
- MASAMURA, A.; SADO, H.; HONDA, T.; SHIMIZU, M.; NABETHANI, H.; HAKAJIMA, M. Drying of potato by far infrared radiation, Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi, v.35, p. 309-314, 1988.
- MASKAN, M. Microwave/air and microwave finish drying of banana. Journal of Food Engineering, v. 44, p. 71-78, 2000.
- MAY, C.D. Industrial pectins: sources, production and applications. Carbohydrate Polymers, v. 12, p. 79-99, 1990.
- MEDEIROS, M. D. F.; ALSINA, O. L. S.; ROCHA, S. C.; JERÔNIMO, C. E. M.; MATA, A. M. L.; MEDEIROS, U. K. L.; FURTUNATO, A. A. Escoabilidade de leitos de partículas inertes com polpa de frutas tropicais. Efeitos na secagem em leite de jorro. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental. v. 5, n. 3, 2001.
- MEHRNOUSH, A.; TAN, C. P.; HAMED, M.; AZIZ, N. A.; LING, T. C.; Optimisation of freeze drying conditions for purified serine protease from mango (Mangifera indica Cv. Chokanan) peel. Food Chemistry, v. 128, p. 158-164, 2011.
- METAXAS, A. C., MEREDITH, R. J. Industrial microwave heating. London: Peter Peregrinus Ltd, 1983.
- MOIA, M. A. S. Influência do congelamento no processo de liofilização. Trabalho de Graduação, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 24 p., 1994.
- MOREIRA, M. F. P. Secagem de gel Agar, Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 104 p., 2000.
- MOUSA, N.; FARID, M. Microwave vacuum drying of banana slices. Drying Technology, v. 20, p. 2055-2066, 2002.
- MUJUMDAR, A. S. Principles, Classification and Selection of Dryers. Em MUJUMDAR, A. S. Handbook of Industrial Drying, 3a Ed. (2007), p. 4-31, 2007.

- MUNHOZ, C. L. Efeito das Condições de Extração Sobre o Rendimento e Características da Pectina Obtida de Diferentes Frações de Goiaba CV Pedro Sato, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Goiás, Goiânia-GO, 2008.
- NEUHOUSER, M.L., Dietary flavonoids and cancer risk: evidence from human population studies. Nutrition and Cancer, v. 50, p. 1–7, 2004.
- NOGUEIRA, F. S. Teores de ácido L-ascórbico em frutas e sua estabilidade em sucos. Dissertação de Mestrado, Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campo dos Goytacazes-RJ, 2011.
- NOWAK, D.; LEWICKI, P. P. Infrared drying of apple slices. Innovative Food Science and Emerging Technologies, v. 5, p. 353-360, 2004.
- OIKONOMOPOULOU, V. P.; KROKIDA, M. G.; KARATHANOSS, V. T. The influence of freeze drying condition on microstructural changes of food products. Procedia Food Science, v. 1, p. 647–654, 2011.
- OLIVEIRA, A. C.; VALENTIM, I. B.; SILVA, C. A.; BECHARA, E. J. H.; BARROS, M. P.; MANO, C. M.; GOULART, M. O. F. Total phenolic content and free radical scavenging activities of methanolic extract powders of tropical fruit residues. Food Chemistry, v. 115, p. 469-475, 2009.
- OLIVEIRA, L. F.; NASCIMENTO, M. R. F.; BORGES, S. V.; RIBEIRO, P. C. N.; RUBACK, V. B. Aproveitamento alternativo da casca do maracujá-amarelo (*Passiflora edulis f. var. flavicarpa*) para produção de doce em calda. Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas-SP, v. 22(3), p. 259-262, 2002.
- OLIVEIRA, M. L. N. Estudo experimental das solubilidades de alguns ácidos em misturas hidro-alcoólicas. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 340 p., 2009.
- ORDOÑEZ-PEREDA, J. A. Carboidratos. Tecnologia dos alimentos: componentes dos alimentos e processos. São Paulo-SP, Artmed, v. 1, cap. 4, p. 63-79, 2005.
- OVERHULTS, D. G.; WHITE, G. M.; HAMILTON, H. E.; ROSS, I. J. Drying soybeans with heated air, Transactions of the ASAE, v. 16, p. 112-113, 1973.
- PAGÁN, J.; IBARZ, A.; LLORCA, M.; PAGÁN, A.; BARBOSA-CÁNOVAS, G.V. Extraction and characterization of pectin from stored peach pomace. Food Research International, v. 34, p. 605-612, 2001.

