

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**

**ESCOLA POLITÉCNICA**



**PQI2000 – TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO II**

**ESTUDO DO PROCESSO DE SECAGEM DA POLPA DE AÇAÍ**  
**POR LIOFILIZAÇÃO E ATOMIZAÇÃO**

**Amanda El-Bachá**

**Rebecca Kim**

**Orientador: Prof. Dr. Jorge A. W. Gut**

**18 de agosto de 2014**

## Sumário

Resumo.....	7
1. Introdução.....	8
1.1. Contexto e Motivação.....	8
1.2. Secagem por Liofilização.....	9
1.2.1. Princípios da Liofilização.....	9
1.2.2. Etapas da Liofilização.....	11
1.2.3. Descrição do Equipamento.....	12
1.2.4. Vantagens e desvantagens.....	14
1.3. Secagem por Atomização.....	15
1.3.1. Câmara de secagem.....	16
1.3.2. Atomização.....	18
1.3.3. Mecanismos de Atomização e Características dos Produtos.....	18
1.3.4. Coletores de Pó.....	19
1.4. Secagem de Açaí: Revisão Bibliográfica.....	19
2. Objetivos.....	22
3. Procedimento Experimental.....	22
3.1. Liofilização.....	22
3.2. Secagem por atomização.....	26
3.3. Densidade do Açaí.....	29
3.4. Atividade da água.....	29
3.5. Umidade residual.....	31
3.6. Testes de Viscosidade.....	32
3.7. Espectrofotometria.....	34
3.8. Microscopia.....	35
3.9. Degustação Qualitativa – Aparência, Sabor e Textura.....	36
4. Resultados e Discussão.....	37
4.1. Adaptação com liofilizador.....	37
4.2. Curva de congelamento.....	41
4.3. Rendimentos dos processos de secagem.....	43
4.3.1. Liofilização.....	43
4.3.2. Atomização.....	43
4.4. Microscopia.....	45

4.5. Umidade residual .....	46
4.5.1. Liofilização .....	47
4.5.2. Atomização .....	48
4.6. Espectrofotometria .....	49
4.7. Atividade da água .....	52
4.8. Viscosidade .....	54
4.9. Degustação Qualitativa – Aparência, Sabor e Textura.....	57
5. Conclusões .....	60
6. Referências Bibliográficas.....	61

## Lista de Figuras

<b>Figura 1</b> – Diagrama de fases da água e os processos de separação. [11] .....	9
<b>Figura 2</b> – Estrutura básica de um liofilizador: (1) Câmara de vácuo; (2) Condensador; (3) sistema de refrigeração; (4) sistema de aquecimento; (5) sistema de vácuo; (6) válvula borboleta de isolamento; (7) bomba de óleo; (8) prateleiras; (9) serpentina; (10) válvula de vácuo do condensador. [9] .....	12
<b>Figura 3</b> – Elementos básicos de um sistema de secagem por atomização.....	16
<b>Figura 4</b> – Tipos de câmara de secagem por atomização [16] .....	17
<b>Figura 5</b> – Fatiador mecânico usado para cortar as frutas com espessura de 5 mm..	23
<b>Figura 6</b> – Polpa de Açaí Médio congelado, da empresa ICEFRUIT, utilizado em todos os experimentos.....	23
<b>Figura 7</b> – Amostra de 200 g de Polpa de Açaí no recipiente de alumínio.....	24
<b>Figura 8</b> – Visão frontal do liofilizador de Stokes. (1) câmara de secagem; (2) indicador de temperatura dos termopares; (3) painel de controle da refrigeração, bomba a vácuo e aquecimento; (4) sistema de refrigeração. ....	25
<b>Figura 9</b> – Visão da parte de trás do liofilizador de Stokes. (1) câmara do condensador; (2) bomba de vácuo; (3) circulação de óleo. ....	25
<b>Figura 10</b> – Peneira utilizada para separar sólidos maiores da polpa de açaí antes de secagem por atomização. ....	27
<b>Figura 11</b> – Equipamento de secagem por atomização APV-ANHYDRO e a parte interna com aspersor superior de um fluido e inferior de dois fluidos. (1) atomizador; (2) recipiente de coleta de amostra; (3) aspersor superior de um fluido; (4) aspersor inferior de dois fluidos. ....	27
<b>Figura 12</b> – Amostra de polpa de açaí ligada à bomba peristáltica que empurra a amostra para dentro do disco do atomizador. ....	28
<b>Figura 13</b> – Medidor de atividade da água. ....	29
<b>Figura 14</b> – Amostras de banana liofilizada (à esquerda) e de maçã liofilizada (à direita).....	30
<b>Figura 15</b> – Amostra de polpa de açaí liofilizada .....	30
<b>Figura 16</b> – Estufa a Vácuo MA 30.....	31
<b>Figura 17</b> – Amostras de maçã (à esquerda), banana (centro) e açaí (à direita) liofilizadas antes da secagem a vácuo. ....	32
<b>Figura 18</b> – Reômetro programável, modelo DV III, Brookfield.....	33
<b>Figura 19</b> – Centrífuga CT 1SRE, da empresa HIMAC. ....	34
<b>Figura 20</b> – Espectrofotômetro UV-2600, UV-VIS SPECTROPHOTOMETER, da empresa SHIMADZU. ....	35
<b>Figura 21</b> – Câmara de luz com as amostras a serem comparadas quanto à aparência. ....	36

<b>Figura 22</b> – Banana (à esquerda) e maçã (à direita) fatiadas antes da liofilização. ....	38
<b>Figura 23</b> – Banana (à esquerda) e maçã (à direita) fatiadas depois da liofilização. ..	38
<b>Figura 24</b> – Coeficiente de reidratação médio da maçã liofilizada ao longo do tempo. .....	40
<b>Figura 25</b> – Curva de congelamento da polpa de açaí. ....	42
<b>Figura 26</b> – Açaí retido no interior do atomizador: fundo do equipamento (à esquerda), paredes superiores (centro) e região do aspensor superior (à direita). ....	44
<b>Figura 27</b> – Fotos obtidas no microscópio ótico das amostras obtidas pela secagem por atomização do açaí: arrastada (à esquerda) e não arrastada (à direita).....	46
<b>Figura 28</b> – Amostras reidratadas a partir da polpa de açaí liofilizada (à direita) e a partir da polpa seca por atomização (centro), e amostra original da polpa de açaí (à esquerda).....	50
<b>Figura 29</b> – Espectro de absorção das soluções diluídas de açaí original, do açaí liofilizado reidratado e do açaí secado por atomização reidratado. ....	51
<b>Figura 30</b> – Teor de umidade e taxa relativa de reação em função da atividade a água. (fonte: <i>Decagon Devices, Inc. Fundamentals of Water Activity. USA, Washington, 2006</i> ).....	53
<b>Figura 31</b> – Viscosidade em função da velocidade de rotação do spindle para amostras de açaí liofilizado com diferentes reidratações (75%, 100% e 125%) e para a polpa de açaí original. ....	55
<b>Figura 32</b> – Viscosidade em função da velocidade de rotação do spindle (sentido de aumento da rotação) para amostras de açaí liofilizado com diferentes reidratações (75%, 100% e 125%) e para a polpa de açaí original. ....	56
<b>Figura 33</b> – Viscosidade em função da velocidade de rotação do spindle (sentido de diminuição da rotação) para amostras de açaí liofilizado com diferentes reidratações (75%, 100% e 125%) e para a polpa de açaí original. ....	56
<b>Figura 34</b> – Sucos preparados a partir do açaí liofilizado (à esquerda) e a partir da polpa original (à direita) utilizados no teste de degustação. ....	58

## **Índice de Tabelas**

<b>Tabela 1</b> – Velocidades de rotação do spindle SC4-18 determinadas para cada amostra.....	33
<b>Tabela 2</b> – Perda de água após secagem por liofilização de maçã e banana fatiadas	38
<b>Tabela 3</b> – Atividade da água em amostras liofilizadas de maçã e banana .....	38
<b>Tabela 4</b> – %Água residual em amostras liofilizadas de maçã e banana.....	39
<b>Tabela 5</b> – Resultados do teste de reidratação da maçã ao longo do tempo.....	40
<b>Tabela 6</b> – Temperatura (T) ao longo do tempo (t) da polpa de açaí no congelamento .....	41
<b>Tabela 7</b> – Rendimento dos ensaios de secagem por liofilização.....	43
<b>Tabela 8</b> – Rendimentos dos ensaios de secagem por atomização. ....	44
<b>Tabela 9</b> – Umidade Residual (%) da polpa de açaí liofilizada .....	47
<b>Tabela 10</b> – Água Residual (%) da polpa de açaí liofilizada. ....	48
<b>Tabela 11</b> – Água Residual (%) da polpa de açaí atomizada.....	48
<b>Tabela 12</b> – Atividade da água para as amostras de cada ensaio de secagem por liofilização e a temperatura da amostra durante a medida. ....	54
<b>Tabela 13</b> – Resultados da degustação em relação à diferença das amostras nas características avaliadas de aparência, sabor e textura. ....	59
<b>Tabela 14</b> – Resultados da degustação em relação à preferência das amostras nas características avaliadas de aparência, sabor e textura. ....	59

## Resumo

A polpa de açaí é um alimento cujo consumo tem crescido no Brasil nos últimos anos e seus benefícios vêm sendo amplamente difundidos, sendo um alimento rico em antioxidantes e em gorduras monoinsaturadas e poliinsaturadas, benéficas para a redução do colesterol ruim. Por esses motivos, acredita-se em seu potencial de exportação, contudo trata-se de um alimento altamente perecível e com grande porcentagem de água em sua composição, encarecendo o transporte. A secagem permite atingir valores de umidade no produto inferiores ao limite para crescimento de microrganismos, além de reduzir a massa e o custo de transporte. Nesse contexto, o presente trabalho propõe o estudo da secagem da polpa de açaí por dois métodos diferentes: liofilização e atomização.

A secagem por liofilização é conhecida por apresentar conservação da estrutura do alimento e por não degradar substâncias termossensíveis, já que ela é realizada sob vácuo e em baixas temperaturas. Isso foi confirmado nos resultados obtidos com este estudo, já que a polpa de açaí liofilizada e reidratada com 100% da água removida durante a secagem apresentou valores de viscosidade e espectro de absorvância muito semelhantes aos da polpa original, indicando que a textura do produto liofilizado e reidratado é similar à do original e que os corantes naturais não foram degradados durante o processo. Em um teste de degustação qualitativo, constatou-se que o produto liofilizado reidratado foi considerado melhor ou igual ao original com relação ao sabor por 13 pessoas, com relação à textura também por 13 e com relação à aparência por 10 dos 15 participantes.

Já a secagem por atomização é considerada economicamente mais viável que a liofilização, no entanto, por ser operada em altas temperaturas, essa técnica pode apresentar problemas de degradação térmica de alguns compostos ou de perda de voláteis, os quais costumam ser importantes na caracterização de sabor e aroma dos alimentos. Nesse trabalho, devido à escala utilizada e à quantidade de polpa disponível, não foi possível caracterizar o produto desidratado por atomização porque o rendimento do processo foi muito baixo, sendo recuperada no coletor do atomizador uma massa de produto seco 89,4% menor do que aquela obtida no liofilizador com a mesma quantidade de polpa de açaí original.

# 1. Introdução

## 1.1. Contexto e Motivação

O açaí é um fruto típico brasileiro, nativo da Amazônia Oriental [1], de alto valor nutricional, sendo rico em antioxidantes e em ácidos graxos mono e poliinsaturados, importantes na redução do colesterol ruim de baixa densidade [1-3]. O açaí tem sido amplamente consumido e apreciado em todo o Brasil [4, 5] e acredita-se que ele também tenha grande potencial para exportação, contudo, deve-se preocupar com a redução dos custos de transporte e com sua preservação já que ele é conhecido por ser altamente perecível [1]. O processo de secagem apresenta ambas as vantagens. Ao retirar a água, o peso do produto é reduzido e, conseqüentemente, os custos de transporte também diminuem. Outra vantagem do produto seco é sua resistência a contaminações uma vez que a baixa atividade da água não é propícia ao crescimento de microrganismos. Neste contexto, propõe-se a comparação de dois métodos de secagem: liofilização e secagem por atomização.

