



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
PROCESSOS



ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DESENVOLVIMENTO E TECNOLOGIA DE
MATERIAIS

TESE

OBTENÇÃO DE POLPA MISTA DE SERIGUELA E *Spirulina*
***Platensis* EM PÓ**

ORIENTADO: Álison Bruno Borges de Sousa

ORIENTADORES: Prof. Dr. Mário Eduardo Rangel Moreira Cavalcanti Mata

Prof^ª. Dr^ª. Maria Elita Martins Duarte

Campina Grande-PB

Fevereiro/2018

ALISON BRUNO BORGES DE SOUSA

**OBTENÇÃO DE POLPA MISTA DE SERIGUELA E *Spirulina*
Platensis EM PÓ**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos da Universidade Federal de Campina Grande em cumprimento dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia de Processos.

Campina Grande-PB

Fevereiro/2018

**OBTENÇÃO DE POLPA MISTA DE SERIGUELA E *Spirulina*
Platensis EM PÓ**

BANCA EXAMINADORA

TESE apresentada em 28 de fevereiro de 2018, banca examinadora constituída por:

Prof. Dr. Mário Eduardo Rangel Moreira Cavalcanti Mata
(Orientador –UFCG/CTRN/ UAEAli)

Profª Drª. Maria Elita Martins Duarte
(Orientadora – UFCG/CTRN/ UAEAli)

Dr. Hugo Miguel Lisboa Oliveira
(Examinador Externo– UFCG/CTRN/ UAEAli)

Dr. Matheus Augusto Bittencourt Pasquali
(Examinador Externo– UFCG/CTRN/ UAEAli)

Dr. Renato Fonseca Aragão
Examinador Externo– UFCG/CTRN/ UAEAli)

Drª. Renata Duarte Almeida
(Examinador Externo– UFCG/CTRN/ UAEAli)

Campina Grande-PB

Fevereiro/2018

DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho àqueles que são
minha fortaleza, meus pais, meus irmãos
e minha sobrinha.*

AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco, campus Afogados da Ingazeira, pela oportunidade oferecida a realização do Doutorado.

Ao professor Dr. Mário Eduardo Rangel Moreira Cavancanti Mata, que mesmo sem me conhecer me deu todo o apoio para seleção e orientação neste curso.

À professora Dra. Maria Elita Martins Duarte pelos ensinamentos e auxílio na orientação desta pesquisa.

Aos demais membros da banca Dr. Hugo Lisboa Oliveira, Dr. Matheus Augusto Bittencourt Pasquali, Dr. Renato Fonseca Aragão e Dra. Renata Duarte Almeida pelas contribuições.

À Renata Duarte e Silvana Nazareth pelos ensinamentos, contribuições, força, encorajamento e amizade durante esta caminhada.

À Aline Kelly Pedro de Araújo, por toda ajuda incondicional na pesquisa e principalmente por compartilhar todos os momentos.

À meu pai, Aluízo Mota Ferreira de Sousa, por acreditar e apostar na minha educação como chave para transformação de nossa realidade.

À minha mãe, Lucila Borges de Sousa, por ser uma mulher forte, guerreira e que muito lutou por todos nós com muito amor.

À meus irmãos Diego Borges, Ítalo Borges e Priscila Borges, por todo apoio, compreensão e auxílio nos momentos mais delicados que por ventura aconteceram neste período.

À minha sobrinha Ana Beatriz Nunes Borges, por ser a personificação do amor em nossa família.

Aos meus amigos, que mesmo distantes sempre me deram todo o apoio para que não desistisse dessa caminhada.

A Lucas Brasileiro pela compreensão, dedicação e amor.

Aos espíritos superiores, encarnados ou não, que foram anjos me guiando para esta conquista.

A Deus, por todo amor, misericórdia e compaixão depositados em mim.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	xi
LISTA DE TABELAS	xiii
RESUMO	xv
ABSTRACT	xvi
INTRODUÇÃO GERAL	18
OBJETIVOS.....	20
Objetivo Geral	20
Objetivos Específicos	20
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	20
CAPÍTULO I: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE POLPA MISTA DE SERIGUELA COM <i>Spirulina platensis</i> E DE SUAS FORMULAÇÕES PARA SECAGEM.....	23
1.1 INTRODUÇÃO.....	24
1.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	26
1.2.1 Frutas tropicais.....	26
1.2.2 Seriguela (<i>Spondias purpurea</i> L.).....	27
1.2.3 <i>Spirulina platensis</i>	28
1.2.4 Agente Carreador.....	29
1.2.5 Características físico-químicas	31
1.3 MATERIAL E MÉTODOS.....	33
1.3.1 Obtenção das polpas	33
1.3.2 Demais ingredientes.....	33
1.3.3 Formulações.....	33
1.3.4 Análises físico-químicas	34
1.3.4.1 Teor de água.....	34
1.3.4.2 Cinzas.....	35
1.3.4.3 Acidez total titulável.....	35

1.3.4.4 Sólidos solúveis totais.....	35
1.3.4.5 Relação sólidos solúveis (SS) e acidez titulável (AT) (Ratio).....	35
1.3.4.6 pH.....	35
1.3.4.7 Açúcares totais, redutores e não redutores.....	35
1.3.4.8 Ácido Ascórbico (Vitamina C)	36
1.3.5 Tratamento dos dados	36
1.4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
1.5. CONCLUSÃO.....	41
1.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	42
CAPÍTULO II: COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE POLPA MISTA DE SERIGUELA E <i>Spirulina platensis</i> FORMULADA COM MALTODEXTRINA	51
2.1 INTRODUÇÃO.....	52
2.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	53
2.2.1 Reologia de Produtos Alimentícios	53
2.2.2 Fluidos Newtonianos	54
2.2.3 Fluidos não-Newtonianos	55
2.2.3.1 Fluidos independentes do tempo.....	55
2.2.3.2 Fluidos dependentes do tempo.....	57
2.2.3.3 Viscoelásticos	57
2.2.4 Modelos reológicos.....	57
2.3 MATERIAL E MÉTODOS.....	60
2.3.1 Matéria-prima	60
2.3.2 Formulações.....	60
2.3.3 Comportamento reológico	61
2.3.4 Modelos reológicos.....	61
2.3.5 Energia de ativação.....	62
2.3.6 Análise dos dados	62

2.4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	64
2.5 CONCLUSÕES	78
2.6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79
CAPÍTULO III: CINÉTICA DE CONGELAMENTO DE FORMULAÇÕES PARA OBTENÇÃO DE POLPA DE SERIGUELA E SPIRULINA LIOFILIZADA	84
3.1 INTRODUÇÃO.....	85
3.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	86
3.2.1 Congelamento de alimentos.....	86
3.2.1.1 Congelamento lento	88
3.2.1.2 Congelamento rápido.....	89
3.2.1.3 Congelamento ultra-rápido	90
3.2.2 Cinética de congelamento	91
3.3 MATERIAL E MÉTODOS.....	94
3.3.1 Matéria-prima	94
3.3.2 Formulações.....	94
3.3.3 Cinética de congelamento	95
3.4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	98
3.5 CONCLUSÃO.....	112
3.6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	113
CAPÍTULO IV: CARACTERIZAÇÃO POLPA MISTA DE SERIGUELA COM <i>Spirulina platensis</i> LIOFILIZADA	117
4.1 INTRODUÇÃO.....	118
4.2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	120
4.2.1. Produtos desidratados em pó	120
4.2.2 Liofilização	121
4.3 MATERIAL E MÉTODOS.....	126
4.3.1 Obtenção das polpas	126
4.3.2 Demais ingredientes.....	126

4.3.3 Formulações.....	126
4.3.4 Secagem por Liofilização	127
4.3.5 Análises físico-químicas	127
4.3.5.1 Teor de água.....	128
4.3.5.2 Resíduo mineral fixo.....	128
4.3.5.3 pH.....	128
4.3.5.4 Sólidos solúveis totais.....	128
4.3.5.5 Acidez total titulável.....	128
4.3.5.6 Relação sólidos solúveis e acidez titulável (Ratio).....	129
4.3.5.7 Ácido Ascórbico (Vitamina C).....	129
4.3.5.8 Açúcares totais, redutores e não redutores.....	129
4.3.5.9 Proteínas.....	129
4.3.5.10 Lipídeos	129
4.3.6 Caracterização física dos pós	129
4.3.6.1 Atividade de água	130
4.3.6.2 Higroscopicidade	130
4.3.6.3 Solubilidade	130
4.3.6.4 Densidade aparente	130
4.3.6.5 Densidade compactada	131
4.3.6.6 Fator de Hausner (FH)	131
4.3.6.7 Índice de Carr (IC).....	131
4.3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura	132
4.3.8 Tratamento dos dados	132
4.4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	133
4.5 CONCLUSÃO.....	144
4.6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	145

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Frutos de seriguela (<i>Spondias purpurea</i> L.).....	27
Figura 2.1 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waelle, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela <i>in natura</i> ..	65
Figura 2.2 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waelle, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i>	66
Figura 2.3 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waelle, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M10	66
Figura 2.4 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waelle, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M20	66
Figura 2.5 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waelle, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M30	67
Figura 2.6 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela <i>in natura</i>	69
Figura 2.7 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i>	70
Figura 2.8 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M10	70
Figura 2.9 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M20.....	70
Figura 2.10 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M30	71
Figura 2.11 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela <i>in natura</i>	73