- PAGE, G. E. Factors influencing the maximum rates of air drying shelled corn in thin-layer. Purdue University, West Lafayette, IN, USA, 1949.
- PAN, Z.; SHIH, C.; Mc HUGH, T. H.; HIRSCHBERG, E. Study of banana dehydration using sequential infrared radiation heating and freeze-drying. Food Science and Technology, v. 41. p. 1944-1951, 2008.
- PARK, K. J.; ANTONIO, G. C.; OLIVEIRA, R. A.; PARK, K. J. B. Conceitos de processo e equipamentos de secagem. Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2007.
- PELIZER, L. H.; PONTIERI, M. H.; MORAES, I. O. Utilização de resíduos agro-industriais em processos biotecnológicos como perspectiva de redução do impacto ambiental. Journal of Technology Management & Innovation, v. 2, p. 118-127, 2007.
- PELZER, L. E.; GUARDIA, T.; JUAREZ, O. A.; GUERREIRO, E. Acute and chronic anti-inflammatory effects of plant flavonoids, Farmaco, v. 53, p.421-424, 1998.
- PENNA, A. L. B. Hidrocolóides: usos em alimentos. Food Ingredients, v. 17, p. 58-64, 2002.
- PERAZZINI, H. Secagem de resíduos cítricos em secador rotativo. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 2011.
- PEREIRA, F.A.; CARNEIRO, M.R.; ANDRADE, L.M. A cultura do maracujá. Brasília, DF: Embrapa Informações Tecnológicas, 124 p. 2006.
- PÉREZ-GREGORIO, M. R.; REGUEIRO, J.; GONZÁLEZ-BARREIRO, C.; RIAL-OTERO, R.; SIMAL-GÁNDARA, J. Changes in antioxidant flavonoids during freeze-drying of red onions and subsequent storage. Food Control, v. 22, p. 1108-1113, 2011.
- PIEDADE, J.; CANNIATTI-BRAZACA, S. G. Comparação entre o efeito do resíduo do abacaxizeiro (caules e folhas) e da pectina cítrica de alta metoxilação no nível de colesterol sanguíneo em ratos. Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas, v. 23, n. 2, p. 149-156, 2003.
- PIETTA, P. G. Flavonoids as antioxidants, Journal of Natural Products, v. 63, p.1035-1042, 2000.
- PINHEIRO, E. R. Pectina da casca do maracujá amarelo (*Passiflora edulis flavicarpa*): Otimização da extração com ácido cítrico e caracterização físico-química. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos do Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC, 2007

- PITOMBO, R. M. N. A liofilização como técnica de conservação de material de pesquisa. Em: SBPC Ciência e Cultura, p.427-431, 1989.
- PODSEDEK, A. Natural Antioxidants and Antioxidant Capacity of Brassica Vegetables: A review. LWT - Journal of Food Composition and Analysis, v. 40, p.1-11, 2007.
- PRADO, M. M. Secagem de sementes de mamão papaya. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 108 p., 1999.
- RATTI, C. Shrinkage during drying of foodstuffs. Journal of Food Engineering, v. 23 (1), p. 91-105, 1994.
- RATTI, C.; Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. Journal of Food Engineering, v. 49, p.311-319, 2001
- RATTI, C.; MUJUMDAR, A. S. Infrared drying. Em: MUJUMDAR, A. S., Handbook of Industrial Drying (2007), 3a Ed., p. 423–438, 1995.
- REY, L. Fundamental aspects of lyophilization. Em: Aspects Théoriques et Industriels de la Lyophilization. Paris, Hermann, p. 23-43, 1964.
- RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. Química de Alimentos. 2 ed. São Paulo: Edgar Blucher, p. 183, 2007.
- RICE-EVANS, C.; NICOLAS, J.; MILLER, J.; PAGANGA, G. Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. Free Radical Biology & Medicine, v. 20, p. 933-956, 1996.
- RING, E. F. J. The historical development of temperature measurement in medicine. Infrared Physics & Technology, v. 49, p. 297-301, 2007.
- ROBARDS, K., ANTOLOVICH, M. Analytical chemistry of fruit bioflavonoids. Analyst, v. 122, p.11R–34R, 1997.
- SAKAI, N.; HANZAWA, T. Application and advances in far infrared heating in Japan Trends, Food Science and Technology, v. 5(11), p.357–362, 1994.
- SANTOS, K. O.; NETO, B. A. M.; OLIVEIRA, S.; RAMOS, M. E. C.; AZEVEDO, L. C. Obtenção de farinha com o resíduo de acerola (*Malpighia Glabra L.*). Em: Congresso de pesquisa e Inovação da rede Norte-Nordeste de Educação Tecnológica, 2010.
- SCALBERT, A., MANACH, C., MORAND, C., REMESY, C., JIMENEZ, L., Dietary polyphenols and the prevention of diseases. Critical Review of Food Science and Nutrition, v.45, p. 287–306, 2005.