A liofilização é o processo no qual o produto líquido ou sólido é congelado e submetido a baixas pressões para possibilitar a sublimação do gelo formado. Dessa forma, o gelo dá lugar a poros, mantendo a estrutura do alimento. No final, o produto é levemente aquecido para retirar a água ligada, reduzindo a umidade a níveis abaixo de 2%. [6, 7]

Já a secagem por atomização, também conhecida como “*spray drying*”, utiliza um equipamento que permite a rápida secagem de um fluido (solução ou suspensão) com a formação de um particulado seco pela aspersão do líquido em uma câmara com ar aquecido ou outro agente de secagem. [8]

O método de secagem por atomização é mais barato, porém, como é realizado em temperaturas mais elevadas, pode causar degradação de nutrientes e corantes naturais, provocando mudanças de sabor, cor, textura e valor nutricional do produto reidratado. Já a liofilização é conhecida por retirar maior porcentagem de água do produto e manter as características físicas da



matéria-prima após reidratação, por ser um processo realizado a baixas temperaturas. [7]

## 1.2. Secagem por Liofilização

### 1.2.1. Princípios da Liofilização

A secagem por liofilização consiste na remoção de um solvente de algum alimento ou produto por sublimação, ou seja, o solvente previamente congelado passa diretamente do estado sólido para o estado gasoso, sem passar pelo estado líquido. Para que isso ocorra, são necessárias condições específicas de pressão e temperatura. No caso da água, por exemplo, a sublimação ocorre em condições de pressão e temperatura abaixo do seu ponto triplo ( $T=0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $P=4,58\text{ mmHg}$ ), já que sua fase líquida não ocorre nessa região, Fig. 1. [9-11]

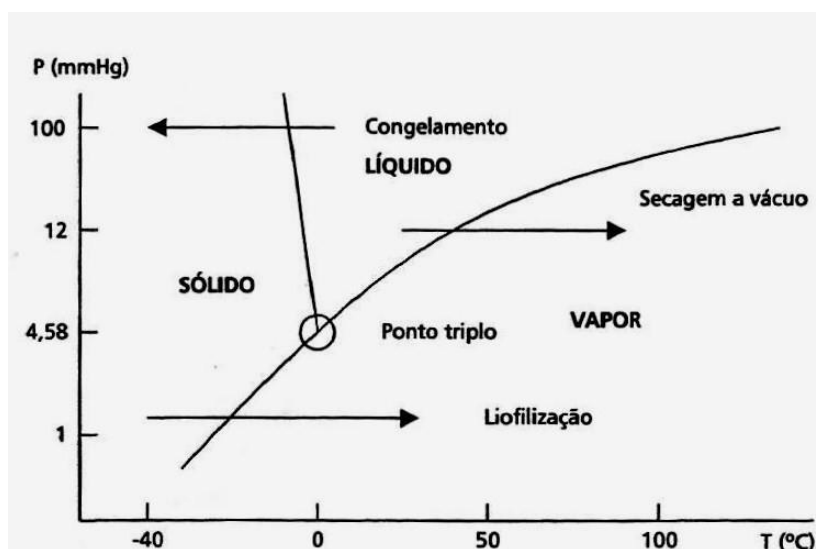


Figura 1 – Diagrama de fases da água e os processos de separação. [11]

Na secagem por liofilização, como nos outros tipos de secagem, ocorrem os processos de transferência de calor e de massa simultaneamente, sendo os gradientes de temperatura e de pressão parcial suas respectivas forças motrizes. A velocidade de secagem é altamente dependente da resistência do produto à transferência de calor e ao fluxo de vapor da frente de sublimação que é definido pelo limite entre a camada seca (já desidratada) e a congelada. [9-11]

À medida que o solvente é sublimado, sua pressão de vapor tende a aumentar, reduzindo a força motriz da transferência de massa. Portanto, na prática, utiliza-se um condensador para reter o solvente novamente na forma sólida e reduzir sua pressão de vapor na câmara de vácuo. [9-11]

O calor latente de sublimação da água é de  $2840 \text{ kJ kg}^{-1}$  e sua transferência pode ocorrer por condução através da camada seca ou da congelada. Nos casos em que a transferência de calor ocorre por condução pela região congelada do produto, pode-se controlar a velocidade desse processo pela espessura do mesmo. Como o calor latente de sublimação é muito alto, quanto menos espesso o produto a ser liofilizado, mais eficiente é o processo de secagem. À medida que a camada congelada do produto diminui ao longo da secagem, a taxa da transferência de calor torna-se mais alta. [9-11]

Quando a transferência de calor ocorre pela camada já seca do produto, sua velocidade depende de muitos fatores além da espessura dessa camada, como da área superficial, a condutividade térmica da camada seca e da diferença de temperatura entre a superfície e a frente de sublimação. Neste caso, a transferência de calor é crítica para a velocidade do processo porque, em geral, a condutividade térmica da camada desidratada é tão baixa quanto a de materiais isolantes. Ao longo da secagem, essa camada seca aumenta em espessura, a resistência ao fluxo térmico também aumenta. Como a temperatura na superfície não pode ser tão alta no caso da secagem de alimentos, o melhor parâmetro a ser controlado é a espessura do produto ou, em alguns casos, sua área superficial. [6,10]

Entretanto, deve haver um compromisso entre velocidade de secagem e conservação das características estruturais do alimento. Durante a etapa de congelamento, é possível controlar o tamanho dos cristais de gelo formados, sendo maiores no caso de congelamentos mais rápidos e vice-versa. Quanto maiores os cristais de gelo, mais rápida é a etapa de secagem, pois os poros formados são maiores e a transferência de massa é facilitada. No entanto, quanto maiores os cristais de gelo formados, maiores são os danos estruturais ao produto. [6,10]

### **1.2.2. Etapas da Liofilização**

A liofilização ocorre geralmente em três etapas: congelamento, secagem primária (sublimação) e secagem secundária.

O congelamento é a primeira etapa de separação da liofilização e influencia significativamente as etapas subsequentes da secagem. Durante esse estágio, o material deve ser resfriado de forma a garantir que a temperatura esteja baixa o suficiente para que ocorra a sublimação do solvente na pressão de operação do liofilizador. A velocidade de congelamento é muito importante nas etapas subsequentes, pois congelamentos rápidos resultam em cristais pequenos, portanto, poros pequenos e numerosos. Já velocidades de congelamento mais lentas levam à formação de poros maiores que facilitam a saída do vapor de água nas etapas de secagem primária e secundária, mas que podem danificar a estrutura do produto. [9,10,12,13]

Após o congelamento do produto, ele é levado à câmara de vácuo do liofilizador mantida em condições de pressão e temperatura do solvente a ser removido, onde ocorrerá a secagem primária que consiste na etapa de sublimação do solvente congelado. É nesta etapa que 80 a 90% da umidade do produto será removida. Como o calor latente de sublimação é muito alto (2,84 MJ/kg de água), devem-se manter as prateleiras suficientemente aquecidas para transferir calor para o produto, mas com temperaturas bem controladas para evitar o dano estrutural ao produto. O produto deve estar completamente congelado, pois se ainda houver solvente na forma líquida, ocorrerá formação de bolhas durante a secagem primária, comprometendo as características estruturais do produto. [9,10,12,13]

A última etapa da liofilização é a secagem secundária que é responsável por remover a umidade residual que fica no produto mesmo após a etapa de sublimação durante a secagem primária (por volta de 15%). Essa água residual está fortemente adsorvida ao substrato sólido (proteínas ou outras macromoléculas), sendo também chamada de água ligada. Essa última etapa de secagem é fundamental para que o produto atinja valores finais de umidade suficientes para que não haja atividade microbiana (em geral abaixo de 2%). A energia necessária para remover essa umidade residual é maior que na

sublimação e, por isso, as prateleiras são mais aquecidas na parte final do processo, sendo essa etapa bastante demorada e responsável por aproximadamente 40 a 50% do tempo total da liofilização. Como a câmara continua sob vácuo, a temperatura final de aquecimento pode ser amena, de forma a não danificar o produto ou alterar suas propriedades sensoriais. [9,10,12,13]

### 1.2.3. Descrição do Equipamento

Apesar de existirem vários tipos de liofilizadores, com diferentes especificações e para escalas diversas, eles apresentam cinco componentes básicos: câmara de vácuo, bomba de vácuo, condensador, refrigerador e sistema de aquecimento, Fig. 2.

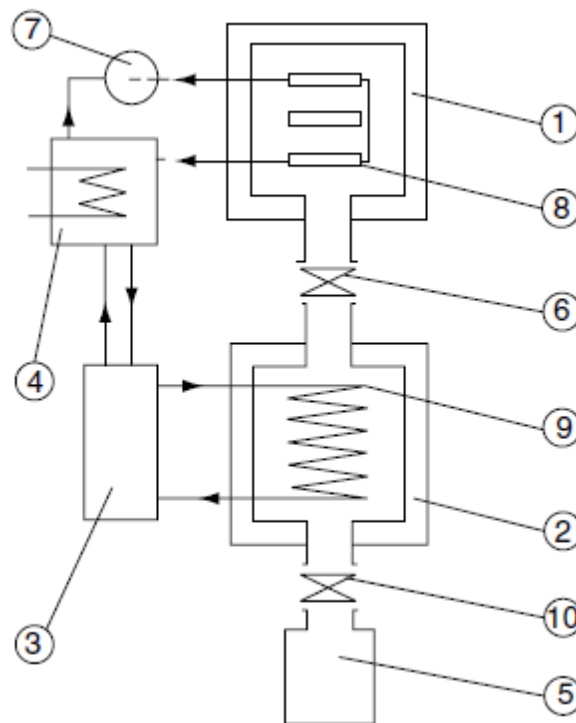


Figura 2 – Estrutura básica de um liofilizador: (1) Câmara de vácuo; (2) Condensador; (3) sistema de refrigeração; (4) sistema de aquecimento; (5) sistema de vácuo; (6) válvula borboleta de isolamento; (7) bomba de óleo; (8) prateleiras; (9) serpentina; (10) válvula de vácuo do condensador. [9]

A câmara de vácuo (1) é o local onde o produto ou alimento fica contido durante o processo de liofilização. Ela é selada e tem como objetivo manter-se

a baixas pressões. No caso mais comum de liofilizadores em batelada, esta câmara contém prateleiras fixas (8) para suportar as amostras. [6,10]

O condensador (2) contém serpentinas ou placas (9) por onde circula um fluido que é continuamente resfriado pelo sistema de refrigeração (3). Sua função é congelar os vapores do solvente removido da amostra pelo processo de sublimação inversa. Mantendo a pressão de vapor do solvente na superfície do alimento maior que na superfície das placas do condensador, o transporte de massa do solvente torna-se favorável nesse sentido, garantindo a secagem da amostra. O refrigerador (3), além de atuar no condensador, por vezes também pode ser usado no controle de temperatura das prateleiras. [6,10,12]

A bomba de vácuo (5) tem a importante função de remover os vapores não condensáveis do liofilizador e garantir uma pressão de operação abaixo do ponto triplo da água ou de outro solvente, a fim de permitir a secagem em baixas temperaturas por meio da sublimação desse mesmo solvente. Ela conecta-se primeiramente ao condensador (2) e indiretamente à câmara de vácuo (1). [6,10]

A câmara de vácuo (1) é separada do condensador (2) por meio de uma válvula borboleta (6). Dessa forma, primeiro faz-se vácuo no condensador isolado, depois se carrega a câmara de vácuo com a amostra e, por fim, abre-se a válvula borboleta para reduzir o tempo necessário para atingir a mínima pressão na câmara de vácuo. [6,10]

A diferença de temperatura entre a amostra e o condensador pode ser aumentada pelo aquecimento das prateleiras onde estão as amostras. Essa etapa costuma ocorrer no final do processo de secagem para remoção da água ligada (adsorvida) da amostra quando é necessária maior quantidade de energia. Existem diversos tipos de sistema de aquecimento, sendo eles por condução, radiação infravermelha ou microondas. No caso do aquecimento por condução, as prateleiras são aquecidas por resistências elétricas ou por um fluido circulante em seu interior (4, 7, 8). Os aquecedores por radiação infravermelha costumam ser dispostos acima e abaixo das bandejas, garantindo um aquecimento mais uniforme e uma secagem mais constante. Muitas vezes utiliza-se uma combinação de aquecedores por condução na

parte inferior e por radiação na parte superior da amostra. Os aquecedores por microondas podem reduzir o problema da condução de calor através do produto, acelerando a velocidade do processo, já que o calor passa a ser produzido no interior do produto, independentemente de sua espessura. Contudo, esse tipo de aquecimento ainda não é muito usado porque apresentam pouca homogeneidade, dificultando o seu controle. [6,10]

#### **1.2.4. Vantagens e desvantagens**

A liofilização apresenta vantagens importantes como a manutenção da estrutura e aspecto do alimento, evita a degradação de substâncias termossensíveis, ajudando na manutenção de cor, sabor e aroma do alimento, o processo de sublimação permite a formação de poros que são rapidamente reidratados, a umidade residual e atividade da água são baixas, evitando o crescimento de microorganismos e aumentando o período de conservação do alimento. Contudo, o processo apresenta elevado custo porque requer pressões muito baixas e possui durações muito altas. Este processo costuma ser lento porque a baixas pressões e devido à estrutura porosa do produto, as transferências de calor e massa são bastante prejudicadas. [9,14]

Além disso, outra contribuição para o aumento do custo é a necessidade de embalagens bem vedadas, a vácuo ou com gás inerte como nitrogênio, sem água ou oxigênio, a fim de evitar reações de oxidação lipídica e a absorção de água pelo produto liofilizado que é altamente higroscópico. [9,14]

Portanto, a qualidade do produto final liofilizado é muito alta, mas este processo só pode ser aplicado para produtos de alto valor agregado como fármacos, conservação de células que devem permanecer viáveis por longos períodos de tempo, transplantes cirúrgicos, cerâmicas, supercondutores, materiais de documentos históricos e alguns alimentos que não podem ser secados por outros métodos. [9,14]

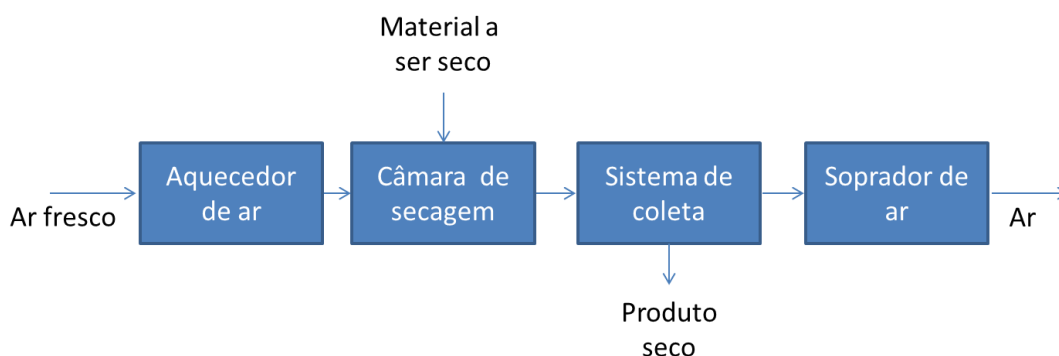
### **1.3. Secagem por Atomização**

Na secagem por atomização, desintegra-se o líquido em pequenas gotas que são deixadas em contato com uma quantidade suficiente de ar quente para fornecer o calor de vaporização da água presente na gota. O produto resultante desse processo consistirá nos sólidos remanescentes da gota e, na maioria dos casos, forma-se um pó fino.

O processo mecânico de secagem por atomização é relativamente simples e por isso, na maioria dos casos, é substancialmente menos caro quando comparado com vários processos de desidratação para alimentos líquidos, como a liofilização, secagem a vácuo ou por microondas. Este processo já é usado há muitos anos para a secagem de leite, café instantâneo e chá. Também pode ser usado para secagem de sopas, purês, ovos e várias outras matérias em forma líquida com alta viscosidade. Porém, o ramo alimentício compõe somente uma fração pequena de materiais que podem ser secos via atomização. A técnica pode ser empregada para secagem de detergentes em pó, pigmentos e produtos farmacêuticos, porém, distintamente desses demais produtos, os alimentos devem preservar qualidades específicas que tornam sua comercialização possível, tal como, retenção do valor nutricional, do sabor, do aroma, da cor e da densidade de “bulk”, baixa aglomeração do produto e estabilidade durante estocagem. [15]

A secagem por atomização pode ser preferível em relação aos outros métodos de secagem por diferentes razões, geralmente quando se deseja conservar a qualidade do alimento. Para alguns materiais, não há método de secagem que produza um produto satisfatório a um custo aceitável. Materiais que são facilmente danificados por calor ou oxidação podem, frequentemente, ser feitos de forma aceitável com um secador por atomização apropriado, com dimensões e tempos de residência adequados. Alguns alimentos, quando secos, formam pós higroscópicos ou termoplásticos, porém esses problemas podem ser resolvidos injetando uma corrente de ar frio ou seco, conforme for necessário. [16]

O produto formado pelo secador é relativamente grosso e uniforme em tamanho de partículas para que ele se dissolva facilmente em água. Os elementos básicos de um sistema de secagem de atomização podem ser visto na Fig. 3.