Figura 2.12 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i>	73
Figura 2.13 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M10	74
Figura 2.14 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M20	74
Figura 2.15 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> M30	74
Figura 3.1 Curva de congelamento de polpa de fruta.....	91
Figura 3.2 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i> (Controle)	98
Figura 3.3 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> e 10% de maltodextrina (F1)	102
Figura 3.4 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i> e 20% de maltodextrina (F2)	105
Figura 3.5 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i> e 30% de maltodextrina (F3)	108
Figura 3.6 Difusividade térmica efetiva de polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i> obtida do Modelo de Fourier a) Controle, b) F1, c) F2 e d) F3.....	111
Figura 4.1 Etapas do processo de liofilização..	122
Figura 4.2 Fotomicrografia da polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> liofilizada obtida por microscopia eletrônica com aumento de 500X (a) F1 -25°C, (b) F1 -50 °C, (c) F1 -75 °C, (d) F2 -25°C, (e) F2 -50 °C, (f) F2 -75 °C, (g) F3 -25°C, (h) F2 -50 °C.....	142

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 Formulações de polpa mista de seriguela com <i>Spirulina</i> para secagem por liofilização	34
Tabela 1.2 Resultados das análises físico-químicas de polpa de seriguela (<i>Spondias purpurea</i> L.) in natura e adicionada de <i>Spirulina platensis</i>	37
Tabela 1.3 Resultados das análises físico-químicas de polpa mista de seriguela (<i>Spondias purpurea</i> L.) e <i>Spirulina platensis</i> com diferentes tipos e concentrações de maltodextrina.....	40
Tabela 2.1 Formulações de polpa mista com diferentes concentrações de maltodextrina	61
Tabela 2.2 Modelos matemáticos utilizados para representação dos dados reológicos .	62
Tabela 2.3 Parâmetros do Modelo Ostwald-de-Waele, coeficiente de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e desvio percentual médio (P%) para formulações com diferentes concentrações de maltodextrina da polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i>	68
Tabela 2.4 Parâmetros do Modelo Casson, coeficiente de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e desvio percentual médio (P%) para formulações com diferentes concentrações de maltodextrina da polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i>	72
Tabela 2.5 Parâmetros do Modelo Bingham, coeficiente de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e desvio percentual médio (P%) para formulações com diferentes concentrações de maltodextrina da polpa mista de seriguela e <i>Spirulina platensis</i> em função da velocidade de rotação e temperatura	76
Tabela 2.6 Energia de ativação das formulações de polpa mista de Seriguela com <i>Spirulina</i> e seus respectivos coeficientes de determinação	77
Tabela 3.1 Formulações de polpa mista de seriguela com <i>Spirulina</i> para secagem em camada de espuma	95
Tabela 3.2. Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> in natura (Controle) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C.....	101
Tabela 3.3. Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> com 10 % de maltodextrina (F1) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C.....	104

Tabela 3.4. Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> F2 (+ 20% maltodextrina DE10) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C	107
Tabela 3.5 Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com <i>Spirulina platensis</i> F3 (+ 30% maltodextrina DE10) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C	110
Tabela 4.1 Formulações de polpa mista de seriguela com espirulina para secagem por liofilização	127
Tabela 4.2 Resultados das análises físico-químicas de polpa de seriguela (<i>Spondias purpurea</i> L.) adicionada de <i>Spirulina platensis</i> liofilizada	133
Tabela 4.3 Resultados das análises físicas de polpa de seriguela (<i>Spondias purpurea</i> L.) adicionada de <i>Spirulina platensis</i> liofilizada	139

RESUMO

As condições climáticas da região nordeste do Brasil, favorecem o cultivo de diversas frutíferas, com uma diversidade de frutas nativas e exóticas. A serigueleira, uma frutífera do gênero *Spondias*, é bem adaptada a região semiárida, apresenta fruto de sabor agridoce usualmente consumido *in natura*, com pouca agregação de valor. A *Spirulina* e seus componentes possuem uma diversidade de atividades nutricionais e terapêuticas, utilizada em cosméticos, produtos farmacêuticos, bioenergia e nutrição animal e humana. Esta pesquisa teve o intuito de combinar polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) e *Spirulina platensis*, obtendo-se um produto em pó liofilizado, realizando-se estudos reológicos, de cinética de congelamento e caracterização dos produtos obtidos. Portanto, para melhor organização desta pesquisa, dividiu-se em quatro capítulos. No **primeiro capítulo** foram estudadas as características físico-químicas do fruto (*Spondias purpurea* L.), sua mistura com três por cento de *Spirulina* e de suas formulações contendo diferentes concentrações de maltodextrina; já o **segundo capítulo** tratou de verificar o comportamento deste fluido, através do comportamento reológico de suas formulações (Polpa = polpa de seriguela *in natura*, P+S = polpa de seriguela adicionada de 3,0% de *Spirulina platensis*, M10 = P+S com 10% de maltodextrina, M20 = P+S com 20% de maltodextrina, M30 = P+S com 30% de maltodextrina), em três temperaturas e 13 velocidades de rotação; o **terceiro capítulo** tratou da cinética de congelamento das formulações de polpa de seriguela com *Spirulina platensis* com diferentes concentrações de maltodextrina em três temperaturas; enquanto que no **quarto capítulo** realizou-se a caracterização do pó liofilizado da polpa mista de *Spondias purpurea* L. e *Spirulina platensis* através de análises físicas e físico-químicas. Diante dos resultados obtidos pode-se concluir que: **a)** A adição de 3,0% de *Spirulina platensis* afetou o teor de água, acidez total titulável, sólidos solúveis e no pH. **b)** A maltodextrina aumentou os sólidos solúveis, pH e açúcares e reduziram a acidez total titulável, vitamina C e cinzas. **c)** O fluido foi classificado como não-newtoniano, de caráter pseudoplástico. Os modelos reológicos de Ostwald-de-Waele, Casson e Bingham se ajustaram bem aos dados experimentais. **d)** O efeito da temperatura sobre a viscosidade aparente foi descrita pela equação de Arrhenius, cujas amostras M30 e P+S apresentaram maior influência da temperatura, com altos valores de Energia de ativação, 11,98 e 10,20 KJ.g⁻¹.mol⁻¹. **e)** O tempo de congelamento aumentou

proporcionalmente a inclusão de maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*, com maiores tempos obtidos para M30 e menores para o P+S nas temperaturas estudadas -25, -50 e -75 °C. **f)** A difusividade média efetiva da polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* foi diretamente proporcional ao aumento do gradiente térmico e do teor de maltodextrina. **g)** A energia de ativação para o congelamento foi crescente à medida que se adicionou maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina platenis*. **h)** Dentre a caracterização físico-química de polpa mista de seriguela com *Spirulina*, verificou-se que os parâmetros de acidez total titulável, vitamina C, proteínas, lipídios, teor de água e cinzas foram influenciados pelas formulações, reduzindo os teores com a inclusão de maltodextrina nas amostras. O teor de sólidos solúveis totais sofreu influência das duas variáveis (temperatura e formulação), cujos valores aumentaram tanto com a redução da temperatura de congelamento quanto com a inclusão de maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina*. **i)** A atividade de água dos pós diminuiu com a redução temperatura de congelamento e com o aumento de maltodextrina. Já a higroscopicidade reduziu com o aumento de agente carreador, sendo os pós menos higroscópicos obtidos em M30. **j)** Os pós liofilizados de polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* foram influenciados majoritariamente por suas formulações com diferentes concentrações de maltodextrina e em menor grau pela temperatura prévia de congelamento do material.

Palavras Chave: *Spondias purpurea* L., *Spirulina platensis*, reologia, congelamento, secagem.

ABSTRACT

The climatic conditions in the Northeast region of Brazil, promote the cultivation of several frutificas, with a variety of native and exotic fruits. The seriguela, a fruitful of the genus *Spondias*, is well suited to semi-arid region, presents the fruit of sweet and sour flavor usually consumed *in natura*, with little added value. Spirulina and its components have a variety of nutritional and therapeutic activities, used in cosmetics, pharmaceuticals, bio-energy and animal and human nutrition. This research was intended to combine pulp of seriguela (*Spondias purpurea* L.) and *Spirulina platensis*, as lyophilized powder product, realizing rheological studies, of freezing kinetics and characterization of the products obtained. So for better organization of this research, divided into four chapters. In the **first chapter** were studied the physicochemical characteristics of the fruit (*Spondias purpurea* L.), your mixture with 3% of Spirulina and its formulations containing different concentrations of maltodextrins; the **second chapter** tried to verify the behavior of this fluid, through the rheological behavior of their formulations (Pulp = fresh pulp of *Spondias purpurea* L., P + S = pulp of *Spondias purpurea* and 3.0% of *Spirulina platensis*, M10 = P + S with 10% maltodextrin, M20 = P + S with 20% of maltodextrin, M30 = P + S with 30% of maltodextrin), at three temperatures and 13 rotation speeds; the **third chapter** dealt with the freezing kinetic of the formulations of *Spondias purpurea* pulp with *Spirulina platensis* at different concentrations of maltodextrin in three temperatures; while in the **fourth chapter** the characterization of freeze-dried powder of mixed pulp of *Spondias purpurea* L. and *Spirulina platensis* through physical and physico-chemical analyses. On the results it can be concluded that: **a)** the addition of 3.0% of *Spirulina platensis* has affected the water content, total soluble solids, titratable acidity and pH. **b)** maltodextrin increased the soluble solids, pH and sugars and reduced the total titratable acidity, vitamin C and ash. **c)** fluid was classified as non-newtonian pseudoplastic character. The rheological model of Ostwald-de-Waele, Casson and Bingham adjusted well to the experimental data. **d)** the effect of temperature on the apparent viscosity was described by the Arrhenius equation, whose samples M30 and P + S showed greater influence of temperature, with high values of activation energy, 11.98 and 10.20 KJ g⁻¹. mol⁻¹. **e)** the freezing weather has increased the inclusion of maltodextrin in the mixed pulp of *Spondias purpurea* with *Spirulina platensis*, with greatest times obtained for F3 (30% of