- SCHIFFMANN, R. F. Microwave and Dielectric Drying. Em: MUJUMDAR, A. S., Handbook of Industrial Drying (2007), 3a Ed., p. 285– 305, 2007.
- SEBRAE – Serviço Brasileiro de Apoio as Micro e Pequenas Empresas, 2015. Disponível em: <http://www.sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/artigos/O-cultivo-e-o-mercado-do-maracuja/> acessado em 25 de março de 2015.
- SEIXAS, F. L.; FUKUDA, D. L.; TURBIANI, F. R. B.; GARCIA, P. S.; PETKOWICZ, C. L. O; JAGADEVAN, S.; GIMENES, M. L. Extraction of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) by microwave-induced heating. Food Hydrocolloids, v. 38, p. 186-192, 2014.
- SHAHIDI, F.; JANITHA, P. K.; WHANASUNDARA, P. D. Phenolic Antioxidants CRC. Critical Reviews and Food Science and Nutrition, Boca Raton, v.32, n.1, p. 67-103, 1992.
- SHARMA, G. P.; VERMA, R. C.; PATHARE, P. Thin-layer infrared radiation drying of onion slices. Journal of Food Engineering, v. 67, p. 361–366, 2005.
- SIES H. Oxidative stress: From basic research to clinical application. American Journal of Medicine, v. 91, p. 31, 1991.
- SILVA, D. I. S. Estudo da transferência de calor e massa na secagem em leito fixo visando o aproveitamento de resíduo de acerola (*Malpighia emarginata* DC). Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 2015.
- SILVA, D. I. S.; NOGUEIRA, G. D. R.; DUZZIONI, A. G.; BARROZO, M. A. S. Changes of antioxidant constituents in pineapple (*Ananas comosus*) residue during drying process. Industrial Crops and Products, v. 50, p. 557-562, 2013.
- SILVA, J. S.; CORRÊA, P. C. Estrutura, composição e propriedades dos grãos. Em: SILVA, J. S. Secagem e armazenamento de produtos agrícolas. Viçosa: Editora Aprenda Fácil, p. 21-37, 2000.
- SILVA, P. B. Secagem de Resíduos de Frutas em Secador Roto-Aerado. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 2014.
- SILVÉRIO, B. C. Estudos Fluidodinâmicos e de Secagem de Fertilizantes em Diferentes Tipos de Secadores Roto-aerados, Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, 2012.