**Figura 3 – Elementos básicos de um sistema de secagem por atomização.**

O ar pode ser aquecido por combustão direta do gás ou óleo combustível, ou aquecido indiretamente através de um trocador de calor. Aquecimento indireto é frequentemente usado na indústria alimentícia para evitar contaminação do alimento com cinzas ou elementos estranhos que poderiam interferir na qualidade do alimento. [16]

### **1.3.1. Câmara de secagem**

A função principal da câmara de secagem é fornecer uma mistura ótima entre o ar quente e as gotas finamente dispersas do material a ser seco de tal forma que a secagem ocorra adequadamente e que as partículas secas possuam as características desejáveis. A câmara possui diversas formas e pode possuir um padrão de escoamento relativamente simples ou muito complexo, tanto para o ar quente quanto para as gotas.

É possível classificar as câmaras de secagem quanto ao formato, o sentido das correntes de ar e do material a ser seco e a localização da entrada. E os tipos são:

- (1) Horizontal e co-corrente;



- (2) Vertical simples – co-corrente para baixo:
  - a. O fluxo de ar desce em uma corrente diretamente;
  - b. O fluxo de ar desce fazendo um movimento rotatório;
- (3) Vertical complexo: fluxo co-corrente para baixo, separado ou mistura;
- (4) Vertical para cima e co-corrente;
- (5) Vertical contra-corrente.

Esquemas desses arranjos podem ser vistos na Fig. 4. Muitos outros arranjos podem ser encontrados, particularmente quando os fluxos são misturados.

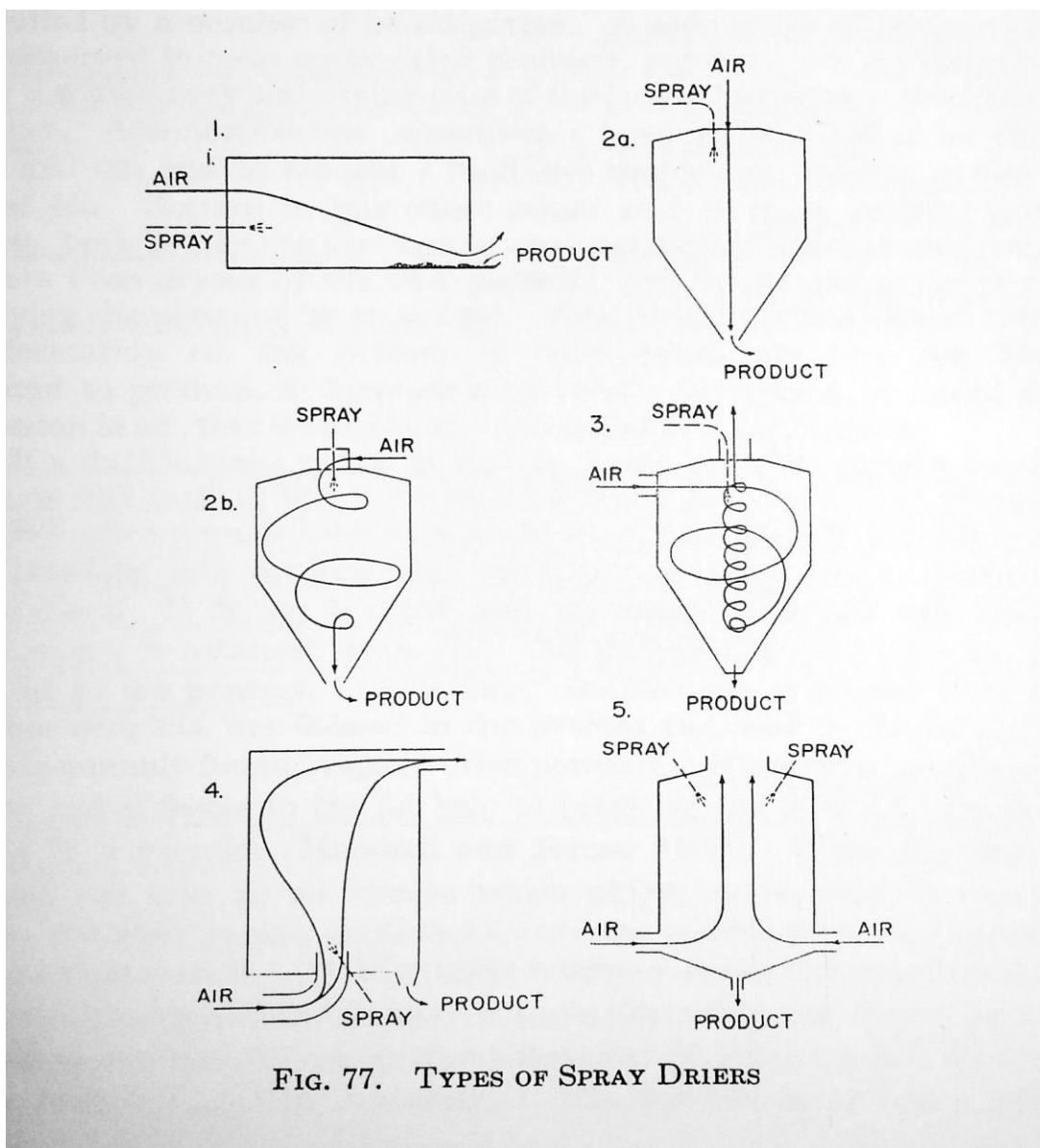


FIG. 77. TYPES OF SPRAY DRIERS

Figura 4 – Tipos de câmara de secagem por atomização [16]

### **1.3.2. Atomização**

Somente três sistemas possuem uso extensivo para dispersão do material a ser seco em gotas no ar quente. Eles são:

- (1) Cabeças de spray à pressão;
- (2) Bocais de dois líquidos;
- (3) Atomizadores centrífugos.

O tipo “cabeças de spray à pressão” é projetado para usar energia do fluido em alta pressão para dispersar o mesmo em gotas. A cabeça é basicamente um pequeno orifício imediatamente precedido de um núcleo interno que transmite um movimento de rotação para o fluido.

O tipo “bocais de dois líquidos” são aqueles que utilizam a energia de uma corrente de um fluido auxiliar para atomizar o material sendo alimentado no secador. A corrente auxiliar pode ser ar comprimido ou, menos comumente, vapor. As pressões de operação com o bocal de dois fluidos são baixas. Esse atomizador possui a desvantagem de produzir uma faixa larga de tamanho de gotas e não é um sistema aceitável para alguns tipos de produtos.

Os atomizadores centrífugos usam a força centrífuga de um sistema rotatório para prover a maioria da energia necessária para atomizar o material a ser seco. Estes atomizadores podem variar em velocidade de rotação e tamanho do atomizador. [16]

### **1.3.3. Mecanismos de Atomização e Características dos Produtos**

A maioria dos produtos obtidos pela secagem por atomização possuem uma faixa larga de tamanho de partículas, ainda que o tamanho da partícula dependa da trajetória, do tempo de secagem na câmara e o tamanho da gota dispersa. Investiga-se a melhor forma de dispersar as gotas para que sejam uniformes em tamanho. Quanto mais uniforme o produto é em tamanho e características, melhor avaliada é a qualidade da secagem realizada.

Se o fluido sai do bocal em fluxo laminar ou viscoso, a tensão superficial tenderá a quebrar o jato em gotas. Se a secagem for rápida e a gota tornar-se rígida antes da esfericidade ser obtida, partículas com formato de disco ou cilindros serão encontrados no produto. Se o fluido estiver em fluxo turbulento, forças radiais no jato ajudarão a quebrar o fluido em gotas, mesmo no vácuo. [16]

#### **1.3.4. Coletores de Pó**

O sistema de coleta de produto pode variar muito entre cada fabricante e é essencial para o cálculo dos custos de manutenção e operação. Se o pó é carregado pelo sistema de exaustão da corrente de ar, há perda no produto, afetando diretamente nos custos de operação.

Os mais comuns são: câmara de decantação, coletor via ciclone e o filtro de mangas. Na câmara de decantação, o pó se separa da corrente de ar quando este muda de velocidade ou direção. Quando o coletor via ciclone é utilizado, o secador possui formato de cone em que a corrente de ar entra tangenciando e girando no topo, indo para baixo e depois, reverte a direção para sair pelo topo. O pó é jogado para as paredes do secador devido à força centrífuga gerada pelo movimento rotatório do ar e depois escorrega até o fundo. No tipo filtro de mangas, o ar que geralmente está saindo de outro tipo de coletor, passa por um filtro para remover o pó remanescente. Quanto mais filtros estiverem em paralelo, maior será a recuperação do produto. [16]

#### **1.4. Secagem de Açaí: Revisão Bibliográfica**

A polpa de açaí é conhecida por ser rica em nutrientes e antioxidantes, mas também por ser altamente perecível, tendo já sido alvo de muitas pesquisas no campo de secagem e armazenagem com objetivo de aumentar o tempo de prateleira desse produto. Menezes et al. e Schauss et al. publicaram estudos sobre a composição de nutrientes da polpa de açaí liofilizada.

Segundo Menezes, a polpa de açaí liofilizada na forma de pó é um alimento altamente calórico (489 Kcal/100g), com 40,8% de lipídeos (maioria ácidos oleico e palmítico), 42,5% de carboidratos e 8,1% de proteínas, sendo também rico em potássio e cálcio, tendo concluído que a liofilização é uma excelente alternativa de conservação da polpa [3]. Schauss também reportou predominância dos ácidos oleico e palmítico no açaí liofilizado, um teor similar de proteínas (7,6%) e publicou o teor de alguns antioxidantes como as antocianinas (3,2 mg/g de peso seco), proantocianidinas (12,9 mg/g de peso seco, além de outros flavonoides [17].

Pavan et al. estudou e comparou três métodos de secagem da polpa de açaí: liofilização, janela de refractância e por meio de ar quente. Seu trabalho concluiu que todos os três métodos produziram amostras com baixo teor de umidade, portanto também com baixos valores de atividade da água e relativamente boa estabilidade dos produtos durante armazenamento. O teor de umidade em base úmida (%w) e atividade da água ( $a_w$ ) foram maiores para a secagem por janela de refractância (%w=2,19%;  $a_w=0,240$ ), seguido pela liofilização (%w=1,55%;  $a_w=0,196$ ) e pela secagem com ar quente (%w=1,36%;  $a_w=0,119$ ). Com relação à retenção de antocianinas e do poder antioxidante da fruta, Pavan concluiu que a liofilização era o melhor método de secagem dentre os três testados, com concentrações semelhantes ao do suco fresco, sendo seguida pela janela de refractância e pelo uso de ar quente. Também observou-se por termogramas que as frações de óleo nos produtos secos de açaí são líquidas à temperatura ambiente, aumentando sua mobilidade e deixando-as mais suscetíveis a reações de degradação. [18, 19]

Tonon et al. estudou a secagem da polpa de açaí por atomização utilizando diferentes agentes carreadores (maltodextrina 10DE, maltodextrina 20DE, goma arábica e amido de tapioca), caracterizou fisicoquimicamente e morfologicamente os produtos obtidos e comparou-os com relação à estabilidade das antocianinas e à atividade antioxidante. A pesquisadora afirma que a maior limitação da atomização com relação a outros processos de preservação como a liofilização, é a perda de voláteis (importantes para o aroma e sabor do alimento), além de ser importante tomar cuidado com as temperaturas de entrada e saída do processo para evitar a degradação de

alguns componentes. Apesar disso tudo, o custo da atomização seria de 30-50 vezes menor que da liofilização. [20, 21]

Segundo Tonon et al., os pós produzidos por atomização teriam ainda problemas com relação à viscosidade e alta higroscopicidade, devido às baixas temperaturas de transição vítrea de açúcares e ácidos de baixo peso molecular. Esses problemas poderiam ser resolvidos pela adição de agentes carreadores que aumentam a temperatura de transição vítrea e protegem alimentos ou ingredientes sensíveis, aumentando sua estabilidade. A pesquisadora realizou a secagem por atomização em um equipamento de escala laboratorial, com bocal de 1,5mm de diâmetro, câmara principal de spray de 500 mm x 215 mm, com vazão de ar quente de  $73 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$  (entrada a  $140 \text{ }^\circ\text{C}$  e saída a  $78 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e compressor de 0,06 MPa. A vazão de alimentação foi de  $15 \text{ g min}^{-1}$ . Foi concluído que todas as amostras apresentaram baixo teor de umidade (2,4 – 3,0%) e atividade da água abaixo de 0,3. As amostras com maltodextrina 20DE e goma arábica foram as mais higroscópicas e com menores diâmetros. Já a maltodextrina 10DE foi a que apresentou melhor proteção aos pigmentos, com maiores valores de meia-vida das antocianinas e maior atividade antioxidante. [20, 21]

Um estudo comparativo entre a liofilização e a secagem por atomização foi publicado para a polpa de juçara, um fruto muito similar ao açaí, por Paula da Silva. A atomização foi realizada com corrente de ar quente a  $215 \text{ }^\circ\text{C}$  na entrada e  $81 \text{ }^\circ\text{C}$  na saída. Ela afirma que a similaridade no sabor da polpa e por se tratar de espécies do mesmo gênero, pode-se usar como referência para a polpa de juçara a já estudada composição nutricional do açaí. A autora afirma que os teores de antocianinas e compostos fenólicos não variaram com relação aos dois tipos de secagem, porém seus resultados mostram maior teor de compostos fenólicos e de antocianinas nas amostras liofilizadas para o período mais curto de armazenagem de 1 dia, com um aumento inexplicado desses parâmetros nas amostras atomizadas em períodos mais longos de armazenagem (30, 60, 90 e 120 dias). [22]

Comparando seus resultados de teor de umidade (%w) e de atividade da água ( $a_w$ ), é possível perceber que as amostras liofilizadas da polpa de juçara

apresentaram valores menores desses parâmetros ( $\%w=0,5$  a  $0,7\%$ ;  $a_w=0,16$ ) que as amostras atomizadas ( $\%w=3,2\%$ ;  $a_w=0,37$ ) com 1 dia de armazenagem, porém esses valores tendiam a se igualar entre as amostras a partir de 60 dias de armazenagem. Contudo, nos resultados apresentados, houve uma redução inexplicada no teor médio de umidade de todos os tipos de amostras de 90 dias para 120 dias de armazenagem, quando seria esperado o contrário, ou seja, um aumento na umidade com o aumento do tempo de armazenagem. [22]

No teste hedônico desse mesmo trabalho, não houve diferença estatística entre os tipos de secagem com relação aos atributos testados (sabor, aroma, aparência, textura, cor, impressão global), mas na totalidade dos atributos, a amostra liofilizada apresentou valores médios acima dos obtidos pela atomizada. A autora concluiu que os dois processos conferiram ao produto qualidade satisfatória e conservação durante 120 dias em temperatura ambiente e ao abrigo da luz. [22]

## **2. Objetivos**

Comparar o processo de secagem da polpa de açaí utilizando os métodos de liofilização e secagem por atomização e avaliar as características do produto original, seco e reidratado.