maltodextrin) and lower for the control (0% of maltodextrin) at temperatures study -25,-50 and -75° C. **f)** average effective diffusivity of mixed pulp of *Spondias purpurea* with *Spirulina platensis* was directly proportional to the increase in the thermal gradient and maltodextrin syrups. **g)** the activation energy for the freezing was growing as they added mixed pulp maltodextrin *S. purpurea* with *S. platensis*. **h)** Among the physico-chemical characterization of mixed pulp of *S. purpurea* with *Spirulina*, it was found that the total titratable acidity parameters, vitamin C, protein, lipids, water and ash content were influenced by the formulations, lowering the levels with the inclusion of maltodextrin in the samples. The total soluble solids content was influenced by the two variables (temperature and formulation), whose values have increased so much with the reduction of the freezing temperature as with the inclusion of maltodextrin in the mixed pulp of *Spondias purpurea* with *Spirulina*. **i)** water activity of powders decreased with freezing temperature reduction and the increase of maltodextrin. Higroscopididade already reduced with increasing carrier agent, being less hygroscopic powders obtained in F3. **j)** lyophilized powders mixed pulp of *Spondias purpurea* with *Spirulina platensis* were influenced mainly by their formulations with different concentrations of maltodextrin and, to a lesser extent by the temperature of freezing of the material.

Keywords: *Spondias purpurea* L., *Spirulina platensis*, rheology, freezing, drying.

INTRODUÇÃO GERAL

Produtos de frutas exóticas adquiriram maior visibilidade no mercado internacional e nacional devido ao sabor excêntrico e alegação de saúde como parâmetros de diferenciação (SABBE et al., 2009; VIDIGAL et al., 2011). Dentre os benefícios se destacam seus valores nutritivos e a presença compostos bioativos (COSTA, GARCIA-DIAZ, JIMENEZ, SILVA, 2013).

O Nordeste no Brasil, é caracterizado pela ocorrência de diferentes biomas como a Mata Atlântica e o bioma da Caatinga semi-árida. Na Mata Atlântica de ocorrência na região litorânea, encontra-se a Zona da Mata que abrange diversos estados do Nordeste, entre eles a Paraíba. A Zona da Mata Paraibana é considerada uma faixa de transição, pois se encontra na parte litoral do estado da Paraíba, abrangendo cerca de 30 municípios, e nessa região há uma maior disponibilidade de água do que nas outras áreas do estado, contendo uma grande biodiversidade de frutíferas (LEITE, MACHADO, 2010).

Na Zona da Mata Paraibana são encontradas naturalmente as frutíferas exóticas subutilizadas e ainda em domesticação, entre elas o gênero *Spondias* e *Hancornia* todas com enorme potencial para exploração comercial (GONDIM et al., 2013).

Em relação às propriedades nutricionais, as *Spondias* são ricas em vitaminas (B1, B2, B3, A, e C), minerais (cálcio, potássio, ferro e fósforo) e ainda tem uma alta concentração de carotenoides e taninos, os quais estão relacionados à sua capacidade antioxidante (VIDIGAL et al., 2011).

Dentre a espécie que se destaca ao gênero está a seriguela (*Spondias purpurea* L.), planta nativa da América Central, popularmente conhecida como: ciriguela, ameixa espanhola, cajá vermelho, jacote, ciruela mexicana (BRITO, 2010; SILVA, 2011). Essa fruta desponta no nordeste brasileiro como uma excelente opção econômica para inúmeros produtores. Devido sua qualidade as frutas são consumidas in natura, ou utilizadas no preparo de polpa concentrada, de bebidas fermentadas, vinho, sucos e sorvetes (FREIRE, 2001).

O uso de combinação de ingredientes com apelo de melhoria da qualidade nutricional dos alimentos, é atualmente explorado principalmente por causa das novas exigências dos consumidores por produtos com alto valor nutritivo e benéficos à saúde.

Um dos mecanismos possíveis de se agregar valor a frutos e seus derivados é incrementando-os através da combinação com outros ingredientes, como por exemplo as microalgas, as quais possuem alto valor proteico e de atividade antioxidante.

Dentre as microalgas, a mais comumente estudada é a *Spirulina platensis* cuja biomassa obtida sendo investigada como fonte proteica de elevado valor biológico. Tem sido consumida como suplemento alimentar, mas o uso como componente para desenvolvimento de alimentos funcionais se mostra promissor. Assim, os estudos têm sido direcionados para a avaliação de moléculas bioativas com potenciais ações promotoras da saúde humana e animal (MORAIS et al., 2015; HADDAR et al., 2012).

Um dos processos mais utilizados para conservação de alimentos perecíveis é a secagem. Este processo apresenta diversas vantagens, tais como: a facilidade na conservação do produto; a estabilidade dos componentes aromáticos à temperatura ambiente por longos períodos de tempo; a proteção contra degradação enzimática e oxidativa; a redução da massa do produto; a economia de energia por não necessitar de refrigeração e a disponibilidade do produto durante qualquer época do ano (FEMENIA et al., 2009). Diversos métodos de secagem são aplicados para polpas de frutas, destacando-se secagem por liofilização.

A liofilização possui um processo de desidratação peculiar, que consiste na redução da atividade de água dos alimentos combinando-se congelamento e subsequente sublimação da água através do vácuo, desidratando-se em baixas temperaturas (CAVALCANTI MATA et al., 2003). Os produtos liofilizados mantêm as características sensoriais e nutricionais, e apresentam uma vida de prateleira superior a 12 meses, desde que sejam embalados e armazenado corretamente (OLIVEIRA, 2012).

OBJETIVOS

Objetivo Geral

Obter e caracterizar polpa mista de Seriguela e *Spirulina platenis* em pó utilizando-se o método de secagem por liofilização, realizando-se estudos reológicos, de cinética de congelamento e caracterização dos produtos obtidos.

Objetivos Específicos

- ✓ Caracterizar a polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.), o blend contendo *Spirulina platenis* e as formulações com os adjuvantes de secagem através de análises físico-química;
- ✓ Estudar o comportamento reológico das formulações de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) com *Spirulina platensis* com diferentes concentrações de maltodextrina em três temperaturas, aplicar e verificar qual modelo reológico melhor representa o ajuste aos dados experimentais;
- ✓ Realizar a cinética de congelamento das formulações de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) com *Spirulina platensis* com diferentes concentrações de maltodextrina em três temperaturas;
- ✓ Obter e caracterizar o produto em pó liofilizado da polpa mista de seriguela (*Spondias purpurea* L.) com *Spirulina platensis* através de análises físicas e físico-químicas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAVALCANTI MATA, M. E. R. M.; DUARTE, M. E. M. FIGUEIREDO, R. M. F. **Obtenção de frutos em pó**. Universidade Federal de Campina Grande, 2003. Projeto CNPq. 15p.

COSTA, A. G. V., GARCIA-DIAZ, D. F., JIMENEZ, P., & SILVA, P. I. Bioactive compounds and health benefits of exotic tropical red black berries. **Journal of Functional Foods**, v. 5, p. 539–549, 2013.

FEMENIA, A., SASTRE-SERRANO, G., SIMAL, S., GARAU, M. C., EIM, V. S., ROSSELLÓ, C. Effects of air-drying temperature on the cell walls of kiwifruit processed at different stages of ripening. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, p.106-112, 2009.

GONDIM, P. J. S.; SILVA, S. M.; PEREIRA, W. E.; DANTAS, A. L.; CHAVES NETO, J. R.; SANTOS, L. F. Qualidade de frutas de acessos de umbu-cajazeira (*Spondias sp.*). **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 17, p. 1217-1221, 2013.

HADDAR, A.; SELLIMI, S.; GHANNOUCHI, R.; ALVAREZ, O. M.; NASRI, M.; BOUGATEF, A. Functional, antioxidant and film-forming properties of tuna-skin gelatin with a brown algae extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 51, n. 4, p. 477–83, 2012.

MORAIS, M. G.; VAZ, B. S.; MORAIS, E. G.; COSTA, J. A. V. Biologically active metabolites synthesized by microalgae (Report). **BioMed Research International**, v. 2015, p. 1–15, 2015.

OLIVEIRA, G. S.; COSTA, 2012. Aplicação do processo de liofilização na obtenção de cajá em pó: avaliação das características físicas, físico-químicas e higroscópicas. **Dissertação** (Mestrado), Universidade Federal do Ceará, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos. 83f., 2012.

SABBE, S.; VERBEKE, W.; DELIZA, R.; MATTA, V. M.; VAN DAMME P. Effect of a health claim and personal characteristics on consumer acceptance of fruit juices

with different concentrations of açai (*Euterpe oleracea* Mart.). **Appetite**, v.53, 84-92, 2009.

VIDIGAL, M. C.T. R.; MINIM, V. P. R.; CARVALHO, N. B.; MILAGRES, M. P.; GONÇALVES, A. C. A. Effect a health claim on consumer acceptance of exotic Brazilian fruit juices: acai (*Euterpe oleracea*), camu-camu (*Myrciaria dubia*), cajá (*Spondias lutea* L.) and umbu (*Spondias tuberosa* A.). **Food Research International**, v. 44, n° 7, p.1988 – 1996, 2011.