- SINGLETON, V. L.; ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolibdic_phosphotungstic acid reagents. American Journal of Enology and Viticulture, v.16, p.144-158, 1965.
- SOARES, M.; WELTER, L.; KUSKOSK, E. M.; GONZAGA, L.; FEET, R. Compostos fenólicos e antioxidantes da casca de uvas Niágara e Isabel. Revista Brasileira de Fruticultura, v. 30, n. 1, p. 59-64, 2008.
- SOUSA DE SÁ, P. G.; Fenóis totais, flavonoides totais e atividade antioxidante de *Selaginella convoluta* (Arn.) Spring (*Selaginellaceae*). Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada, v. 4, n. 33, p. 561-566, 2012.
- SOUZA, G. F. M. V. Secagem de sementes de soja em leito fixo: equilíbrio e cinética da sílica gel para controle de umidade, modelagem do processo e análise da qualidade das sementes. Tese de doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Uberlândia. 2013.
- TEMPLE, N. J. Antioxidants and disease: More questions than answers. Nutrition Research, South Africa, v. 20, p. 449-459, 2000.
- TERPSTRA, A. H. M; LAPRE, J. A; DE VRIES, H. T.; BEYNEM, A. C. Dietary pectin with high viscosity lowers plasma and liver cholesterol concentration and plasma cholesteryl ester protein activity in hamsters. The Journal of Nutrition, Rotterdam, v. 128, n. 11, p. 1944-1949, 1998.
- THAKUR, B. R.; SINGH, R. K.; HANDA, A. K. Chemistry and uses of pectin – a review. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, Boca Raton, v. 37, n. 1, p. 47-73, 1997.
- TOGRUL, H., Simple modeling of infrared drying of fresh apple slices. Journal of Food Engineering, v. 71, p.311-323, 2005.
- TOGRUL, H. Suitable drying model for infrared drying of carrot. Journal of Food Engineering, v. 77, p. 610–619, 2006..
- VADIVAMBAL, R.; JAYAS, D. S. Non-uniform temperature distribution during microwave heating of food materials — A review. Food and Bioprocess Technology, v. 3, p. 161–171, 2010.
- VASCO, C. Phenolic compounds in Ecuadorian fruits. Tese de Doutorado. Swedish University of Agricultural Sciences.Uppsala, 2009.
- VEGA-GÁLVEZ, A.; DI SCALA, K.; RODRÍGUEZ, K.; LEMUS-MONDACA, R.; MIRANDA, M.; LÓPEZ, J.; PEREZ-WON, M. Effect of Air-drying Temperature on

- Physico-chemical Properties, Antioxidant Capacity, Colour and Total Phenolic Content of Red Pepper (*Capsicum annuum L. var. Hungarian*). Food Chemistry, v. 117, p. 647-652, 2009.
- VENKATESH, M. S.; RAGHAVAN, G. S. V. An Overview of Microwave Processing and Dielectric Properties of Agri-food Materials, Biosystems Engineering, v. 88(1), p. 1-18, 2004.
- VILAYANNUR, R. S.; PURI, V. M.; ANANTHESWARAN, R. C. Size and shape effect on non-uniformity of temperature and moisture distributions in microwave heated food materials: Part I - Simulation. Journal of Food Process Engineering, v. 21, p. 209–233, 1998.
- WILLATS, W. G. T.; KNOX, J. P.; MIKKELSEN, J. D. Pectin: new insights into and old polymers are starting to gel. Trends in Food Science & Technology, Cambridge, v. 17, n. 3, p. 97-104, 2006.
- WOLFE, K.; WU, X.; LIU, R. H. Antioxidant activity of apple peels. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 53, p. 609-614, 2003.
- ZAREIN, M.; SAMADI, S. H; GHOBADIAN, B. Investigation of microwave dryer effect on energy efficiency during drying of apple slices. Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences, v. 14, p. 41-47, 2015.
- ZHANG, M.; TANG, J.; MUJUMDAR, A. S.; WANG, S. Trends in microwave-related drying of fruits and vegetables. Trends in Food Science & Technology, v. 17, p. 524–534, 2006.
- ZHISHEN, J.; MENGCHENG, T.; JIANMING, W. The Determination of Flavonoid Contents in Mulberry and their Scavenging Effects on Superoxide Radicals. Food Chemistry, v.64, p.555-559, 1999.