## **3. Procedimento Experimental**

### **3.1. Liofilização**

A primeira etapa da liofilização consiste em preparar as amostras para serem congeladas. No experimento de adaptação com o equipamento, as frutas utilizadas (maçã e banana) foram lavadas e, em seguida, cortadas em fatias de 5 mm de espessura com um fatiador mecânico, Fig. 5. Depois as fatias foram dispostas uniformemente em uma bandeja coberta com alumínio,

cuja massa era conhecida. Por fim, pesou-se novamente a bandeja para se ter conhecimento da massa da amostra a ser liofilizada.



Figura 5 – Fatiador mecânico usado para cortar as frutas com espessura de 5 mm.

A polpa de açaí utilizada foi a polpa de açaí médio congelada e pasteurizada, da empresa ICEFRUIT, produzida no Brasil, isento de conservantes, Fig. 6.



Figura 6 – Polpa de Açaí Médio congelado, da empresa ICEFRUIT, utilizado em todos os experimentos.

No caso da polpa de açaí, por se tratar de um fluido, foi necessário montar um recipiente de papel alumínio para que pudéssemos ter o controle da espessura da amostra, devido à sua influência na secagem por liofilização, conforme pode ser visto na Fig. 7. A área adotada do suporte de alumínio foi de 140 cm<sup>2</sup> pra cada 100 g de polpa de açaí. Inicialmente as amostras foram congeladas no freezer de plasma num intervalo de 3h, tempo estimado a partir do estudo de liofilização de iogurte [12]. Utilizou-se um termopar para estimar o tempo necessário para o congelamento e depois reduziu-se o tempo para 1h. A amostra era retirada da geladeira de plasma após atingir de -29°C a -30°C.



**Figura 7 – Amostra de 200 g de Polpa de Açaí no recipiente de alumínio.**

O equipamento utilizado para a secagem por liofilização foi o liofilizador de Stokes que se encontra no Laboratório de Engenharia de Alimentos da Escola Politécnica da USP, mostrado nas Fig.8 e 9.





Figura 8 – Visão frontal do liofilizador de Stokes. (1) câmara de secagem; (2) indicador de temperatura dos termopares; (3) painel de controle da refrigeração, bomba a vácuo e aquecimento; (4) sistema de refrigeração.



Figura 9 – Visão da parte de trás do liofilizador de Stokes. (1) câmara do condensador; (2) bomba de vácuo; (3) circulação de óleo.

Antes de iniciar qualquer operação no liofilizador, verificava-se se todas as suas válvulas estavam devidamente fechadas. Em seguida, ligava-se o sistema de refrigeração e a bomba de vácuo. Particularmente, se o liofilizador ficava muito tempo sem ser operado, a refrigeração desligava após um intervalo de tempo e quando isso acontecia, era necessário reiniciar o sistema de refrigeração. Depois, abria-se lentamente a válvula A da conexão entre a bomba de vácuo e a câmara do condensador. Então, esperava-se de 5 a 10 min para que o condensador se resfriasse e, depois, fechava-se a válvula A. As amostras a serem liofilizadas previamente congeladas eram colocadas na câmara de secagem e a porta fechada. Depois, abria-se a válvula B de conexão entre a câmara de secagem e a câmara do condensador e, por fim, abria-se a válvula A novamente para restabelecer o vácuo. No início da liofilização, a temperatura da câmara era por volta de 20°C.

Após, cerca de 6h de operação, seria necessário ligar o sistema de aquecimento, porém, durante o início das experiências o mesmo encontrava-se em manutenção, por isso ligava-se a circulação de óleo, esperando que o próprio atrito da circulação do óleo ajudasse no aquecimento. A temperatura da câmara antes de ligar a circulação de óleo era em torno de 21°C e da amostra, em torno de 17°C.

Cerca de 20h depois das amostras estarem na câmara de secagem, desligava-se o equipamento, a temperatura medida e as amostras liofilizadas eram recolhidas, pesadas e armazenadas num dessecador de sílica para diminuir o impacto da umidade do ar nas amostras. As temperaturas da câmara e da amostra eram de cerca de 23,6°C.

### **3.2. Secagem por atomização**

Como a polpa de açaí possui muitos sólidos em sua composição, foi necessário realizar uma etapa preliminar de separação dos sólidos maiores pelo uso de uma peneira com tamanho de abertura da malha de 0,297 mm,

Fig. 10. Essa etapa é importante para evitar a obstrução do aspersor no equipamento de secagem por atomização.



Figura 10 – Peneira utilizada para separar sólidos maiores da polpa de açaí antes de secagem por atomização.

O equipamento utilizado para a secagem por atomização foi o APV-ANHYDRO, da empresa Maferp que se encontra no Laboratório de Engenharia de Alimentos da Escola Politécnica da USP, mostrado na Fig. 11.



Figura 11 – Equipamento de secagem por atomização APV-ANHYDRO e a parte interna com aspersor superior de um fluido e inferior de dois fluidos. (1) atomizador; (2) recipiente de coleta de amostra; (3) aspersor superior de um fluido; (4) aspersor inferior de dois fluidos.

A câmara de secagem é vertical simples, co-corrente para baixo, com o fluzo de ar fazendo um leve movimento rotatório, o atomizador é centrífugo e o coletor via ciclone. [23]

Com o atomizador superior dentro do equipamento, ligou-se a potência em 3kW para pré-aquecer todo o equipamento. Tentou-se estabilizar a temperatura em 120°C.

Em seguida, com a bomba peristáltica ligada ao atomizador, colocou-se a amostra da polpa de açaí. Ajustaram-se vazão de produto e temperatura dentro do equipamento para evitar que as gotas dispersas pelo disco atingissem a parede. A cada 20 ou 30 min de operação tomava-se o cuidado de por uma gota de óleo no atomizador, para lubrificação interna. Uma balança e um cronômetro foram utilizados para ajustar a vazão do produto, como pode ser observado na Fig. 12.



**Figura 12 – Amostra de polpa de açaí ligada à bomba peristáltica que empurra a amostra para dentro do disco do atomizador.**

Depois de toda a amostra ter sido secada, desligava-se e batia-se levemente nas paredes do equipamento para desprender a amostra que se encontrava na parede. Por fim, a amostra era recolhida no recipiente designado e armazenado no dessecador com sílica.

### 3.3. Densidade do Açaí

Para determinar a densidade do açaí, utilizaram-se um picnômetro de alumínio, água destilada e polpa de açaí. Pesou-se o picnômetro vazio, com água e com a polpa de açaí.

Considerando que densidade da água é igual a  $1 \text{ g/cm}^3$ , é possível determinar o volume do picnômetro e, por conseguinte, a densidade do açaí.

### 3.4. Atividade da água

As medições de atividade de água foram feitas usando o medidor *Aqualab Activity Meter*, do fabricante *Decagon Devices Inc.*, Fig 13. Através do uso de radiação infravermelha e um sensor interno, o equipamento é capaz de determinar a temperatura de orvalho da amostra e convertê-la em valores de atividade de água.



Figura 13 – Medidor de atividade da água.



Para a medição da atividade da água das frutas, cortou-se a amostra em pedaços pequenos e preencheu-se o frasco de medição, conforme Fig. 14, enquanto para a amostra de polpa de açaí seca somente foi necessário preencher o frasco, conforme Fig. 15.

As amostras foram inseridas no instrumento por uma câmara e selada até que o equilíbrio fosse atingido. Após alguns minutos, o valor da atividade da água foi indicado no visor do equipamento.



**Figura 14 – Amostras de banana liofilizada (à esquerda) e de maçã liofilizada (à direita).**



**Figura 15 – Amostra de polpa de açaí liofilizada**

### 3.5. Umidade residual

A umidade residual é a porcentagem mássica de água que não foi possível remover do alimento durante a secagem. Para sua medição foi realizada uma secagem em estufa a vácuo. Uma amostra de massa conhecida foi colocada em um cadinho de porcelana e mantido por 24 horas, tempo considerado suficiente para secagem total da amostra, dentro da estufa a vácuo MA 030, da empresa Marconi, a 70°C sob pressão entre -150 mmHg e -180 mmHg. A estufa utilizada e as amostras de maçã, banana e açaí liofilizadas podem ser vistas nas Fig 16 e 17. Após a secagem na estufa, as amostras eram pesadas.



Figura 16 – Estufa a Vácuo MA 30.



**Figura 17 – Amostras de maçã (à esquerda), banana (centro) e açai (à direita) liofilizadas antes da secagem a vácuo.**

Usualmente, deve-se fragmentar as amostras de frutas para evitar que haja aprisionamento de água dentro da amostra e dificultando sua secagem, porém, como as amostras permaneceram na estufa por pelo menos 24h, considerou-se desprezível essa influência.

### **3.6. Testes de Viscosidade**

Utilizou-se o reômetro para medir a viscosidade do produto original e do açai reidratado. Os reômetros promovem a deformação por cisalhamento do fluido e, a partir dos valores de tensão de cisalhamento e deformação, calcula-se a sua viscosidade aparente. Para amostras consideradas de baixas viscosidades, podemos usar os reômetros do tipo cilindros coaxiais. A temperatura da amostra foi bem controlada devido à sensibilidade da viscosidade em relação à temperatura.

Neste trabalho foi utilizado o reômetro programável, modelo DV-III, da marca Brookfield que pode ser visto Fig 18.





Figura 18 – Reômetro programável, modelo DV III, Brookfield.

Deve-se primeiramente determinar as condições de operação do equipamento que varia conforme a amostra. Utilizou-se o *spindle SC4-18*, com velocidade de rotação adequada para cada produto de tal forma que o torque exercido ficasse na faixa entre 5% e 100% e a temperatura entre 25°C e 26°C.

Criou-se um programa específico para cada uma das amostras da polpa de açaí original e as reidratações da polpa de açaí liofilizada com 75%, 100% e 125% da água livre removida, conforme pode ser verificado na tabela 1. Dividiu-se o intervalo de operação de velocidade de rotação e mediu-se quatro vezes a viscosidade do produto durante o intervalo de 1 minuto para cada velocidade.

Tabela 1 – Velocidades de rotação do spindle SC4-18 determinadas para cada amostra.

Amostra	Velocidade de rotação (rpm)
Polpa de Açaí Original	40 – 200 / 30 – 200
Polpa de Açaí hidratada - 75%	30 – 200 / 20 – 200
Polpa de Açaí hidratada - 100%	60 – 200
Polpa de Açaí hidratada - 125%	100 – 200

### 3.7. Espectrofotometria

Para determinar se houve ou não degradação da antocionina, analisaram-se os espectros de absorção dos produtos de açaí reidratados com 100% de água removida e comparou-se com a polpa de açaí original.

O pó de açaí liofilizado foi reidratado com 100% da água que perdeu durante o processo de secagem. No caso do pó atomizado, essa quantidade de água foi estimada por não ser possível medi-lo. Para evitar a presença de partículas nas amostras a serem analisadas, elas foram centrifugadas na centrífuga CT 1SRE, da HIMAC, três vezes a 150000 rpm e 20 °C por 5 min, Fig 19. Diluiu-se em 5 partes de água destilada para cada parte de sobrenadante.



Figura 19 – Centrífuga CT 1SRE, da empresa HIMAC.

Utilizaram-se o espectrofotômetro UV-2600, UV-VIS SPECTROPHOTOMETER, da SHIMADZU e uma cubeta de quartzo de 1 cm de caminho óptico, Fig 20.



**Figura 20 – Espectrofotômetro UV-2600, UV-VIS SPECTROPHOTOMETER, da empresa SHIMADZU.**

Os dados de absorção da amostra eram passados para o computador. A cada troca de amostra, lavava-se a face externa com água destilada e secava-se com papel macio. Tomou-se o cuidado de não tocar a face cuja luz iria incidir, para diminuir a interferência de fatores externos como oleosidade ou riscos na superfície da cubeta.

### **3.8. Microscopia**

Utilizou-se um microscópio óptico modelo BX60F-3 da Olympus Optical Co. LTD. para examinar o tamanho de partícula dos pós obtidos na secagem por atomização.

Em uma lâmina de vidro colocou-se a amostra e algumas gotas de óleo mineral para dispersar a amostra. Em seguida colocou-se a lâmina com a amostra sob a lente do microscópio e tiraram-se fotos com aproximação de 10x, 20x e 40x.

### 3.9. Degustação Qualitativa – Aparência, Sabor e Textura

Realizou-se uma degustação qualitativa para testar a diferença de aparência, sabor e textura entre o suco da polpa de açaí original e o suco da polpa de açaí liofilizada reidratada com 100% da água removida.

Para o preparo do suco da polpa original, utilizaram-se três polpas de 300 g, 600 mL de água filtrada e 6 colheres de sopa de açúcar refinado. Para o preparo do suco a partir da polpa liofilizada, utilizaram-se 24,8 g de açaí liofilizado, 875 mL de água filtrada e 6 colheres de sopa de açúcar refinado. Cada colher de sopa contém cerca de 10g de açúcar refinado. Ambos os sucos foram batidos no liquidificador para gerar uma mistura perfeita, e foram mantidos refrigerados e servidos a aproximadamente 7°C.