**CAPÍTULO I: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE POLPA
MISTA DE SERIGUELA COM *Spirulina platensis* E DE SUAS
FORMULAÇÕES PARA SECAGEM**

1.1 INTRODUÇÃO

Frutos do gênero *Spondias* são constituídos de espécies muito bem adaptadas à região semiárida e cultivadas em todo o nordeste brasileiro. Apresentam frutos com sabor agridoce que são consumidos *in natura*, utilizados pela agroindústria como matéria prima para a produção de bebidas, doces, geléias, sorvetes, e entre outros (FERNANDES et al., 2013) Em face da falta de pomares comerciais, as agroindústrias ficam totalmente dependentes da produção obtida do extrativismo, que é sazonal e insuficiente para operacionalização das fábricas durante todo o ano (SOUZA et al., 2006).

Dentre a espécie que se destaca ao gênero está a seriguela (*Spondias purpurea* L.), planta nativa da América Central, popularmente conhecida como: ciriguela, ameixa espanhola, cajá vermelho, jacote, ciruela mexicana (BRITTO, 2010). Essa fruta desponta no nordeste brasileiro como uma excelente opção econômica para inúmeros produtores, devido sua qualidade as frutas são consumidas *in natura*, ou utilizadas no preparo de polpa concentrada, de bebidas fermentadas, vinho, sucos e sorvetes (FREIRE, 2001).

Diversos estudos têm sido realizados com a inserção de microalgas na alimentação humana, cuja a espécie *Spirulina platensis* apresenta composição apropriada para uso como complemento alimentar, podendo ser empregada no combate à desnutrição (FOX, 1996). Em sua composição em base seca, destacam-se os altos teores de proteínas (64-74%), ácidos graxos poli-insaturados e vitaminas (COHEN, 1997), além de compostos antioxidantes (COLLA et al., 2007). Essa microalga é classificada como GRAS pelo FDA, o que garante seu uso como alimento sem riscos à saúde (MORAIS et al., 2006).

O uso de adjuvantes na secagem é uma prática corriqueira e esses agentes carreadores têm como propriedade mudar algumas características físico-químicas dos alimentos produzidos (FEITOSA et al., 2016). A escolha de um material encapsulante adequado é essencial para as características do produto final, pois influencia na retenção de compostos voláteis, na obtenção de propriedades emulsificantes, e na qualidade nutricional e tecnológica de produtos em pó, além de facilitar o transporte e armazenamento, devido ao menor volume apresentado (SOUZA et al., 2015).

Percebe-se a carência de pesquisas quanto às formulações (mistura da polpa com o adjuvante de secagem), como se as propriedades físico-químicas dos produtos elaborados não influenciassem nos fatores como processo e equipamento. Para BHANDARI et al. (1993) a quantidade de adjuvante se excessiva poderá limitar o sistema operacional do equipamento, afetando negativamente o desempenho, ou alterar o sabor do produto final. Diante da grande aplicação da maltodextrina na indústria alimentícia é de suma importância verificar o efeito da adição na polpa antes do processo de secagem.

Portanto, objetivou-se neste capítulo conhecer as características físico-químicas e químicas de polpa de seriguela *in natura*, do blend contendo *Spirulina platensis* e de suas formulações adicionadas de diferentes concentrações de maltodextrina.

1.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.2.1 Frutas tropicais

As frutíferas tropicais são aquelas cujos centros de origem são as zonas tropicais do planeta, que se apresentam sempre cobertas de vegetação. As frutíferas de clima temperado têm como característica básica a perda completa de folhas por ocasião do inverno. As frutíferas de clima subtropical, evidentemente, são as cultivadas nas zonas subtropicais do globo terrestre que, mesmo ocorrendo em regiões de climas mais amenos, não perdem suas folhas no inverno (PEREIRA; RYOSUKE, 2011). A produção brasileira está voltada para frutas tropicais, subtropicais e temperadas, devido a extensão territorial, posição geográfica, solo e condições climáticas. Cerca de 53% da produção brasileira é destinada ao mercado de frutas processadas e 47% ao mercado de frutas frescas (PAGEL, 2009).

O aumento do consumo de frutas *in natura*, bem como nos níveis de exportações e processamento, têm incentivado a produção brasileira. O Brasil é um dos maiores produtores de frutas, em 2014 ultrapassou 40 milhões colocando-o em terceiro lugar no ranking mundial, perdendo apenas para a China e Índia (ANUÁRIO BRASILEIRO DE FRUTICULTURA, 2015).

A produção de frutíferas nas diversas regiões do Brasil reflete na importância econômica, visto que, é uma das principais atividades na geração de emprego, fonte de renda e desenvolvimento regional. O país apresenta diversas condições edafoclimáticas, possibilitando o cultivo de diferentes frutíferas com o objetivo de diversificar sua produção (RUFINO, 2008).

A região Nordeste do Brasil tem participação importante no agronegócio do país, os frutos tropicais apresentam excelente qualidade e sabor exótico, possuindo boa aceitação no mercado como matéria-prima no preparo de sucos, néctares, geleias, e principalmente de polpa congelada. (SOARES et al., 2006; MATTIETTO et al., 2007; CARVALHO et al., 2008). O gênero *Spondias* pertencente à família das Anacardiaceas compreende cerca de 17 espécies, dentre as quais podemos destacar: cajarana (*Spondias* sp.), cajá (*S. lutea*), seriguela (*S. purpurea* L.) e umbu (*S. tuberosa*), que são exploradas de forma extrativista em várias áreas tropicais e subtropicais do mundo (MITCHEL; DALY, 1995). As *Spondias* tem reconhecido potencial econômico e despertado o

interesse de pesquisadores e produtores, em virtude das possibilidades da utilização de seus frutos no processamento (FERNANDES et al., 2005).

1.2.2 Seriguela (*Spondias purpurea* L.)

A serigueleira (*Spondias purpurea* L.), originária da América Tropical, produz a seriguela (figura 1.1), fruta também chamada ceriguela, ameixa-da-espanha, cajá vermelho, ciroela, jocote, ciruela mexicana, é uma das mais cultivada do gênero *Spondias*. Seus frutos são do tipo drupa de cor vermelho-escuro quando maduro, possui polpa de aroma e sabor agradáveis, é considerado também como fruto tropical perecível que se destaca pela crescente aceitação no mercado (DIAZ-PEREZ et al., 1998; SOUSA et al., 2000). Juntamente com outras espécies do gênero *Spondias*, a seriguela desponta no nordeste brasileiro como uma excelente opção econômica para inúmeros produtores, graças à qualidade dos frutos, os quais são consumidos in natura, ou utilizados no preparo de polpa concentrada, de bebidas fermentadas, sucos e sorvetes (FREIRE, 2001).



Figura 1.1 Frutos de seriguela (*Spondias purpurea* L.)

Os frutos de seriguela são considerados pouco ácidos, fontes de energia, proteínas, carboidratos e sais minerais, apresentam bons níveis de ácido cítrico, principalmente quando verde, e níveis razoáveis de açúcares totais. Pela coloração da casca e da polpa, nos estágios de pré-maduro e maduro, é possível cogitar a presença de componentes fotoquímicos, como carotenóides e flavonóides, além dos macronutrientes e micronutrientes (FIGUEIREDO et al., 2006).

Os resultados de análises de seriguelas frescas realizadas no Brasil, presentes na Tabela Brasileira de Composição de Alimentos, demonstraram que a seriguela, proveniente da maior região produtora, o nordeste do país, possui baixa quantidade de

proteína, gordura e teor moderado de calorias. De acordo com a tabela 3, verifica-se que a fruta é uma fonte de potássio, fibras e rica em vitamina C (TACO, 2011).

1.2.3 *Spirulina platensis*

O termo *Spirulina* (sinônimo de *Arthrospira*) se refere a um grande número de espécies de bactérias que pertencem ao filo Cyanobacteria. Trinta e cinco espécies já foram identificadas. As espécies mais comumente utilizadas na dieta são *S. maxima*, *S. platensis* e *S. fusiformis* (MARLES et al., 2011).

As cianobactérias são organismos procariotos fotossintetizantes; eram anteriormente denominadas algas verdes-azuis (FLORES e HERRERO, 2010). Atualmente se sabe que não estabelecem relação filogenética com o grupo das algas. No entanto, são usualmente denominadas microalgas pela maior parte da literatura contemporânea, o que inclui os micro-organismos unicelulares que realizam fotossíntese. Dentro dessa definição usual podem ser incluídos tanto os organismos procariotos, como as cianobactérias, quanto os eucariotos, como as algas verdes, vermelhas, diatomáceas, dinoflagelados, e outros (DERNER et al., 2006).

Numerosos compostos presentes em cianobactérias possuem destacado valor comercial, pois são empregados em muitas atividades e para fins diversificados, tais como: biopigmentos e antioxidantes, marcadores fluorescentes, enzimas, fármacos, exopolissacarídeos (usados como gelificantes, emulsificantes, flocculantes e hidratantes), e diferentes nutrientes, como algumas vitaminas e proteínas, e alguns minerais, lipídios e carboidratos (CEOPI et al., 2009).