APÊNDICES

APÊNDICE A – RESULTADOS OBTIDOS PARA OS COMPOSTOS BIOATIVOS

TPC : mg ácido gálico / 100 g amostra seca

TFC : mg rutina / 100 g amostra seca

TA : mg ácido cítrico / 100 g amostra seca

AA : mg ácido ascórbico / 100 g amostra seca

AR QUENTE				
Experimentos	TPC	TFC	TA	AA
1	136,08 (± 9,54)	2,03 (± 0,14)	1400,38 (± 79,79)	0,35 (± 0,07)
2	163,71 (± 10,14)	2,25 (± 0,23)	1353,46 (± 41,18)	1,95 (± 0,19)
3	139,29 (± 13,43)	2,61 (± 0,23)	1513,52 (± 39,06)	1,32 (± 0,16)
4	155,77 (± 13,99)	2,70 (± 0,19)	1472,46 (± 64,45)	2,19 (± 0,20)
5	137,42 (± 5,07)	1,85 (± 0,19)	1468,68 (± 0,0)	0,58 (± 0,07)
6	122,53 (± 10,05)	1,89 (± 0,13)	1412,81 (± 53,24)	0,73 (± 0,09)
7	162,06 (± 8,43)	2,63 (± 0,28)	1348,36 (± 51,32)	2,81 (± 0,28)
8	179,97 (± 9,65)	2,51 (± 0,25)	1405,39 (± 55,62)	2,79 (± 0,29)
9	130,16 (± 6,37)	1,84 (± 0,19)	1615,30 (± 88,07)	0,93 (± 0,15)
10	150,41 (± 6,09)	2,39 (± 0,23)	1398,35 (± 53,22)	1,43 (± 0,19)
11	132,65 (± 10,22)	2,27 (± 0,21)	1334,72 (± 54,12)	0,78 (± 0,12)
12	100,42 (± 6,30)	1,91 (± 0,15)	1734,16 (± 48,69)	2,86 (± 0,18)
13	102,85 (± 9,20)	1,87 (± 0,23)	1139,11 (± 38,68)	0,38 (± 0,05)
14	173,21 (± 15,19)	2,42 (± 0,32)	1422,41 (± 48,93)	0,81 (± 0,12)
15	154,46 (± 3,95)	2,46 (± 0,16)	1447,35 (± 85,22)	1,41 (± 0,10)
16	154,67 (± 12,13)	2,53 (± 0,21)	1374,48 (± 59,93)	0,94 (± 0,15)
17	156,94 (± 12,29)	2,56 (± 0,18)	1204,88 (± 46,85)	1,13 (± 0,07)
18	158,11 (± 8,16)	2,65 (± 0,32)	1348,44 (± 51,32)	1,08 (± 0,15)

INFRAVERMELHO				
Experimentos	TPC	TFC	TA	AA
Preliminares 65°C	130,35 (± 8,28)	1,95 (± 0,13)	2319,29 (± 78,10)	2,54 (± 0,25)
Preliminares 80°C	118,22 (± 4,12)	1,97 (± 0,12)	2223,52 (± 93,90)	2,57 (± 0,25)
Preliminares 95°C	147,48 (± 14,00)	2,21 (± 0,08)	1880,60 (± 120,15)	3,90 (± 0,30)
1	178,25 (± 9,12)	2,01 (± 0,05)	3238,93 (± 122,06)	2,26 (± 0,38)
2	186,55 (± 11,91)	1,91 (± 0,13)	2365,16 (± 95,96)	1,53 (± 0,16)
3	144,06 (± 6,10)	2,44 (± 0,23)	1693,96 (± 133,36)	3,55 (± 0,28)
4	101,60 (± 10,15)	1,89 (± 0,19)	1690,08 (± 75,27)	3,43 (± 0,31)
5	239,26 (± 11,44)	2,70 (± 0,08)	2760,39 (± 290,72)	1,36 (± 0,0)
6	116,48 (± 3,81)	1,71 (± 0,15)	1686,62 (± 123,17)	3,33 (± 0,0)
7	192,77 (± 15,71)	1,86 (± 0,14)	2802,75 (± 129,53)	2,96 (± 0,0)
8	145,30 (± 8,73)	2,28 (± 0,14)	1860,82 (± 148,27)	1,15 (± 0,24)
9	186,60 (± 9,02)	2,07 (± 0,14)	2019,05 (± 120,63)	2,44 (± 0,17)
10	170,50 (± 7,51)	1,97 (± 0,17)	1895,70 (± 171,69)	2,63 (± 0,40)
11	196,84 (± 10,32)	1,93 (± 0,10)	2093,95 (± 105,10)	2,68 (± 0,21)
12	173,93 (± 13,01)	1,79 (± 0,14)	2170,52 (± 110,15)	2,86 (± 0,39)
13	166,95 (± 5,27)	1,78 (± 0,17)	1896,01 (± 108,40)	2,71 (± 0,32)