Marcou-se cada produto com dois números de três algarismos aleatórios para evitar influenciar os avaliadores. O suco a partir do pó de açaí liofilizado era 284 e 592 e o suco a partir da polpa de açaí era 732 e 586.

Para a avaliação de aparência, utilizou-se uma câmara com luz branca para diminuir a interferência da luz externa sobre a aparência do produto, vide Fig 21. Em seguida, era pedido que o avaliador respondesse se havia percebido alguma diferença na aparência, e caso houvesse, qual era a amostra de sua preferência.



Figura 21 – Câmara de luz com as amostras a serem comparadas quanto à aparência.

Para a avaliação de sabor e textura, serviram-se cerca de 50 mL das amostras 284 e 732, ambas a aproximadamente 7 °C. Em seguida, era pedido que o avaliador respondesse se havia percebido diferenças no sabor e na textura, caso houvesse, qual era a amostra de sua preferência.

No total, foram recrutados 15 pessoas não treinadas para degustar as amostras e avaliá-las conforme sua preferência.

## **4. Resultados e Discussão**

### **4.1. Adaptação com liofilizador**

Para uma primeira adaptação com o liofilizador, realizou-se a secagem de de maçã e banana que são frutas comumente liofilizadas para uso comercial, de forma a obter resultados já esperados. As frutas foram cortadas em fatias de aproximadamente 5 mm de espessura em um fatiador mecânico. As imagens com as frutas fatiadas antes e depois da liofilização são mostradas nas Figs. 22 e 23 respectivamente.

Ao comparar a aparência das frutas antes e após a liofilização, é possível perceber que as cores foram um pouco alteradas, pois tanto a banana quanto a maçã ficaram mais esbranquiçadas quando secas. Contudo, a aparência e estrutura das mesmas ficaram muito similar ou intacta após a secagem. Somente a banana apresentou um pequeno achatamento após a liofilização. Essa manutenção da estrutura física dos alimentos após secagem é característico da liofilização, sendo essa uma de suas grandes vantagens.



Figura 22 – Banana (à esquerda) e maçã (à direita) fatiadas antes da liofilização.



Figura 23 – Banana (à esquerda) e maçã (à direita) fatiadas depois da liofilização.

Como parte do treinamento inicial, foram feitos testes de atividade da água e água residual. Os resultados com a perda de água na secagem e os valores de atividade da água e água residual dos produtos liofilizados são mostrados nas tabelas 2, 3 e 4 respectivamente.

Tabela 2 – Perda de água após secagem por liofilização de maçã e banana fatiadas

Produtos	Produto fresco (g)	Produto liofilizado (g)	% mássica de água removida
Maçã	150,9	28,8	80,9%
Banana	95,5	22,3	76,4%

Tabela 3 – Atividade da água em amostras liofilizadas de maçã e banana

Produtos	Amostra	Temperatura (°C)	Atividade da água
Maçã	1	25,1	0,272
	2	24,9	0,248
Banana	1	24,8	0,277
	2	24,5	0,284

Tabela 4 – %Água residual em amostras liofilizadas de maçã e banana

Produtos	Antes da secagem em estufa a vácuo (g)	Após secagem em estufa a vácuo (g)	% mássica de água residual
Maçã	2,1319	2,0986	1,56%
Banana	2,8551	2,7604	3,32%

Pode-se observar que a maçã apresentou maior porcentagem de água removida na liofilização que a banana. O teor de água residual na maçã foi menor que na banana, mas a atividade da água em ambos os produtos foi bastante próxima, com um valor médio ligeiramente menor na maçã. Ambos os produtos foram satisfatoriamente liofilizados, já que atingiram valores de atividade da água abaixo do limite de crescimento biológico. Uma discussão mais detalhada sobre a importância do teste de atividade da água e sua interpretação será feita no item 4.7.

Estudou-se ainda o comportamento da reidratação da maçã liofilizada ao longo do tempo. Com pedaços cortados em quadrados, com aproximadamente 1 cm<sup>2</sup>, mergulhou-se cada pedaço durante um certo período de tempo em água à temperatura ambiente (T = 21,5 °C) e cada pedaço foi secado em papel toalha por 20 s, alternando os lados a cada 5 s. O experimento foi feito em duplicata e as massas antes e após cada reidratação estão na tabela 5, onde também estão os coeficientes de reidratação (RC) que são dados por:

$$RC = \frac{M_r - M_{liof}}{M_0 - M_{liof}} \cdot 100$$

Onde  $M_r$  é a massa da maçã após reidratadação,  $M_{liof}$  é a massa da maçã liofilizada antes da reidratação e  $M_0$  é a massa da maçã antes da liofilização, calculada considerando que a maçã perdeu 80,9% de água durante a liofilização (Tabela 2). A média do coeficiente de reidratação (RC) ao longo do tempo é apresentado no gráfico da Figura 24.



Tabela 5 – Resultados do teste de reidratação da maçã ao longo do tempo

Tempo (s)	Amostra 1			Amostra 2			Média
	Liofilizada (g)	Reidratada (g)	RC (%)	Liofilizada (g)	Reidratada (g)	RC (%)	RC (%)
2	0,1442	0,4139	44,2	0,182	0,4255	31,6	37,9
4	0,1342	0,3595	39,6	0,1267	0,3173	35,5	37,6
6	0,1228	0,3436	42,5	0,1600	0,4388	41,1	41,8
8	0,1668	0,4193	35,7	0,1256	0,3134	35,3	35,5
10	0,1702	0,5507	52,8	0,1196	0,3530	46,1	49,4
20	0,1502	0,4566	48,2	0,1063	0,3281	49,3	48,7
30	0,1377	0,4164	47,8	0,0935	0,3168	56,4	52,1
60	0,1782	0,5304	46,7	0,2520	0,8107	52,3	49,5
450	0,1689	0,5263	50,0	0,1444	0,5196	61,3	55,7
300	0,1771	0,6611	64,5	0,1556	0,4799	49,2	56,9
600	0,2034	0,8436	74,3	0,2044	0,7143	58,9	66,6
1200	0,2810	1,0361	63,4	0,1947	0,9182	87,7	75,6
1800	0,1990	0,8122	72,8	0,1577	0,6033	66,7	69,7

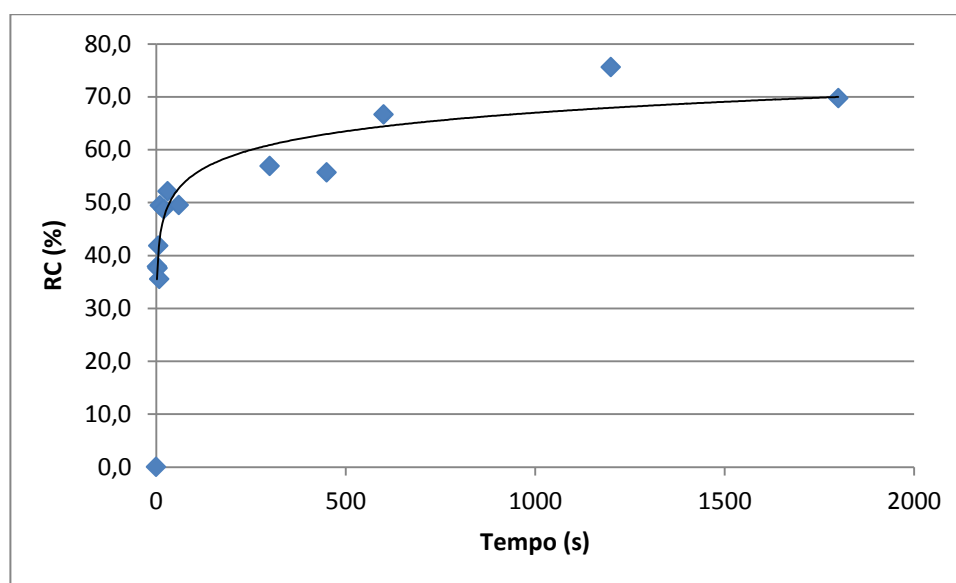


Figura 24 – Coeficiente de reidratação médio da maçã liofilizada ao longo do tempo.

O resultado do teste de reidratação da maçã ao longo do tempo mostrou que a reabsorção de água ocorre mais rapidamente nos primeiros 60 s e depois avança mais lentamente até chegar em um patamar com pouca ou nenhuma variação que foi de aproximadamente 70% de coeficiente de reidratação que é justamente a fração de umidade reabsorvida. Portanto, a água que é reabsorvida pela maçã liofilizada fica abaixo da quantidade de água removida na secagem. Apesar do grande desvio entre os resultados obtidos



para a maçã, esse valor médio limite de RC é coerente com o que já foi reportado em estudos similares da literatura [24].

Entretanto, essa análise de reidratação ao longo do tempo não pode ser realizada com a polpa de açaí liofilizada porque ela forma um produto líquido quando reidratada, sendo essencial para essa técnica que o produto se mantenha sólido e íntegro após a reidratação.

## 4.2. Curva de congelamento

Antes de ser colocada no liofilizador, a polpa de açaí deve ser congelada. Para isso foi usado um freezer de plasma a - 30°C. Inicialmente, utilizou-se um tempo padrão de 3h para garantir que a polpa atingiria o equilíbrio térmico no freezer. Depois, para otimizar o tempo de congelamento, foi feito um acompanhamento da temperatura da polpa ao longo do tempo através de um termopar mergulhado na mesma. Os resultados são apresentados na Tabela 6 e Fig. 25.

Para verificar se o termopar estava calibrado, mediu-se a temperatura de um copo de água à temperatura ambiente com do termopar e com um termômetro de mercúrio. O termômetro de mercúrio mediu 22,0 °C, enquanto termopar indicou 21,6 °C. Como os valores estavam próximos, pode-se confiar na leitura do termopar para levantamento da curva de congelamento da polpa de açaí.

**Tabela 6 – Temperatura (T) ao longo do tempo (t) da polpa de açaí no congelamento**

t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)
0	13,9	15,5	-12	20,5	-20,4	25,3	-25,2	35	-27,4
1	6,5	16	-13	21	-21	26	-25,6	40	-28,6
2	2,6	16,5	-14	21,5	-21,6	26,5	-25,8	45	-28,4
3	1,7	17	-15	22	-22,2	27	-25,9	50	-28,9
4	1,8	17,5	-15,9	22,5	-22,7	27,5	-25,9	55	-29,7
5	1,8	18	-16,8	23	-23,2	28	-25,9	60	-29,1
10	1,6	18,5	-17,7	23,5	-23,6	28,5	-25,8	65	-29,7
14	-8,1	19	-18,4	24	-24,1	29	-25,7	70	-29,2
14,5	-9,6	19,5	-19,1	24,5	-24,5	29,5	-25,6	75	-29,3
15	-10,9	20	-19,8	25	-25	30	-25,5	80	-30

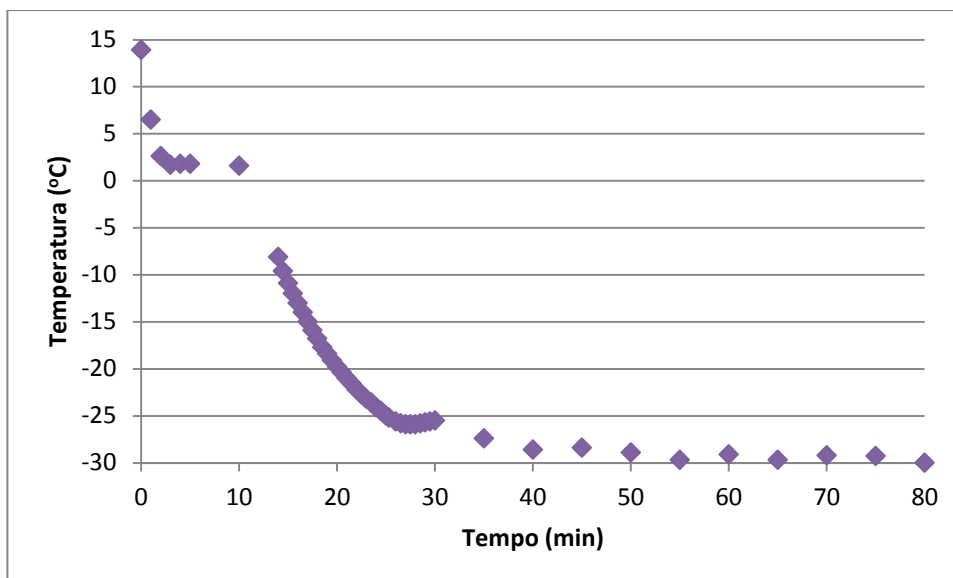


Figura 25 – Curva de congelamento da polpa de açaí.

Pela curva de congelamento, é possível observar que a polpa de açaí passa inicialmente pelo estágio de resfriamento até atingir a temperatura onde inicia-se a cristalização da água, que nesse caso ocorreu em torno de 1,8 °C. Depois a amostra permanece nesse patamar de temperatura por aproximadamente 7 min, correspondendo ao estágio de congelamento, onde a maior parte da água muda de fase, formando gelo.

Em seguida, existe um período de diminuição de temperatura até atingir um novo patamar de temperatura por volta de -25,8 °C que durou aproximadamente 4 min. Como a polpa de açaí constitui um sistema complexo, com sólidos e gotículas de gordura em suspensão na água, esse novo patamar pode corresponder a alguma mudança estrutural da polpa congelada difícil de ser especificada. Depois desse segundo patamar, a temperatura atinge seu mínimo, estando a polpa em equilíbrio térmico com o freezer a -30 °C após um total de 55 min.

Dessa forma, fica garantido que uma polpa de açaí colocada no freezer a uma temperatura igual ou inferior a 13,9 °C atinge o equilíbrio térmico com o freezer a -30 °C em 1 h. Portanto, esse resultado permitiu diminuir o tempo de congelamento da polpa de açaí de 3 h (tempo estimado usado no início do trabalho) para 1 h.

### 4.3. Rendimentos dos processos de secagem

Considerou-se que o rendimento do processo de secagem era igual à massa seca de produto obtido sobre a massa de polpa de açaí utilizada, ou seja, a massa úmida, sendo ambas as massas na mesma unidade de medida.