As aplicações terapêuticas sugeridas para as cianobactérias são extremamente diversificadas, abrangendo: inibição da replicação viral; atividade antitumoral (AKAO et al., 2009), redução da hipercolesterolemia e outras hiperlipidemias (DURAN et al., 2006; YAMAMOTO et al., 2005), efeito antidiabético (MRIDHA et al., 2010; LAYAM e REDDY, 2007), efeito anti-hipertensivo (OROPEZA et al., 2009; LU et al., 2010), modulador do sistema imunológico (RAVI, AZHARUDDIN e PAUL, 2010) e regulador da resposta alérgica (CENGI et al., 2008; PAO, WATER e GERSHWIN, 2005), aumento da absorção intestinal de vitaminas e minerais, aumento dos lactobacilos intestinais (TSUCHIHASHI, WATANABE e TAKAI, 1987); coadjuvante no tratamento de indivíduos obesos (GRINSTEAD et al., 2000; ARAÚJO,

FACCHINETTI e SANTOS, 2003), anêmicos (HABIB, et al., 2008; SELMI et al., 2011) e redução da nefrotoxicidade por metais pesados e medicamentos (MOHAN, et al., 2005).

A utilização da cianobactéria *Spirulina* na alimentação humana tem sido realizada por vários séculos. Quando os espanhóis conquistaram o México, descobriram que os astecas coletavam essa microalga no lago Texcoco e a consumiam na forma de molho à base de cereais, conhecido como chimolli ou molho asteca. Na África, a comunidade étnica dos Kanembous colhia a *Spirulina* no lago Chad, a desidratava e moldava em tabletes para a venda no mercado local. Os Kanembous também preparavam o dihé, um molho à base de *Spirulina*, salsa e pimenta, utilizado para acompanhar preparações à base de milho, carnes e peixes, sendo consumido em 70% das refeições kanembous (HABIB et al., 2008; BERTOLDI, SANT'ANNA e OLIVEIRA, 2008).

Um fato muito interessante é que *Spirulina* já foi inclusive utilizada como fonte de alimento e suplemento primordial em programas espaciais da NASA - National Aeronautics and Space Administration – agência do Governo americano encarregada de pesquisa e desenvolvimento da exploração espacial (SWETA, SHIKHA e SAMUEL, 2011).

1.2.4 Agente Carreador

Os agentes carreadores podem apresentar diferentes origens, como natural, semissintética ou sintética, incluindo materiais poliméricos, hidrofílicos ou hidrofóbicos, ou uma associação de ambos (BRASILEIRO, 2011).

A escolha do material a ser utilizado é um dos principais fatores que influencia a estabilidade do composto, para isso deve-se levar em consideração vários fatores, como: propriedades físico-químicas do núcleo (porosidade e solubilidade) e da parede (viscosidade, propriedades mecânicas, transição vítrea e capacidade de formação de filme), mecanismo de controle, fatores econômicos, tipo de aplicação pretendido (fármaco, aditivo alimentar, fragrância, ou pesticida) e método de encapsulação selecionado (BRAZEL, 1999; BRASILEIRO, 2011).

O adjuvante que possui capacidade emulsificante, isto é, possui grupamentos hidrofílicos e hidrofóbicos, melhora a retenção de compostos. Além disso, para o

encapsulante ideal, este deve atender aos seguintes requisitos: boas propriedades de formação de filme; baixa higroscopicidade para impedir a aglomeração e ajudar a sua manipulação; baixa viscosidade a altas concentrações de sólidos; ser fácil de manusear durante a incorporação; e não deve ser reativo com o composto a ser seco, além de apresentar sabor e odor suaves e baixo custo. Um dos agentes mais utilizados no processo de secagem por liofilização é a maltodextrina, principalmente devido à alta solubilidade e baixa viscosidade (SOUZA, 2013).

A maltodextrina $[(C_6H_{10}O_5)_n H_2O]$ é um polímero de unidades D-glicose ligadas por *cadeia* α -1,4 com peso molecular variado. É um produto obtido pela hidrólise controlada do amido por via físico-química (calor, pressão e ácidos), enzimática (amilases), ou ambas vias. O amido utilizado pode ser de diferentes fontes, como o milho, a batata e o arroz, bem como de outros materiais amiláceos tais quais a mandioca, o trigo e o sorgo, dependente da disponibilidade e do preço da matéria-prima produzida em cada país (SANTOS, 2013; SILVA; JUNIOR BOGDAN; VISENTAINER, 2014). São definidas também como produtos com valores de dextrose equivalente (DE) menores que 20.

A DE é relacionada ao grau de polimerização de acordo com a Equação:

$$DE = \frac{100}{DP}$$

Em que DE é dextrose equivalente (grau de hidrólise) e DP é o grau de polimerização.

Ambos se referem a valores médios para uma população de moléculas. Assim, a DE de um produto de hidrólise equivale ao seu poder redutor com relação a dextrose pura (D-glicose), indicando deste modo sua estabilidade e funcionalidade (BEMILLER; WHISTLER, 1996).

O papel das maltodextrinas como veículo de secagem justifica-se pelo auxílio da dispersão, evitando a aglomeração do produto na câmara de secagem; além disso, confere ao produto seco granulação homogênea e garantia de boa dispersão do produto em água ou solvente. Este agente também é utilizado na forma de gelificantes e espessantes, previne a cristalização, auxilia na dispersibilidade e controla o congelamento. De modo geral, a maltodextrina é solúvel em água, possui baixa

densidade e baixa viscosidade em altas concentrações, é menos higroscópica, não apresenta sabor adocicado ou de amido, além de apresentar baixo custo relativo. O maior problema da utilização desse material adjuvante é que ele tem pouca capacidade emulsificante e baixa retenção de compostos voláteis. Características como a solubilidade, higroscopicidade, sabor doce e compressibilidade aumentam com o valor de DE (ALEXANDER, 1996).

1.2.5 Características físico-químicas

De acordo com Franco e Landgraf (2007), entre os parâmetros mais importantes que determinam a qualidade de um alimento, sem dúvida estão aqueles que definem as suas características microbiológicas, o que permite avaliá-lo quanto às condições de processamento, armazenamento, distribuição para consumo, vida útil e riscos à saúde da população. Os microrganismos estão associados com a disponibilidade, a abundância e a qualidade do alimento para o consumo humano. Os alimentos são facilmente contaminados por microrganismos na natureza durante a manipulação, e após ter sido contaminado, o alimento serve como meio para o crescimento de microrganismos, podendo até mesmo mudar as suas características físicas, químicas e organolépticas levando-o à deterioração (CUNHA, 2006).

A determinação de acidez pode fornecer um dado valioso na apreciação do estado de conservação de um produto alimentício. Um processo de decomposição, seja por hidrólise ou fermentação, altera quase sempre a concentração dos íons hidrogênio. Os métodos de determinação da acidez podem ser os que avaliam a acidez titulável ou fornecem a concentração de íons de hidrogênio livres, por meio do pH. Os métodos que avaliam a acidez titulável resumem-se em titular com soluções de álcali-padrão a acidez do produto ou de soluções aquosas ou alcoólicas do produto e, em certos casos, os ácidos graxos obtidos dos lipídios. Pode ser expressa em ml de solução normal por cento ou em gramas do componente ácido principal (IAL, 2008).

A medida do pH é importante para a determinação da possível deterioração do alimento através do crescimento de microrganismos, além de indicar também a atividade de diversas enzimas (CHISTÉ; COHEN, 2005).

Os sólidos solúveis (SS) representam os compostos solúveis em água presentes nos frutos, como açúcares, vitaminas, ácidos, aminoácidos e algumas pectinas. O teor de

SS é dependente do estágio de maturação no qual o fruto é colhido e geralmente aumenta durante a maturação pela biossíntese ou degradação de polissacarídeos (CHITARRA e CHITARRA, 2005).

Os vegetais apresentam propriedades funcionais, segundo a Resolução da ANVISA nº 18, de 30 de abril de 1999, alegação de propriedade funcional é aquela relativa ao papel metabólico ou fisiológico que o nutriente ou não nutriente tem no crescimento, desenvolvimento, manutenção e outras funções normais do organismo humano. A alegação de propriedade de saúde é aquela que afirma, sugere ou implica a existência de relação entre o alimento ou ingrediente com doença ou condição relacionada à saúde. Segundo a mesma Resolução, as alegações podem fazer referências à manutenção geral da saúde, ao papel fisiológico dos nutrientes e não nutrientes e à redução de risco a doenças. Não são permitidas alegações de saúde que façam referência à cura ou prevenção de doenças (BRASIL, 1999)

As frutas em particular, contêm substâncias antioxidante distintas, cujas atividades têm sido bem comprovada nos últimos anos. A presença de compostos fenólicos, tais como flavonóides, ácidos fenólicos e antocianinas, além das já conhecidas vitaminas C, E e carotenóides, contribuem para os efeitos benéficos destes alimentos (GORINSTEIN et al., 1999). Estes compostos podem atuar como antioxidantes primários, reagindo diretamente com os radicais livres dando lugar a um novo radical menos reativo que o radical livre original ou como antioxidantes secundários potencializando outros sistemas antioxidantes, como certas enzimas (PÉREZ-JIMÉNEZ, 2007).

A vitamina C ou ácido ascórbico atua na fase aquosa como um excelente antioxidante sobre os radicais livres, mas não é capaz de agir nos compartimentos lipofílicos inibindo a peroxidação dos lipídeos. Por outro lado, estudos in vitro mostram que essa vitamina na presença de metais de transição como o ferro, pode atuar como uma molécula próoxidante e gerar os radicais H_2O_2 e OH^\cdot , cujos metais, geralmente, estão disponíveis em quantidades muito limitadas (ODIN, 1997). O teor de ácido ascórbico pode variar entre diferentes regiões do País, em função de fatores como temperatura, intensidade de luz e conteúdo de umidade, além do processamento da polpa, que pode afetar bastante a concentração de ácido ascórbico (RUFINO et al., 2009).