MICRO-ONDAS				
Experimentos	TPC	TFC	TA	AA
1	102,96 (± 6,64)	0,62 (± 0,04)	2524,05 (± 37,28)	0,34 (± 0,07)
2	103,36 (± 10,37)	0,54 (± 0,05)	2068,70 (± 46,25)	0,59 (± 0,09)
3	123,27 (± 12,99)	0,96 (± 0,05)	2510,91 (± 110,02)	0,84 (± 0,13)
4	170,82 (± 8,88)	0,60 (± 0,08)	2021,19 (± 154,73)	0,65 (± 0,14)
5	120,23 (± 3,57)	0,55 (± 0,04)	2319,29 (± 66,92)	0,36 (± 0,07)
6	181,64 (± 11,79)	1,22 (± 0,06)	2619,91 (± 70,86)	0,58 (± 0,12)
7	217,88 (± 11,78)	2,20 (± 0,08)	1749,87 (± 40,46)	1,95 (± 0,30)
8	217,03 (± 6,51)	2,87 (± 0,18)	1204,05 (± 62,75)	4,17 (± 0,43)
9	148,26 (± 8,52)	0,83 (± 0,08)	2579,64 (± 58,07)	0,58 (± 0,13)
10	195,14 (± 7,48)	1,29 (± 0,02)	1875,30 (± 83,01)	0,54 (± 0,10)
11	192,10 (± 6,34)	1,70 (± 0,20)	1470,89 (± 64,50)	1,58 (± 0,35)
12	139,55 (± 15,83)	1,77 (± 0,16)	1050,21 (± 33,41)	0,73 (± 0,12)
13	128,19 (± 8,34)	1,31 (± 0,12)	2144,26 (± 123,42)	0,59 (± 0,11)
14	184,81 (± 8,41)	2,05 (± 0,08)	1388,50 (± 43,91)	0,58 (± 0,12)
15	205,56 (± 18,96)	2,08 (± 0,13)	1403,00 (± 94,84)	1,90 (± 0,31)
16	154,96 (± 10,23)	2,30 (± 0,20)	1205,73 (± 61,19)	2,91 (± 0,0)

LIOFILIZAÇÃO					
Experimentos	TPC	TFC	TA	AA	Umidade(%)
1	125,70 (± 13,64)	0,53 (± 0,04)	2282,68 (± 93,56)	0,96 (± 0,0)	73,38 (± 1,50)
2	165,18 (± 8,12)	1,13 (± 0,06)	2345,84 (± 62,19)	0,59 (± 0,12)	68,31 (± 0,44)
3	174,26 (± 11,74)	1,46 (± 0,16)	2450,61 (± 127,14)	0,46 (± 0,08)	61,44 (± 1,29)
4	187,13 (± 20,10)	1,67 (± 0,09)	1657,03 (± 104,35)	0,50 (± 0,11)	52,01 (± 1,19)
5	202,10 (± 20,43)	2,47 (± 0,20)	1430,66 (± 85,47)	0,42 (± 0,06)	24,77 (± 1,14)
6	168,37 (± 9,33)	2,42 (± 0,22)	1730,77 (± 73,09)	0,64 (± 0,10)	6,07 (± 0,18)
7	190,29 (± 9,01)	1,69 (± 0,14)	1750,14 (± 35,21)	0,45 (± 0,07)	5,85 (± 0,25)
8	180,82 (± 8,74)	1,56 (± 0,11)	1509,42 (± 40,13)	0,37 (± 0,09)	3,49 (± 0,31)
9	147,01 (± 14,35)	0,64 (± 0,06)	2231,66 (± 70,99)	0,33 (± 0,0)	78,88 (± 0,69)
10	165,19 (± 11,08)	0,73 (± 0,12)	2341,49 (± 104,50)	0,37 (± 0,0)	76,61 (± 1,78)
11	164,05 (± 8,65)	0,98 (± 0,04)	2561,38 (± 87,14)	0,46 (± 0,0)	72,78 (± 0,07)
12	154,06 (± 10,29)	1,09 (± 0,09)	2068,66 (± 87,79)	0,41 (± 0,0)	62,83 (± 1,11)
13	142,71 (± 4,77)	1,52 (± 0,05)	1759,91 (± 38,15)	0,40 (± 0,0)	47,66 (± 1,23)
14	149,43 (± 13,14)	2,42 (± 0,14)	1396,17 (± 61,07)	0,39 (± 0,0)	25,95 (± 1,31)
15	168,22 (± 9,30)	2,03 (± 0,26)	1950,12 (± 70,26)	0,32 (± 0,0)	11,11 (± 0,56)
16	160,77 (± 11,97)	1,83 (± 0,17)	1787,20 (± 61,62)	0,45 (± 0,0)	5,29 (± 0,29)