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{massa seca}}{\text{massa úmida}} * 100$$

#### 4.3.1. Liofilização

Realizaram-se três ensaios de secagem por liofilização e obtiveram-se quatro amostras, as massas seca e úmida e o rendimento são apresentados na tabela 7.

Tabela 7 – Rendimento dos ensaios de secagem por liofilização.

Ensaio	Massa Úmida (g)	Massa Seca (g)	Rendimento (%)
1	94,5	8,9	9,4
2	196,4	16,6	8,5
3	295,9	24,0	8,1
	298,5	24,8	8,3

Embora o rendimento tenha sido baixo, não houve perda de produto nessa secagem, ou seja, é possível assumir que o rendimento máximo da secagem da polpa de açaí é de 8,1% a 9,4%.

#### 4.3.2. Atomização

Realizaram-se dois ensaios de secagem por atomização e em cada ensaio obtiveram-se dois tipos de amostras. Parte do produto foi arrastado e outra parte não foi arrastado, portanto calculou-se dois tipos de rendimentos, o rendimento a partir da massa seca do produto arrastado e o rendimento a partir

da massa seca do produto total, ou seja, o produto arrastado e não arrastado. As massas seca e úmida e os rendimentos são apresentados na tabela 8. Para a pesagem da massa seca do ensaio 2 utilizou-se uma balança analítica, a fim de obter uma precisão maior.

Tabela 8 – Rendimentos dos ensaios de secagem por atomização.

Ensaio	Vazão de entrada (g/min)	Massa Úmida (g)	Massa Seca (g)		Rendimento do Arrastado	Rendimento Total
			Arrastado	Não Arrastado		
1	15,3	183,9	0,6	1,7	0,3%	1,3%
2	3,0	196,0	1,8270	6,3748	0,9%	4,2%

É possível perceber que a diminuição da vazão de entrada da polpa de açaí aumenta ambos os rendimentos do arrastado e o total. Também percebeu-se que o rendimento do produto arrastado da secagem por atomização é cerca de uma ordem de grandeza menor que a esperada, isso porque houve perda do produto nas paredes e no fundo do equipamento, Fig. 26. Considerando que o rendimento da liofilização seja o máximo possível de ser obtido, estima-se que houve a perda de 89,4% da massa seca total que poderia ser coletada na atomização. Considerando a massa seca total, arrastada e não arrastada, houve um aumento considerável do rendimento que se aproximou um pouco mais do rendimento esperado.



Figura 26 – Açaí retido no interior do atomizador: fundo do equipamento (à esquerda), paredes superiores (centro) e região do aspersor superior (à direita).

Pelos resultados reportados na literatura, esperava-se que a partir dessa secagem houvesse viabilidade do produto, o que não foi verificado na escala e condições trabalhadas. Desconfia-se que com o aumento da escala de produção, haveria um aumento do rendimento do produto arrastado. Devido ao baixo rendimento do produto da secagem por atomização, não foi possível realizar a análise de atividade da água e de viscosidade e optou-se por não realizar a degustação qualitativa devido ao não atendimento às boas práticas de fabricação de alimentos no caso da forma de coleta do produto não arrastado que representa maior parte do produto seco.

#### **4.4. Microscopia**

Devido ao comportamento observado no produto da secagem por atomização, visto que parte dele não foi arrastado pela corrente de ar, decidiu-se verificar o tamanho das partículas ou aglomerados de partículas, pois se desconfiou que seu tamanho era a provável causa desse comportamento.

Da Fig. 27, é possível perceber que as partículas do produto que foi arrastado estavam menos aglomeradas e que estes aglomerados possuíam um tamanho médio menor quando comparados com os aglomerados de partículas do produto que não foi arrastado, indicando provavelmente uma condição inadequada de operação do secador. Concluiu-se que devido à diferença de tamanho, os aglomerados maiores não conseguiram ser arrastados pela corrente de ar e remanesceram no fundo do equipamento.

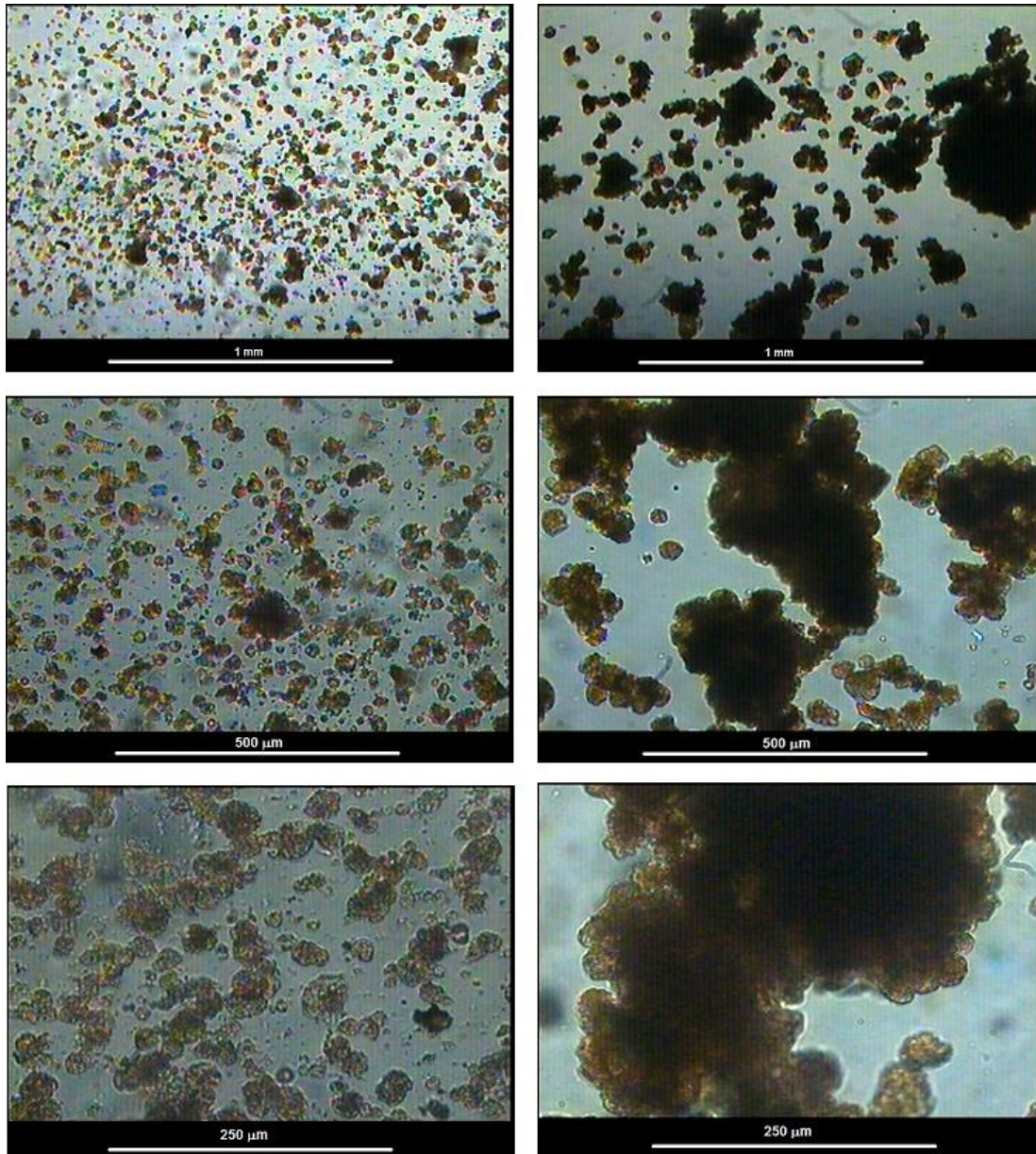


Figura 27 – Fotos obtidas no microscópio ótico das amostras obtidas pela secagem por atomização do açai: arrastada (à esquerda) e não arrastada (à direita).

#### 4.5. Umidade residual

A umidade residual final mostra a quantidade de água que foi evaporada na estufa à vácuo em relação à massa de sólidos secos e corresponde à quantidade que ainda estava na amostra, mesmo após o processo de secagem, e ela pode ser calculada pela seguinte equação:

$$Umidade\ residual_{total}(\%) = \frac{m_{\acute{a}gua\ evaporada}}{m_{\acute{a}gua\ total}} * 100$$

A massa de água total pode ser estimada a partir da equação abaixo:

$$m_{\acute{a}gua\ total} = m_{\acute{a}gua\ evaporada} + \left( \frac{m_{amostra\ seca}}{(100\% - \%perda\ massa)} * (\%perda\ massa) \right)$$

Onde:  $m_{\acute{a}gua\ evaporada}$  corresponde à massa da água perdida durante a secagem na estufa à vácuo, ou seja, a água residual;

$m_{amostra\ seca}$  corresponde à massa seca da amostra após a secagem (por liofilização ou atomização), ou seja, antes de ser inserida na estufa;

$\% perda\ massa$  corresponde à porcentagem de água que foi perdida durante o processo de secagem por liofilização ou atomização.

Calculou-se também a  $\% \acute{a}gua\ residual$ , que é a massa da água residual da amostra sobre a massa seca da amostra após a secagem por liofilização ou atomização, segundo a equação abaixo, para que pudéssemos ter um parâmetro de comparação entre as secagens por liofilização e atomização.

$$\acute{A}gua\ Residual\ (\%) = \frac{m_{\acute{a}gua\ evaporada}}{m_{amostra\ seca}} * 100$$

#### 4.5.1. Liofilização

A umidade residual foi calculada para os produtos obtidos através da secagem por liofilização e estão apresentados na tabela 9. Os valores de água residual são apresentados na tabela 10.

Tabela 9 – Umidade Residual (%) da polpa de açaí liofilizada

Ensaio	Umidade Residual (%)
1	0,228
2	0,343
3	0,301

A média das umidades é de 0,291% e pode ser considerada desprezível, conforme esperado. Esse valor indica que a secagem por liofilização conseguiu retirar a quase totalidade da água presente na amostra.

**Tabela 10 – Água Residual (%) da polpa de açaí liofilizada.**

Ensaio	Água Residual (%)
1	2,20%
2	2,46%
3	3,27%

Os valores desse parâmetro de água residual serão utilizados para comparação com o método de secagem por atomização.

#### **4.5.2. Atomização**

No caso da secagem por atomização, devido à perda de produto nas paredes do equipamento, não foi possível calcular a (% perda massa) do produto da secagem por atomização. Para este caso, utilizou-se o parâmetro da água residual para comparação entre os métodos de secagem por liofilização e atomização. Os valores obtidos são apresentados na tabela 11.

**Tabela 11 – Água Residual (%) da polpa de açaí atomizada.**

Ensaio	Água Residual (%)	
	Arrastado	Não Arrastado
1	Amostra Insuficiente	
2	2,14%	1,79%

Da tabela Y, percebe-se que o primeiro ensaio não gerou amostra suficiente para análise de umidade residual, porém no segundo ensaio foi possível realizar essa análise. Percebe-se que a amostra que permaneceu no fundo do equipamento tinha menos água residual, provavelmente por ter permanecido maior tempo dentro da câmara e, por conseguinte, submetido a altas temperaturas por mais tempo. Entre os dois métodos foi possível



perceber que a %água residual foi similar, indicando que ambas as secagens foram adequadas para remoção da água.

#### **4.6. Espectrofotometria**

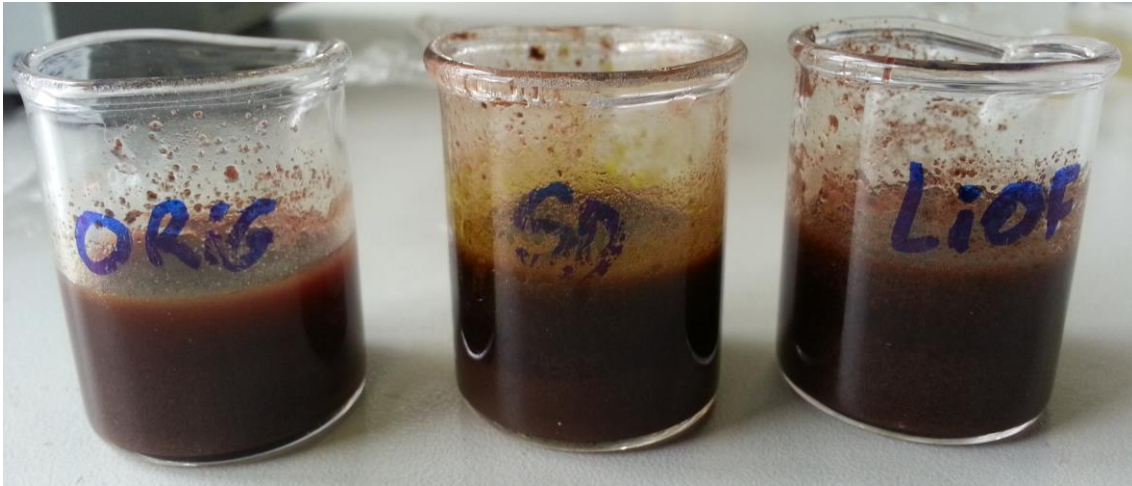
Uma das características marcantes para a aceitação de um produto alimentício é a sua cor. No caso do açaí, sua cor forte arroxeada é marcante e de grande importância que seja mantida após um processo de secagem. Sabe-se que as espécies responsáveis por conferir a cor roxa do açaí são corantes naturais chamados antocianinas e antocianidinas. Contudo, essas espécies são conhecidas por sua sensibilidade ao calor [21]. Portanto, enquanto a liofilização é uma técnica que garante a estabilidade das antocianinas por ser realizada em baixas temperaturas, a secagem por atomização confere um risco de degradação a essas substâncias por ocorrer em altas temperaturas. A degradação das substâncias termossensíveis na secagem por atomização dependerá muito do seu tempo de residência no equipamento.

Um técnica que pode ajudar a comparar o teor de antocianinas nas amostras de açaí é a espectrofotometria. Como a banda de absorção dessas espécies no açaí costuma ficar em torno de 530 nm (região do visível), seria possível identificar algum deslocamento ou diminuição dessa banda de absorção no caso de ter ocorrido sua degradação durante a secagem.