1.3 MATERIAL E MÉTODOS

1.3.1 Obtenção das polpas

Os frutos de seriguela (*Spondias purpurea* L.) foram adquiridos em um único fornecedor da cidade de Campina Grande-PB. Os frutos foram transportados para a Unidade de Processamento de Frutos e Hortaliças do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco – *Campus Afogados da Ingazeira* para processamento e armazenamento.

Antes do processamento foi realizada a seleção quanto ao estágio de maturação (frutos com completo estágio de maturação), ausência de danos mecânicos e doenças. Em seguida, foram lavados em água corrente para retiradas de sujidades e sanitizados com solução clorada (10% de cloro ativo) a 50 ppm por 10 minutos e enxaguados com água corrente. O despulpamento foi realizado em uma despulpadeira horizontal provida de peneira com malha de 4 mm de abertura. Em seguida passou-se a polpa por uma outra peneira de 2mm de abertura para eliminar pequenas frações de fibras não trituradas, tornando a polpa mais homogênea. Logo após, acondicionou-se em embalagens de polietileno de baixa densidade com capacidade para 500g e armazenou-se em câmara fria a -18 °C, até o momento da elaboração das formulações.

1.3.2 Demais ingredientes

Utilizou-se *Spirulina platensis* orgânica em pó produzida e comercializada pela Fazenda Tamanduá, localizada no município de Santa Terezinha-PB.

Para as formulações preparadas para o processo de Liofilização, elaborou-se formulações contendo maltodextrina MOR-REX® 1910, dextrose equivalente 10 da Ingredion.

1.3.3 Formulações

Testes preliminares foram realizados com o intuito de definir as concentrações ideais de *Spirulina*. Utilizou-se variações ente 0,5 e 5,0% com a finalidade de verificar a concentração que obtivesse uma quantidade considerável da cianobactéria, mas que seu

sabor não tornasse o produto indesejável, já que possui sabor peculiar e forte. Diante dos testes realizados conseguiu-se agregar no máximo 3,0% de *Spirulina platensis* em pó na polpa de seriguela.

Para determinação as concentrações dos aditivos de secagem também realizou-se diversos testes e o delineamento encontra-se na Tabela 1.1.

Tabela 1.1 Formulações de polpa mista de seriguela com *Spirulina* para secagem por liofilização

Formulação	<i>Spirulina</i> (%)	Maltodextrina (%)
Polpa	-	-
P+S	3,0	-
M10	3,0	10
M20	3,0	20
M30	3,0	30

Onde: Polpa = polpa de seriguela *in natura*, P+S = polpa de seriguela adicionada de 3,0% de *Spirulina platensis*, M10 = P+S com 10% de maltodextrina, M20 = P+S com 20% de maltodextrina, M30 = P+S com 30% de maltodextrina.

1.3.4 Análises físico-químicas

As análises físico-químicas foram realizadas em triplicata, segundo os procedimentos a seguir.

1.3.4.1 Teor de água

O teor de água foi determinado através do método gravimétrico com a utilização de estufa a 105° + 3°C por 24h, que se baseia no peso de água removida das amostras durante a sua permanência na estufa, de acordo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008), expressas em base úmida.

1.3.4.2 Cinzas

A determinação de cinzas baseia-se na perda de peso de amostra submetidas a incineração a 550 °C, de acordo com AOAC (2000). Os resultados foram expressos em %.

1.3.4.3 Acidez total titulável

A acidez total titulável foi determinada pela titulação de certo volume da amostra pela solução de hidróxido de sódio 0,1 M fatorada, utilizando-se como indicador a fenolftaleína, de acordo com a metodologia do IAL (2008). Os resultados foram expressos em % ácido cítrico.

1.3.4.4 Sólidos solúveis totais

A determinação do teor de sólidos solúveis (SS) foi determinado através do índice de refração da amostra, utilizando-se um refratômetro de bancada, segundo AOAC (2000). Os resultados foram expressos em %.

1.3.4.5 Relação sólidos solúveis (SS) e acidez titulável (AT) (Ratio)

O ratio foi obtido por meio da razão entre o teor de sólidos solúveis e acidez titulável.

1.3.4.6 pH

O pH foi determinado através do método potenciométrico. O potenciômetro foi previamente calibrado com solução tampão de pH 7,0 e 4,0, imergindo-se em seguida o eletrodo em um béquer contendo a amostra e fazendo-se a leitura direta no equipamento, segundo a metodologia do IAL (2008). Os resultados foram expressos em unidades de pH.

1.3.4.7 Açúcares totais, redutores e não redutores

A determinação dos açúcares totais, redutores e não redutores foi realizada através da metodologia do IAL (2008) e os resultados expressos em %.

1.3.4.8 Ácido Ascórbico (Vitamina C)

O ácido ascórbico foi determinado por titulometria utilizando-se solução de DFI (2,6 diclo-fenol-indofenol 0,02% até coloração róseo claro permanente, utilizando-se 1g de polpa diluído em 50mL de ácido oxálico 0,5% de acordo com Strohecker; Henning (1967). Os resultados foram expressos em $\text{mg}\cdot 100\text{g}^{-1}$ de polpa.

1.3.5 Tratamento dos dados

Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e as médias comparadas pelo teste Tukey, ao nível de 5% de probabilidade, utilizando-se o programa computacional ASSISTAT (SILVA; AZEVEDO, 2016).

1.4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1.2 apresenta os resultados da composição físico-química da polpa de seriguela *in natura* e da sua mistura com *Spirulina platensis* em pó.

A polpa de seriguela apresentou maior teor de água (80,11%), o resultado encontrado é diferente do relatado pela Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (2011) para frutos oriundos do nordeste (78,7%) e dos encontrados por Koziol e Macía (1998) que obtiveram 77,6% em uma mistura de polpa e casca de seriguela equatoriana. Devido à presença da *Spirulina* na forma de pó, houve diminuição significativa ($p < 0,05$) para este parâmetro. Ressalta-se que o teor de água da *Spirulina* em pó está abaixo de 10%, conseguindo assim reduzir cerca de dois por cento do teor de água encontrado na polpa de seriguela. A adição de *Spirulina* na polpa de seriguela aumentou o teor de cinzas, passando de 0,38% para 0,45%, mas não ocorreu diferença significativa ($p > 0,05$).

Houve uma leve diminuição ($p < 0,05$) da acidez total titulável (ATT) com a adição de *Spirulina*. A acidez dos frutos como a seriguela é atribuída à presença de ácidos orgânicos, que influenciam o sabor, odor, cor, estabilidade e a manutenção de qualidade dos alimentos (SOARES, 2011).

O teor de sólidos solúveis (SS) da seriguela foi de 16,27%, considerado superior ao reportado para outras espécies do gênero *Spondias*, como o cajá (*Spondias mombim*

L.), umbu (*Spondias tuberosa*) e o umbu-cajá (*Spondias* sp.) (CAVALCANTE et al., 2009; MENEZES et al., 2017; LIMA et al., 2015). A inclusão da *Spirulina* influenciou no quantitativo de sólidos solúveis já que a alga possuía grande teor de sólidos por se apresentar como produto seco. Esta característica não pode ser relacionada ao conteúdo de açúcares já que a alga apresenta baixíssimo teor de açúcares totais em sua composição.

A maior relação sólidos solúveis/acidez titulável (Ratio) foi encontrada para o tratamento P+S (polpa de seriguela adicionada de *Spirulina*). O pH encontrado para a polpa de seriguela foi de 3,13, enquanto que a polpa adicionada de *Spirulina* foi de 3,54. Este fato está relacionado ao cultivo da alga ser em ambiente básico (pH 9,5 – 10,5), necessário por apresentar melhores condições de crescimento e redução de problemas sanitários como a contaminação por outras bactérias (PELIZER et al., 2003). Elevações do pH podem ocorrer em função do metabolismo autotrófico, onde o íon bicarbonato do meio se desidrata formando CO₂ para a fotossíntese e OH⁻ (SHIRAIWA et al., 1993).

Observou-se que para os parâmetros açúcares totais, açúcares redutores e não redutores não ocorreu diferença significativa (p>0,05) entre a polpa de seriguela *in natura* e da formulação adicionada de 3% de *Spirulina*.

Tabela 1.2 Resultados das análises físico-químicas de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) *in natura* e adicionada de *Spirulina platensis*

Parâmetros	Formulações	
	Polpa	P+S
Teor de Água (%)	80,11±0,20 a	78,42±0,29 b
Cinzas (%)	0,38±0,01 a	0,45±0,00 a
Acidez Total Titulável (% de ácido cítrico)	0,82±0,00 a	0,75±0,00 b
Sólidos solúveis (%)	16,27±0,09 b	17,33±0,09 a
Ratio (AT/SS)	19,8±0,19 b	23,17±0,33 a
pH	3,13±0,00 b	3,54±0,01 a
Açúcares Totais (%)	12,43±0,07 a	12,32±0,06 a
Açúcares redutores (% Glicose)	11,42±0,23 a	11,53±0,05 a
Açúcares Não Redutores (% Sacarose)	1,01±0,16 a	0,79±0,00 a
Vitamina C (mg.100g ⁻¹ de polpa)	10,21±0,31 b	11,67±0,26 a

Polpa = polpa de Seriguela *in natura*; P+S = polpa mista de Seriguela com 3,0% de *Spirulina platensis*. As médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Houve uma leve elevação ($p < 0,05$) no teor de vitamina C na polpa de seriguela com adição de *Spirulina*. Esta alga é rica neste antioxidante, o que revela que mesmo em baixas concentrações pode elevar o pH da polpa de seriguela. Donato (2015) verificou teor médio de $60,67 \text{ mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$ de ácido ascórbico em *Spirulina in natura*, bem superior ao encontrado em sucos de *citrus* como tangerina Murcote - $12,78 \text{ mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$ - e tangerina Ponkã - $29,30 \text{ mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$ (COUTO; CANNIATTI-BRAZACA, 2010).