TEOR DE PECTINA	
Experimentos	Teor de Pectina (%)
P1	41,35 ($\pm 5,24$)
P2	61,94 ($\pm 0,0$)
P3	43,73 ($\pm 0,74$)
P4	40,50 ($\pm 2,15$)
P5	33,34 ($\pm 2,16$)
P6	51,62 ($\pm 0,05$)
P7	29,79 ($\pm 2,09$)
P8	30,41 ($\pm 2,50$)
P9	69,60 ($\pm 0,82$)
P10	50,20 ($\pm 0,48$)
P11	53,18 ($\pm 0,0$)
P12	78,92 ($\pm 1,66$)

APÊNDICE B – ANÁLISE ESTATÍSTICA DAS SUPERFÍCIES DE RESPOSTA

Nesta seção é apresentada a análise estatística das superfícies de resposta obtidas para os teores de compostos bioativos nas desidratações por ar quente, infravermelho e micro-ondas. Estão representadas as variáveis significativas e os modelos utilizados na construção das superfícies, além de outras informações relevantes. O nível de significância adotado foi de 90% ($\alpha=0,1$).

DESIDRATAÇÃO POR AR QUENTE

TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS (TPC) – Figura 4.4

Temperatura X Tempo

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		154,84	45,60	0,0000
Temperatura	T	5,84	2,16	0,0595
Temperatura ²	T ²	-8,66	-2,43	0,0381
Tempo ²	t ²	7,49	2,11	0,0636
Temperatura x Tempo	T*t	14,08	4,83	0,0009
F (4,9) = 11,4740				

$$TPC = 154,84 + 5,84 * T - 8,66 * T^2 + 7,49 * t^2 + 14,08 * T * t$$

$$R^2 = 0,8360$$

Velocidade X Temperatura

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		157,16	40,60	0,0000
Temperatura	T	15,19	4,42	0,0010
Velocidade ²	V ²	-10,49	-2,70	0,0208
Velocidade x Temperatura	V*T	7,70	1,99	0,0718
F (3,11) = 8,4047				

$$TPC = 157,16 + 15,19 * T - 10,49 * V^2 + 7,70 * V * T$$

$$R^2 = 0,6962$$

TEOR DE FLAVONOIDES TOTAIS (TFC) – Figura 4.6

Temperatura X Tempo

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		2,53	42,28	0,0000
Temperatura	T	0,27	5,46	0,0001
Tempo^2	t ²	-0,20	-3,42	0,0045
F (2,13) = 18,7060				

$$TFC = 2,53 + 0,27 * T - 0,20 * t^2$$

$$R^2 = 0,7421$$

Velocidade X Temperatura

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		2,54	48,50	0,0000
Velocidade	V	0,08	2,00	0,0683
Temperatura	T	0,28	6,28	4,1 x 10 ⁻⁵
Velocidade^2	V ²	-0,22	-4,27	0,0011
F (3,12) = 18,5590				

$$TFC = 2,54 + 0,08 * V + 0,28 * T - 0,22 * V^2$$

$$R^2 = 0,8227$$

ACIDEZ (TA) – Figura 4.8

Temperatura X Tempo

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1392,21	75,67	0,0000
Temperatura^2	T ²	165,12	9,73	2,0 x 10 ⁻⁶
Tempo^2	t ²	-132,49	-7,81	1,5 x 10 ⁻⁵
Temperatura x Tempo	T*t	-44,98	-3,46	0,0061
F (3,10) = 48,3170				

$$TA = 1392,21 + 165,12 * T^2 - 132,49 * t^2 - 44,98 * T * t$$

$$R^2 = 0,9355$$

Velocidade X Temperatura

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1393,91	77,17	0,0000
Velocidade	V	-48,21	-3,70	0,0041
Temperatura	T	37,30	2,52	0,0304
Velocidade^2	V ²	53,78	3,15	0,0104
F (3,10) = 9,8540				

$$TA = 1393,91 - 48,21 * V + 37,30 * T + 53,78 * V^2$$

$$R^2 = 0,7472$$

TEOR DE ÁCIDO ASCÓRBICO (AA) – Figura 4.10

Temperatura X Tempo

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1,05	7,07	6,0 x 10 ⁻⁶
Temperatura	T	0,70	5,48	8,1 x 10 ⁻⁵
Temperatura^2	T ²	0,46	2,92	0,0111
Temperatura x Tempo	T*t	0,38	2,41	0,0302
F (3,14) = 14,7990				

$$AA = 1,05 + 0,70 * T + 0,46 * T^2 + 0,38 * T * t$$

$$R^2 = 0,7603$$

Velocidade X Temperatura

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1,05	6,80	9,0 x 10 ⁻⁶
Velocidade	V	0,28	2,08	0,0568
Temperatura	T	0,70	5,27	0,0001
Temperatura^2	T ²	0,46	2,81	0,0139
F (3,14) = 13,3170				

$$AA = 1,05 + 0,28 * V + 0,70 * T + 0,46 * T^2$$

$$R^2 = 0,7405$$

DESIDRATAÇÃO POR INFRAVERMELHO

(Figura 4.22)