Para os testes de espectrofotometria, o açaí liofilizado foi reidratado com 100% da água removida pela secagem. Já a secagem por atomização não permite um cálculo fácil da umidade removida durante seu processo porque uma parte da massa seca fica retida no atomizador. Dado que os valores de porcentagem água residual nas amostras desidratadas por liofilização e por atomização foram muito baixos e próximos, 3,3% e 1,8% respectivamente, optou-se por reidratar a amostra seca por atomização com a mesma proporção de água da amostra liofilizada (10,8 g de água / g de amostra seca).

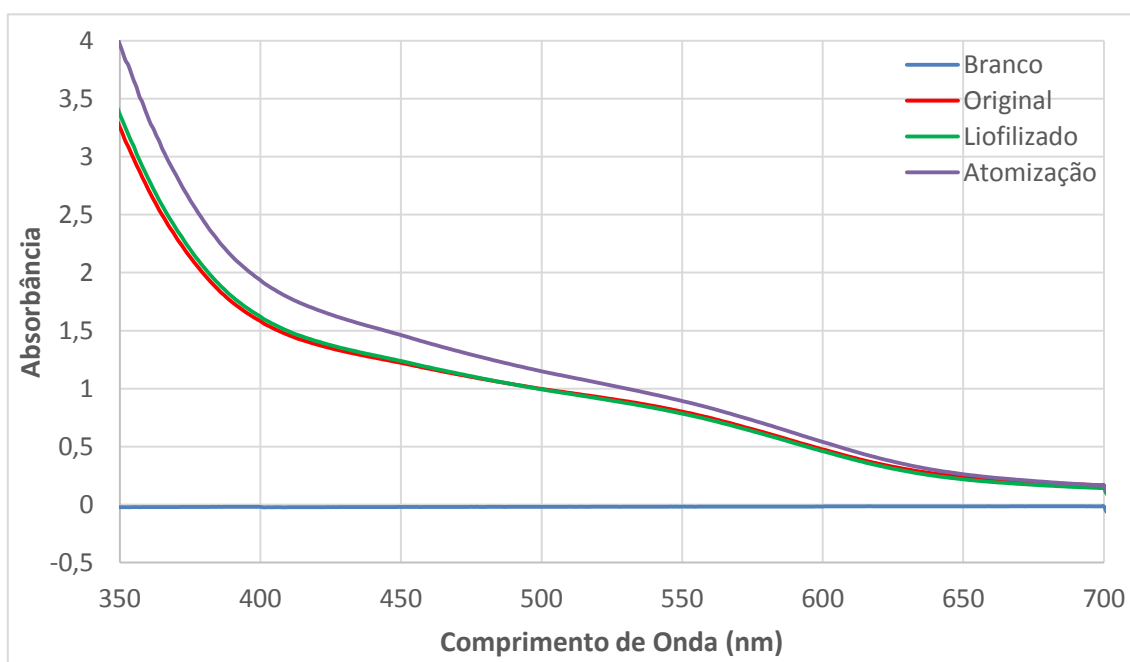
A aparência das amostras reidratadas a partir dos produtos dos dois tipos de secagem e da polpa original pode ser vista na Fig. 28. É possível

observar que a amostra reidratada a partir do produto seco por atomização apresenta uma fase oleosa aderida à parede do béquer, indicando que possivelmente essa emulsão não tenha sido tão estável quanto a polpa original e a polpa reidratada a partir do produto liofilizado que não apresentaram essa fase oleosa.



**Figura 28 – Amostras reidratadas a partir da polpa de açaí liofilizada (à direita) e a partir da polpa seca por atomização (centro), e amostra original da polpa de açaí (à esquerda).**

Após a reidratação, as amostras com polpa de açaí original e com açaí desidratado pelo dois métodos passaram por um processo de centrifugação para remover os sólidos que atrapalhariam na leitura do espectro de absorção. Elas foram três vezes centrifugadas a 150000 rpm e 20 °C por 5 min, separando o sobrenadante do precipitado a cada nova centrifugação. Esse sobrenadante foi diluído em uma proporção de 5 mL de água destilada pra cada 1 mL do sobrenadante. Essa diluição foi a que permitiu melhor visibilidade do espectro de absorção que está apresentado na Figura 29. O branco do espectro foi feito com água destilada.



**Figura 29 – Espectro de absorção das soluções diluídas de açaí original, do açaí liofilizado reidratado e do açaí secado por atomização reidratado.**

Apesar da banda de absorção das antocianinas do açaí não ter ficado tão bem definida, ela ainda assim pode ser identificada na região entre 500 e 550 nm, como era esperado. Essa pouca definição pode indicar um processo de separação pouco eficiente ou também a existência de muitas outras substâncias com absorção em regiões de comprimentos de onda muito próximos, sobrepondo-se à banda da antocianina.

Pode-se observar ainda que os espectros de absorção das amostras liofilizada e original ficaram muito semelhantes, quase superpostos, indicando uma ótima preservação das substâncias opticamente ativas da polpa de açaí. Já o espectro da amostra seca por atomização apresenta absorbância mais alta que o da amostra original, indicando uma maior concentração de antocianinas na primeira do que na segunda. Esse fato só pode ser explicado por uma reidratação da amostra do atomizador abaixo do volume de água que deveria ser adicionado para completar 100% de reidratação de toda água que foi removida durante a secagem. Isso ocorreu porque o volume de água adicionado foi aproximado pela proporção de água na amostra liofilizada, já que a técnica de secagem por atomização não permite o cálculo da umidade

removida. Uma concentração de antocianinas mais alta na amostra do atomizador é razoável já que sua porcentagem de água residual era mais baixa que a da amostra liofilizada, indicando uma maior quantidade de água removida na secagem por atomização que não foi totalmente repostada na reidratação. Isso torna a comparação entre os dois tipos de secagem inviável por meio dos resultados obtidos com a técnica de espectrofotometria.

#### 4.7. Atividade da água

A presença de água é essencial para o desenvolvimento de microrganismos nos alimentos. A água presente nos alimentos pode apresentar-se na forma de molécula livre ou ligada ao substrato. A atividade da água é um dos fatores intrínsecos dos alimentos e é uma medida que possibilita avaliar a disponibilidade da água livre que é suscetível a diversas reações, ao passo que o teor de umidade é uma medida quantitativa de toda a água presente no alimento, inclusive a ligada.

A água livre apresenta-se móvel na solução ou em suspensão e está disponível para as reações físicas, químicas e biológicas, e torna-se a principal responsável pela degradação do alimento. A água ligada está incorporada nas estruturas das macromoléculas (proteínas e açúcares) não podendo ser removida ou utilizada para qualquer tipo de reação.

A atividade da água relaciona à pressão de vapor da água pura e da água presente no sistema segundo a equação abaixo:

$$a_w = \frac{P}{P_0}$$

Onde:  $a_w$  = atividade da água;

$P$  = Pressão de vapor da amostra;

$P_0$  = Pressão de vapor da água pura na mesma temperatura da amostra;

Em temperatura constante, existe uma relação entre  $a_w$  e a umidade relativa de equilíbrio ( $UR_{eq}$ ):

$$a_w = \frac{UR_{eq}}{100}$$

Onde:  $UR_{eq}$  = Umidade relativa de equilíbrio (%).

A partir da medida de atividade da água é possível prever reações de oxidações lipídicas, escurecimento não enzimático, atividade enzimática e desenvolvimento de microrganismos, conforme pode ser observado na Fig. 30.

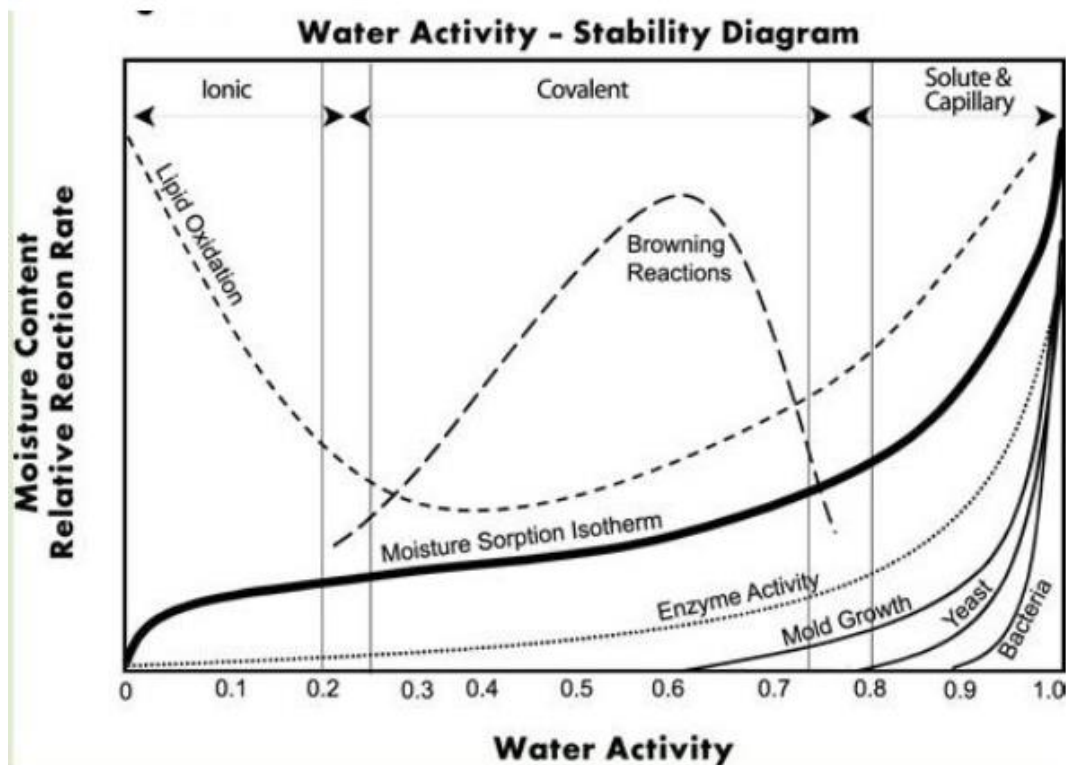


Figura 30 – Teor de umidade e taxa relativa de reação em função da atividade a água. (fonte: Decagon Devices, Inc. *Fundamentals of Water Activity*. USA, Washington, 2006).

Só foi possível medir a atividade da água das amostras liofilizadas e os resultados estão apresentados na Tabela 12. Para o segundo ensaio foi possível medir a atividade da água para duas amostras diferentes. Todas as

medidas foram realizadas logo após a retirada da amostra do liofilizador, exceto para o primeiro ensaio, que foi realizado após 1 semana.

**Tabela 12 – Atividade da água para as amostras de cada ensaio de secagem por liofilização e a temperatura da amostra durante a medida.**

Ensaio	$a_w$	T (°C)
1	0,251	25,1
2	0,164	24,6
	0,17	23,6
3	0,185	25,1

Da Tab. 9 e da Fig. 30 é possível perceber que as amostras encontram-se na faixa ideal que minimiza as reações de oxidação lipídica, reações de escurecimento não enzimático e atividade enzimática além de não desenvolver crescimento de microrganismos, tais como fungos, bactérias e mofo e os valores obtidos são consistentes com os valores obtidos por Pavan et al. ( $a_w=0,196$ ) [19]. Portanto, a secagem alcançou valores suficientemente baixos de atividade da água devido à inibição do crescimento de microrganismos e minimização das reações de degradação.

#### **4.8. Viscosidade**

A viscosidade é uma característica que influencia fortemente na textura e na percepção sensorial de um alimento. Para avaliar a similaridade da textura da polpa de açaí liofilizada após reidratação com a polpa original, foram feitas medidas de viscosidade desses produtos. Foram testadas amostras reidratadas com três diferentes porcentagens da água removida pela liofilização (75%, 100% e 125%) de forma a determinar qual delas se aproxima mais do produto original. Todas as medidas foram feitas em duplicata e todos os resultados são apresentados no gráfico de viscosidade em função da rotação do *spindle*, na Figura 31. O *spindle* utilizado em todas as amostras foi o SC4-18, sua variação de velocidade foi feita nos dois sentidos (aumento e

diminuição) e a temperatura das amostras durante os ensaios variou pouco, ficando sempre entre 20 °C e 21 °C.

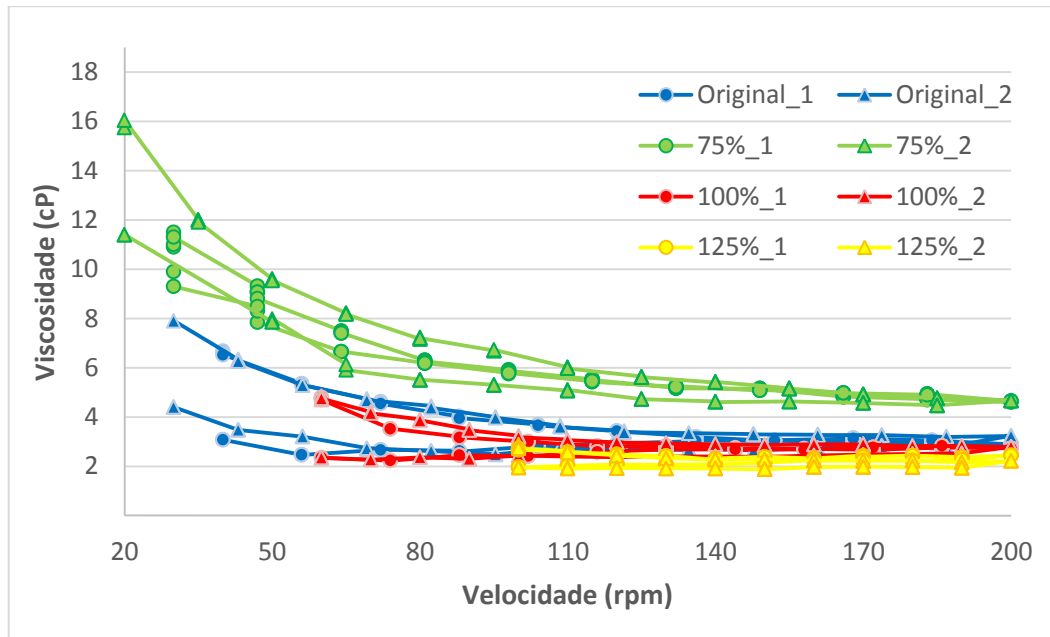


Figura 31 – Viscosidade em função da velocidade de rotação do spindle para amostras de açaí liofilizado com diferentes reidratações (75%, 100% e 125%) e para a polpa de açaí original.