Encontram-se na Tabela 1.3 os resultados das análises físico-químicas para as formulações de polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* adicionadas de maltodextrina.

Ao se comparar a amostra Controle com a primeira formulação contendo maltodextrina (F1), percebeu-se uma redução de 7,47% com a inclusão de 10% do agente carreador, cujo aumento deste percentual resultou em valores semelhantes de redução do teor de água. Ceballos et al. (2012), que caracterizaram a polpa de graviola e a formulação da polpa de graviola adicionada de 18% de maltodextrina (DE-20) e água destilada observaram que a polpa integral apresentou teor de água de 11,66% maior que o da Formulação; Solval et al. (2012) encontraram 11,78% de teor de água na polpa de melão superior ao da formulação de suco de melão e maltodextrina, na proporção 9:1 (w/w). Quek et al. (2007) relataram que o teor de água da formulação estudada apresentou valor inferior ao da polpa integral devido à adição de maltodextrina visto que este agente carreador tem, como propriedade, aumentar a quantidade de sólidos totais da formulação reduzindo a quantidade de água da amostra.

É possível relacionar a diminuição do teor de água com o aumento de sólidos totais. E de acordo com Oliveira e Petrovick (2010) a concentração de sólidos totais presentes na formulação exerce grande influência no tamanho das partículas e na densidade do produto final. Os valores determinados nesta pesquisa variaram cerca de 10% entre as formulações, ressaltando-se semelhança com o quantitativo adicionado de maltodextrina. Ceballos et al. (2012) verificaram aumento de 14,5% no teor de sólidos solúveis totais com a inclusão de 18% de maltodextrina em polpa de graviola, corroborando assim com os resultados obtidos nesta pesquisa.

Os valores de cinzas diminuíram proporcionalmente à adição de maltodextrina nas amostras. Este comportamento é justificado pela ausência de minerais fixos no agente carreador. Quando maior a sua inclusão, menor será o percentual de resíduo

mineral fixo nas amostras. Diversas pesquisas sobre o conteúdo de cinzas comparando-se polpas de fruta *in natura* com formulações contendo maltodextrina corroboram os resultados encontrados, tais como Oliveira et al. (2006) em pitanga, Sousa et al. (2015) em atemóia e Feitosa et al. (2017) em murta.

Houve reflexo da inclusão de maltodextrina na acidez total titulável (ATT). Sobre este parâmetro observou-se redução da ATT com o aumento de maltodextrina na polpa mista. Pode-se inclusive verificar que houve leve aumento do pH, passando de 3,58 (M10) para 3,66 (M30). Tanaka (2007) observou o mesmo comportamento quando a inclusão de maltodextrina em relação o pH de polpa de acerola verde, cuja variação do pH foi de 3,19 para 4,43 no suco *in natura* e adicionado de maltodextrina.

Houve diferença significativa ($p < 0,05$) para os teores de açúcares totais, redutores e não redutores para todas as formulações. À medida de se adicionou maltodextrina esses parâmetros aumentaram, porém de uma maneira não tão severa quanto aos valores observados para teor de água e sólidos solúveis. Alto teor de açúcares afeta negativamente o rendimento do processo de secagem para sucos de frutas, além de poder acarretar a obtenção de produtos com alta pegajosidade e higroscopicidade (FERRARRI et al., 2012).

A maltodextrina é amplamente utilizada como agente encapsulante para diversos componentes na indústria alimentícia, porém os resultados referentes ao quantitativo de vitamina C demonstraram que este tipo de agente não é capaz de favorecer a sua manutenção. Os valores de ácido ascórbico encontrados foram respectivamente de 9,11, 8,40 e 7,83 % para M10, M20 e M30. Todos inferiores aos observados na polpa de seriguela *in natura* e na polpa adicionada de *Spirulina*.

Tabela 1.3 Resultados das análises físico-químicas de polpa mista de seriguela (*Spondias purpurea* L.) e *Spirulina platensis* com diferentes tipos e concentrações de maltodextrina

Parâmetros	Formulações		
	M10	M20	M30
Teor de Água (%)	70,95±0,57 a	62,62±0,22 b	54,44±0,44 c
Cinzas (%)	0,32±0,06 a	0,27±0,03 a	0,17±0,03 b
Acidez Total Titulável (% de ácido cítrico)	0,72±0,00 a	0,65±0,00 b	0,60±0,00 c
Sólidos solúveis (%)	27,93±0,09 c	38,47±0,09 b	48,73±0,09 a
Ratio	38,92±0,30 c	58,97±0,21 b	81,70±0,56 a
pH	3,58±0,01 b	3,64±0,00 a	3,66±0,01 a
Açúcares Totais (%)	14,26±1,08 c	18,43±0,31 b	22,76±0,34 a
Açúcares redutores (% Glicose)	12,87±0,89 c	15,56±1,42 b	19,54±0,31 a
Açúcares Não Redutores (% Sacarose)	1,39±0,34 c	2,87±0,44 b	3,23±0,04 a
Vitamina C (mg.100g ⁻¹ de polpa)	9,11±0,35 a	8,40±0,41 ab	7,83±0,29 b

M10 = polpa mista com 10% de maltodextrina DE10; M20 = polpa mista com 20% de maltodextrina DE10 e M30 = polpa mista com 30% de maltodextrina DE10. As médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

1.5. CONCLUSÃO

A adição de 3,0% de *Spirulina platensis* afetou alguns parâmetros físico-químicos da polpa de seriguela. Houve redução do teor de água e acidez total titulável, enquanto que ocorreu aumento nos sólidos solúveis e no pH. Já os resultados de açúcares, vitamina C e cinzas não diferiram estatisticamente.

A inclusão de maltodextrina afetou a composição físico-química da polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*. O teor de sólidos solúveis, pH e açúcares aumentaram proporcionalmente com a adição da maltodextrina.

Os parâmetros de teor de água, acidez total titulável, vitamina C e cinzas obtiveram valores inversamente proporcionais à adição da maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*.

1.6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGRIANUAL: **Anuário da agricultura brasileira**. São Paulo: FNP, 2009. p. 371-376.

AKAO, Y.; EBIHARA, T.; MASUDA, H.; SAEKI, Y.; AKAZAWA, T.; HAZEKI, K.; HAZEKI, O.; MATSUMOTO, M.; SEYA, T. Enhancement of antitumor natural killer cell activation by orally administered Spirulina extract in mice. **Cancer Science**, v. 100, n. 8, p. 1494-1501, 2009.

ANUÁRIO BRASILEIRO DE FRUTICULTURA 2010. Santa Cruz do Sul: Editora Gazeta Santa Cruz, 2015. 8 p.

AOAC – ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of Association of Official Analytical Chemists**. 17 ed. Arlington, 2000.

ARAÚJO, K. G. L.; FACCHINETTI, A. D.; SANTOS, C. P. Influência da ingestão de biomassas de *Spirulina (Arthrospira sp.)* sobre o peso corporal e consumo de ração em ratos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 1, p. 6-9, 2003.

BERTOLDI, F. C.; SANT'ANNA, E.; OLIVEIRA, J. L. B. Revisão: biotecnologia de microalgas. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, v. 26, n. 1, p. 9-20, 2008.

BRASIL. Resolução nº 18, de 30 de abril de 1999. Aprova o regulamento técnico que estabelece as diretrizes básicas para análise e comprovação de propriedades funcionais e, ou, de saúde alegadas em rotulagem de alimentos. **Diário Oficial da União**. Brasília, DF, 3 dez. 1999.

BRITTO, F. F. **Progênies híbridas de maracujazeiros do cruzamento *Passiflora cincinnata* Mast. x *Passiflora quadrangularis* Linn.** 2013. 152p. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Vitória da Conquista, BA.

CANUTO, G. A. B.; XAVIER, A. A. O.; NEVES, L. C.; BENASSI, M. de T. Caracterização físico-química de polpas de frutos da Amazônia e sua correlação com a atividade anti-radical livre. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 32, n. 4, p.1196-1205, 2010.