Figura 4.22(a) – TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS (TPC)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		169,16	31,30	0,0000
Temperatura	T	-38,10	-5,25	0,0004
Tempo	t	-13,08	-1,80	0,1017
F (2,10) = 15,4080				

$$TPC = 169,16 - 38,10 * T - 13,08 * t$$

$$R^2 = 0,8704$$

Figura 4.22(b) – TEOR DE FLAVONOIDES TOTAIS (TFC)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1,89	25,27	0,0000
Temperatura	T	-0,30	-3,97	0,0073
Tempo	T	0,16	2,18	0,0722
Temperatura^2	T ²	0,25	3,20	0,0186
Tempo^2	t ²	0,17	2,17	0,0731
Temperatura x Tempo	T*t	-0,43	-3,89	0,0081
F (5,6) = 5,6052				

$$TFC = 1,89 - 0,30 * T + 0,16 * t + 0,25 * T^2 + 0,17 * t^2 - 0,43 * T * t$$

$$R^2 = 0,8237$$

Figura 4.22 (c) – ACIDEZ (TA)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		2076,03	36,14	0,0000
Temperatura	T	-496,55	-8,58	2,6 x 10 ⁻⁵
Tempo	T	-287,22	-4,96	0,0011
Tempo^2	t ²	164,41	2,40	0,0430
Temperatura x Tempo	T*t	217,47	2,80	0,0232
F (4,8) = 27,9590				

$$TA = 2076,03 - 496,55 * T - 287,22 * t + 164,41 * t^2 + 217,47 * T * t$$

$$R^2 = 0,9332$$

Figura 4.22(d) – TEOR DE ÁCIDO ASCÓRBICO (AA)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		2,01	15,06	0,0000
Temperatura	T	0,79	5,87	0,0002
Tempo	t	-0,43	-3,24	0,0102
Temperatura^2	T ²	0,42	2,64	0,0270
F (3,9) = 17,3140				

$$AA = 2,01 + 0,79 * T - 0,43 * t + 0,42 * T^2$$

$$R^2 = 0,8523$$

DESIDRATAÇÃO POR MICRO-ONDAS

(Figura 4.32)

Figura 4.32(a) – TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS (TPC)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		189,43	19,77	0,0000
Potência	P	21,19	2,58	0,0256
Tempo	t	32,94	3,86	0,0027
Potência^2	P ²	-42,69	-3,27	0,0074
F (3,11) = 9,6799				

$$TPC = 189,43 + 21,19 * P + 32,94 * t - 42,69 * P^2$$

$$R^2 = 0,7253$$

Figura 4.32(b) – TEOR DE FLAVONOIDES TOTAIS (TPC)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1,55	15,65	0,0000
Potência	P	0,43	3,17	0,0089
Tempo	t	0,76	5,37	0,0002
F (2,11) = 21,9570				

$$TFC = 1,55 + 0,43 * P + 0,76 * t$$

$$R^2 = 0,7997$$

Figura 4.32(c) – ACIDEZ (TA)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		1850,44	27,46	0,0000
Potência	P	-364,70	-4,04	0,0016
Tempo	t	-470,54	-5,34	0,0002
F (2,12) = 22,2510				

$$TA = 1850,44 - 364,70 * P - 470,54 * t$$

$$R^2 = 0,7876$$

Figura 4.32(d) – TEOR DE ÁCIDO ASCÓRBICO (AA)

Termos Significantes		Parâmetros	t de Student	p
Constante		0,95	6,16	$7,1 \times 10^{-5}$
Tempo	t	1,53	9,89	$1,0 \times 10^{-6}$
Tempo^2	t ²	1,05	4,34	0,0012
F (2,11) = 50,9740				

$$AA = 0,95 + 1,53 * t + 1,05 * t^2$$

$$R^2 = 0,9026$$