Para facilitar a visualização das curvas, estas foram ampliadas na região de velocidades de rotação entre 100 rpm e 200 rpm, em que todas as amostras puderam ser medidas. Além disso, as curvas foram separadas em dois gráficos, o primeiro com as varreduras feitas no sentido de aumento da velocidade de rotação do *spindle*, Fig. 32, e o segundo com as varreduras no sentido da diminuição dessa rotação, Fig. 33.

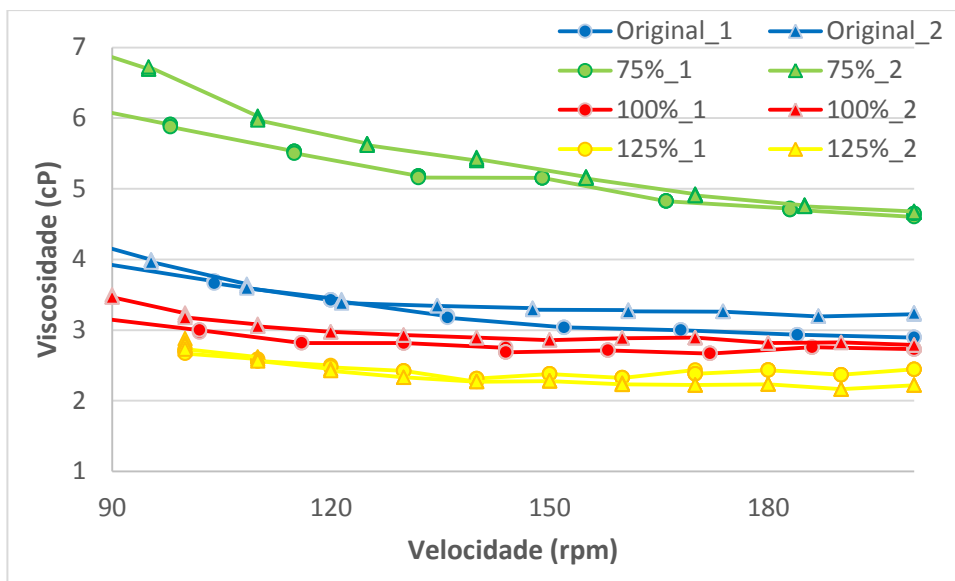


Figura 32 – Viscosidade em função da velocidade de rotação do spindle (sentido de aumento da rotação) para amostras de açaí liofilizado com diferentes reidratações (75%, 100% e 125%) e para a polpa de açaí original.

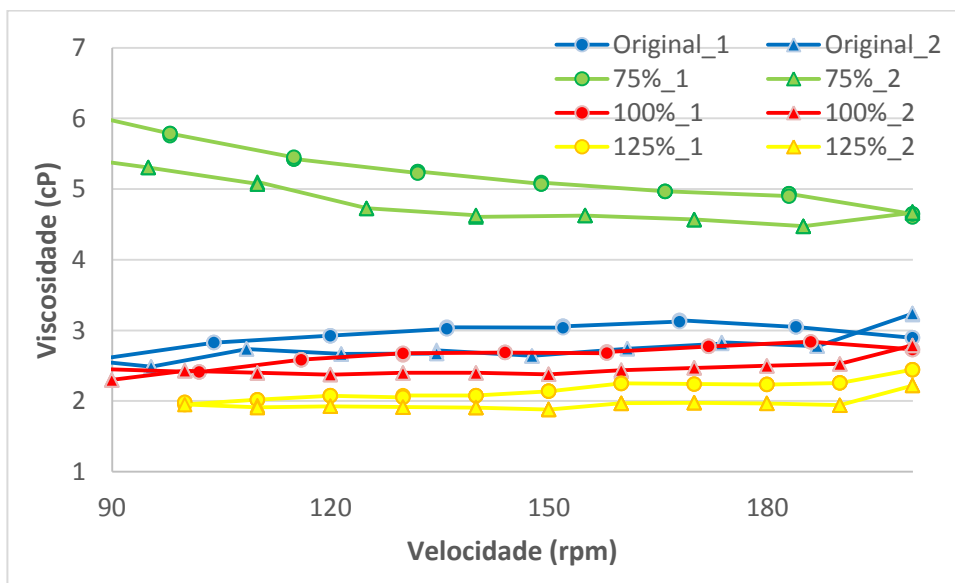


Figura 33 – Viscosidade em função da velocidade de rotação do spindle (sentido de diminuição da rotação) para amostras de açaí liofilizado com diferentes reidratações (75%, 100% e 125%) e para a polpa de açaí original.

Em todas as curvas mostradas, tanto no sentido de aumento quanto no de diminuição da velocidade de rotação, os valores de viscosidade que mais se aproximaram das amostras originais foram das amostras com 100% de reidratação. As amostras com 75% de reidratação apresentaram viscosidades nitidamente superiores às amostras com 100% de reidratação e as originais. Já



as amostras com 125% de reidratação apresentaram valores de viscosidade ligeiramente inferiores aos das amostras 100% reidratadas e originais.

O fato da amostra com 100% de reidratação ter sido a mais próxima da amostra original com relação à viscosidade indica que o processo de liofilização da polpa de açaí foi bem sucedido, já que a água foi removida sem alterar muito a estrutura do produto, mantendo os poros em boas condições para receber novamente a água durante a reidratação. Esse resultado ajudou muito no planejamento da etapa seguinte de degustação do produto, pois determinou que as amostras a serem degustadas seriam reidratadas com 100% da água removida durante a secagem.

#### **4.9. Degustação Qualitativa - Aparência, Sabor e Textura**

A partir da degustação qualitativa foi possível verificar se as pessoas conseguiam sentir a diferença entre as amostras de suco de açaí feito a partir do açaí liofilizado e da polpa original com relação à aparência, sabor e textura. Tomou-se o cuidado de apresentar para cada avaliador um termo de consentimento livre e esclarecido que explicava o escopo do projeto e os ingredientes contidos nas amostras, porém estas não foram diferenciadas para evitar que houvesse influência na avaliação. Por se tratar de uma degustação qualitativa, o estudo foi realizado com poucas pessoas e por isso não há como tirar nenhuma conclusão estatística em relação à análise, somente uma tendência qualitativa. A aparência das amostras de suco utilizadas na degustação podem ser verificadas na Fig. 34.



**Figura 34 – Sucos preparados a partir do açaí liofilizado (à esquerda) e a partir da polpa original (à direita) utilizados no teste de degustação.**

Os resultados obtidos na avaliação de aparência, textura e sabor em relação à diferença e preferência entre amostras podem ser observados nas Tabelas 13 e 14, respectivamente.

**Tabela 13 – Resultados da degustação em relação à diferença das amostras nas características avaliadas de aparência, sabor e textura.**

Característica Avaliada	Diferença			
	Nenhuma	Pouca	Muita	Não Respondido
<b>Aparência</b>	1	10	4	0
<b>Sabor</b>	0	12	2	1
<b>Textura</b>	2	8	4	1

**Tabela 14 – Resultados da degustação em relação à preferência das amostras nas características avaliadas de aparência, sabor e textura.**

Característica Avaliada	Preferência		
	Açaí Liofilizado	Açaí Original	Sem preferência
<b>Aparência</b>	9	5	1
<b>Sabor</b>	13	2	0
<b>Textura</b>	11	2	2

É possível perceber que a maioria dos avaliadores viu pouca diferença entre as amostras e quando era detectada a diferença, a maioria deu preferência à amostra de açaí liofilizado com relação a todas as características analisadas. Portanto, é possível concluir que o produto liofilizado conferiu qualidade igual ou superior quando comparado à polpa de açaí original na opinião da maioria dos avaliadores participantes. Suspeita-se que a formação de menos espuma na superfície do suco feito a partir de açaí liofilizado (Fig. 34) tenha levado os avaliadores a preferir a polpa reconstituída ao suco com polpa original, podendo inclusive haver influência da percepção da aparência sobre o julgamento de sabor e textura já que os participantes não eram degustadores treinados.

## 5. Conclusões

O processo de liofilização apresentou inúmeras vantagens de ordem prática em relação à secagem por atomização para a escala estudada na secagem de polpa de açaí. Enquanto a liofilização não apresentou perda de massa seca durante o processo, a secagem por atomização apresentou uma perda estimada de 89,4% da massa seca total que poderia ser obtida. Além disso, a liofilização não requer nenhum pré-tratamento da polpa além do congelamento, enquanto no atomizador, a polpa precisa ser anteriormente filtrada para remover os particulados maiores que poderiam obstruir o disco do equipamento, gerando mais perdas que não foram quantificadas nesse estudo. A aparência do produto secado por atomização após reidratação era de uma emulsão não estável, ou seja, com uma fase de óleo sobrenadante, enquanto o produto liofilizado quando reidratado parecia bastante estável. Como nesse caso, não houve rendimento suficiente de produto seco por atomização, apesar de sua aplicabilidade e qualidade não poder ser descartada, os demais testes foram realizados apenas com o produto liofilizado.

O açaí liofilizado apresentou uma faixa de 0,23% a 0,34% de umidade residual e de 0,15 a 0,25 de atividade da água, que é uma faixa abaixo do limite de crescimento de microorganismos. Quando reidratado com 100% da água removida, o açaí apresentou valores de viscosidade mais próximos do original que as amostras com 75% e 125% de reidratação. Além disso, o açaí liofilizado e reidratado no teste de degustação foi considerado melhor ou igual ao produto original com relação à aparência por 10 pessoas, com relação ao sabor por 13 e textura por 13 dos 15 participantes. A partir desses resultados, pode-se concluir que a liofilização da polpa de açaí apresentou resultados muito positivos, com um produto de qualidade acima da esperada.

## 6. Referências Bibliográficas

- [1] C. Duarte, “Estudo de Viabilidade Econômica para Produção de Polpa Congelada de Açaí”, <http://www.carlosduarte.ecn.br/projetopolpacongelada.htm> acessado em 01/11/2013 às 19h.
- [2] R. Lichtenthäler et al., “Total oxidant scavenging capacities of *Euterpe oleracea* Mart. (Açaí) fruits”, *Int J Food Sci Nutr* 56(1), 2005, pp. 53.
- [3] E.M.S. Menezes et al., “Valor nutricional da polpa de açaí (*Euterpe oleracea* Mart) liofilizada”, *Acta Amazonica* 38(2), 2008, pp. 311.
- [4] E. Turini, “Conjuntura Mensal: Açaí (fruto) – Período: 01 a 31/03/2013”, Conab:  
[http://www.conab.gov.br/OlalaCMS/uploads/arquivos/13\\_03\\_22\\_16\\_33\\_46\\_aca\\_ifrutomarco2013.pdf](http://www.conab.gov.br/OlalaCMS/uploads/arquivos/13_03_22_16_33_46_aca_ifrutomarco2013.pdf) acessado em 01/11/2013 às 21h.
- [5] G. Cunha, “Informações de Mercado sobre Frutas Tropicais – Açaí”, SEBRAE:  
[http://bis.sebrae.com.br/GestorRepositorio/ARQUIVOS\\_CHRONUS/bds/bds.nsf/21CAF243EF2503FD8325754C0063B27C/\\$File/NT0003DC2E.pdf](http://bis.sebrae.com.br/GestorRepositorio/ARQUIVOS_CHRONUS/bds/bds.nsf/21CAF243EF2503FD8325754C0063B27C/$File/NT0003DC2E.pdf) acessado em 01/11/2013 às 21h.
- [6] P.J. Felloews, “Food Processing Technology: Principles and Practice”, 2nd Edition, 2000.
- [7] D.K. Tressler, W.B. Van Arsel, M.J. Copley, “The freezing Preservation of Foods”, The AVI Publishing Co., Inc., Westport, Connecticut. Vol. 1.
- [8] K. Masters, “Spray drying handbook”, 3rd Edition, 1979.
- [9] A.I. Liapis, R. Bruttini, “Freeze Drying” in Handbook of Industrial Drying - Chap. 11, LLC, 2006, pp. 257.
- [10] L. Garcia, “Liofilização aplicada a alimentos”, Universidade Federal de Pelotas, 2009.
- [11] M. Oetterer, “Fundamentos de ciência e tecnologia de alimentos”, Barueri: Manole, 2006, pp. 664.

- [12] L.A. Higa, “Desenvolvimento de produto liofilizado a base de iogurte para consumo instantâneo”, Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade de São Paulo, 2013.
- [13] P.F. Osako, “Estudo e desenvolvimento de vitamina de iogurte e frutas liofilizada”, Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade de São Paulo, 2012.
- [14] J.S.R. Navas, “Liofilización de Alimentos”, Universidad del Valle, Colômbia, 2006.
- [15] Mujumdar, Arun S., “ Advances in Drying”, Washington: Hemisphere, 1<sup>st</sup> Ed., Vol. III, Cap. 3, pp. 71-73.
- [16] Arsdel, Wallace B. V., Copley, Michael J., “Food Dehydration”, Avi Publishing Co., 1963-1964, Vol. 2, pp. 89-96.
- [17] A.G. Schauss et al., “Phytochemical and Nutrient Composition of the freeze-dried Amazonian palm berry, *Euterpe oleraceae* Mart. (Acai)”, J. Agric. Food Chem. 54, 2008, pp.8598.
- [18] M.A. Pavan, “Effects of freeze drying, refractance window drying and hot-air drying on the quality parameters of acai”, Master Thesis, University of Illinois, Urbana, 2010.
- [19] M.A. Pavan et al., “Water sorption behavior and thermal analysis of freeze-dried, refractance window-dried and hot-air dried acai (*Euterpe oleracea* Martius) juice”, LWT Food Science and Technology 48, 2012, pp. 75.
- [20] R.V. Tonon et al., “Physicochemical and morphological characterization of acai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced with different carrier agents”, International Journal of Food Science and Technology 44, 2009, pp.1950.
- [21] R.V. Tonon et al., “Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) juice produced with different carrier agents”, Food Research International 43, 2010, pp.907.

[22] P.P.M. Silva, “Conservação da polpa de juçara (*Euterpe edulis*) submetida à radiação gama, pasteurização, liofilização e atomização”, Tese de doutorado, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

[23] Manual de Operação: Laboratory Spray Dryer, da empresa APV ANHYDRO A/S.

[24] A. REYES et al., “Comparative Study of Different Process Conditions of Freeze Drying of ‘Murtilla’ Berry”, *Drying Technology: An International Journal* 28 (12), 2010, pp. 1416.