- CARVALHO, P.C. L.; RITZINGER, R.; SOARES FILHO, W.S.; LEDO, C.A.S. Características morfológicas, físicas e químicas de frutos de populações de umbucajazeira no Estado da Bahia. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, n. 30, v. 1, p. 140-147, 2008.
- CAVALCANTE, L. F.; LIMA, E. M.; FREIRE, J. L. O.; PEREIRA, W. E.; COSTA, A. P. M.; CAVALCANTE, Í. H. L. Componentes qualitativos do cajá em sete municípios do brejo paraibano. **Acta Scientiarum. Agronomy**, v. 31, n. 4, 2009.
- CEBALLOS, A. M.; GIRALDO, G. I.; ORREGO, C. E. Effect of freezing rate on quality parameters of freeze dried soursop fruit pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 111, n. 2, p. 360–365, 2012.
- CEPOI, L.; RUDI, L.; MISCU, V.; COJOCARI, A.; CHIRIAC, T.; SADOVNIC, D. Antioxidative activity of ethanol extracts from *Spirulina platensis* and *Nostoc linckia* measured by various methods. **Fascicula Biologie**, Oradea, v. 16, n. 2, p. 43-48, 2009.
- CHISTÉ, R. C.; COHEN, K. O. Caracterização físico-química de amostras de tucupi comercializadas na cidade de Belém-PA. **Tecnologia Agroindustrial – Alimentos**. III Seminário de Iniciação Científica da UFPA e IX da Embrapa Amazônia Oriental, 2005.
- CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: Fisiologia e Manuseio**. 2 ed., Lavras: UFLA, 783p., 2005.
- CINGI, C.; CONK-DALAY, M.; CAKLI, H.; BAL, C. The effects of Spirulina on allergic rhinitis. **European Archives of Oto-Rhino-Laryngology**, v. 265, n. 10, p. 1219-1223, 2008.
- CLERICI, M. T. P. S.; CARVALHO-SILVA, L. B. Nutritional bioactive compounds and technological aspects of minor fruits grown in Brazil. **Food Research International**, Canadá, v. 44, n. 7, p. 1658– 1670, 2011.
- COHEN, Z. The chemicals of Spirulina. In: VONSHAK, A. **Spirulina Platensis (Arthrospira) Physiology, Cell-Biology and Biotechnology**. London: Taylor & Francis, 1997. 233 p.
- COLLA, L. M.; REINEHR, C. O.; REICHERT, C.; COSTA, J. A. V. Production of biomass and nutraceutical compounds by *Spirulina platensis* under different

temperature and nitrogen regimes. **Bioresource Technology**, Oxford, v. 98, n. 7, p. 1489- 1493, 2007. PMID:17070035. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2005.09.030>

COUTO, M. A. L.; CANNIATTI-BRAZACA, S. G. Quantificação de vitamina C e capacidade antioxidante de variedades cítricas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 1., p. 15-19, 2010.

CUNHA, M. A. Métodos de detecção de microrganismos indicadores. **Saúde e Ambiente em Revista**, v. 1, n. 1, p. 09-13, 2006.

DERNER, R. B.; OHSE, S.; VILLELA, M.; CARVALHO, S. M.; FETT, R. Microalgas, produtos e aplicações. **Ciência Rural**, v. 26, n. 6, p. 1959-1967, 2006.

DÍAZ-PÉREZ, J. C.; ZAVALA, R.; BAUTISTA, S.; SEBASTIÁN, V. Cambios físico-químico de ciruela mexicana (*Spondias purpurea* L.) cosechada en dos diferentes estados de madurez. **Revista Iberoamericana Tecnología Postcosecha**, México, v.1, n.1, p.20-25, 1998.

DONATO, N. R. **Secagem de *Spirulina* (*Spirulina platensis*) e utilização na produção de biscoitos**. 2015. 117f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande-PB, 2015.

DURAN, P. V. T.; CARBAJAL, M. C. P.; MASCHER, D.; GONZALEZ, J. Z.; ZAGOYA, J. C. D.; OROPEZA, M. A. J. Protective effects of *Arthrospira maxima* on fatty acid composition in fatty liver. **Archives of Medical Research**, v. 37, n. 4, p. 479-483, 2006.

EL-AGAMEY, A. et al., Carotenoid radical chemistry and antioxidant/prooxidant properties. **Archives of Biochemistry and Biophysics**, v. 430, p. 37-48, 2004.

FERNANDES, L. F.; MOURA FILHO, E. R.; ANDRADE, J. C.; MOREIRA, J. N.; VIEIRA, M. R. S.; MEDEIROS, D. C.; TOMAZ, H. V. Q.; LOPES, W. A. R. Influência de métodos combinados na preservação de polpa de cajarana em algumas características químicas. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE PÓS-COLHEITA DE FRUTOS TROPICAIS (SBPCFT), 1., 2005. **Anais...** João Pessoa, 2005.

FERNANDES, L. G.; LIMA, E. Q.; OLIVEIRA, E.; RODRIGUES, O. G. Avaliação nutricional das polpas in natura de *Spondias tuberosa arruda* câmara (umbu), *Spondias*

purpurea L. (ciriguela) e *Spondias sp.* (cajarana do sertão). **Revista Biologia e Farmácia**. v. 9, n. 1, p. 139-147, 2013.

FERRARI, C. C.; GERMER, S. P. M.; ALVIM, I.D.; VISSOTTO, F. Z.; AGUIRRE, J. M. Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 47, n. 6, p. 1237–1245, 2012.

FIGUEIREDO, M. B.; PASSADOR, M. M.; COUTINHO, L. N. A ferrugem ou verrugose dos frutos de ciriguela (*Spondias purpurea* L.) causada por *Elsinoe spondiadis* Watson e Jenkins. **Biológico**, v. 68, n.2, p. 5-7, 2006.

FLORES E, HERRERO A. Compartmentalized function through cell differentiation in filamentous cyanobacteria. **Nature Reviews**, v. 8, n. 1, p. 39-49, 2010.

FOX, R. D. **Spirulina Production & Potencial**. Aix-en-Provence: Edisud, 1996. 89 p.

FRANCO, B. D. G. M.; LANDGRAF, M. **Microbiologia dos Alimentos**. São Paulo, Ed.Atheneu, 2007. p. 27-171.

FREIRE, F. C. O. **Uso da manípueira no controle do oídio da cerigueleira: resultados Preliminares**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2001. 2p. (Embrapa Agroindústria Tropical. Comunicado Técnico 70, 2001.

GORINSTEIN, S. et al., Comparative content of total polyphenols and dietary fiber in tropical fruits and persimmon. **The Journal of Nutritional Biochemistry**, v. 10, p.367-371, 1999.

GRINSTEAD, G. S.; TOKACH, M. D.; DRITZ, S. S.; GOODBAND, R. D.; NELSEN, J. L. Effects of *Spirulina platensis* on growth performance of weanling pigs. **Animal Feed Science and Technology**, v. 83, n. 3, 2000.

HABIB, M. A. B.; PARVIN, M.; HUNTINGTON, T. C.; HASAN, M. R. **A review on culture, production and use of Spirulina as food humans and feeds for domestic animals and fish**. Food and agriculture Organization of the United Nations. 2008, 33p.

IAL-INSTITUTO ADOLFO LUTZ (São Paulo). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**/versão digital. 4ª edição, São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008, p. 1020.

- KOZIOL, M. J.; MACÍA, M. J. Chemical composition, nutritional evaluation and economic prospects of *Spondias purpurea* (Anacardiaceae). **Economy Botanic**, v.52, p.373-380. 1998.
- LAYAM, A.; REDDY, C. L. K. Antidiabetic property of *Spirulina*. **Diabet Croatian**, v. 35, n. 2, p.29-33, 2007.
- LIMA, M. S. S.; DANTAS, A. C. V. L.; FONSECA, A. A. O.; BARROSO, J. P. Caracterização de frutos de genótipos selecionados de umbu-cajazeira (*Spondias sp.*). **Interciencia**, v. 40, n. 5, 2015.
- LU, J.; REN, D. F.; XUE, Y. L.; SAWANO, Y.; MIYAKAWA, T.; TANOKURA, M. Isolation of an antihypertensive peptide from alcalase digest of *Spirulina platensis*. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 12, p. 1166-1171, 2010.
- MARLES RJ, BARRETT ML, BARNES J, CHAVEZ ML, GARDINER P, KO R, MAHADY GB, DOG TL, NANDAKUMARA DS, GIANCASPO GI, SHARAF M, GRIFTHS J. United States pharmacopeia safety evaluation of *Spirulina*. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 51, n. 7, p. 593-604, 2011.
- MATTIETTO, R. A.; LOPES, A. S.; MENEZES, H. C. Estabilidade do néctar misto de cajá e umbu. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n.3, p. 456-463, 2007.
- MENEZES, P. H. S.; SOUZA, A. A.; SILVA, E. S.; MEDEIROS, R. D.; BARBOSA, N. C.; SORIA, D. G. Influência do estágio de maturação na qualidade físico-química de frutos de umbu (*Spondias tuberosa*). **Scientia Agropecuaria**, v. 8, n. 1, p. 73-78, 2017.
- MITCHELL, J. D.; DALY, D.C. Revisão das espécies neotropicais de *Spondias* (Anacardiaceae). In: CONGRESSO NACIONAL DE BOTÂNICA, 46., 1995, São Paulo. **Anais...** São Paulo: Universidade de São Paulo: SBB, 1995. p.207.
- MOHAN, I. K.; KHAN, M.; SHOBHA, J. C.; NAIDU, M. U. R.; PRAYAG, A.; KUPPUSAMY, P.; KUTALA, V. K. Protection against cisplatin-induced nephrotoxicity by *Spirulina* in rats. **Cancer Chemotherapy and Pharmacology**, v. 58, n. 6, p. 802-808, 2006.
- MRIDHA, M. O. F.; JAHAN, M. A. A.; AKHTAR, N.; MUNSHIB, N. B. L.; NESSAC, Z. Study on hypoglycaemic effect of *Spirulina platensis* on long-evans rats. **Journal of Scientific & Industrial Research**, v. 45, n. 2, p. 163-168, 2010.

ODIN, A. P. Vitamins as antimutagens: advantages and some possible mechanisms of antimutagenic action. **Mutation Research**, v. 386, n. 1, p. 39-67, 1997.

OLIVEIRA, F. M. N.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Análise comparativa de polpas de pitanga integral, formulada e em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 8, n. 1, p. 25-33, 2006.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, n. 4, p. 641-650, 2010.

OROPEZA, J. M. A.; MASCHER, D.; DURAN, P. V. T.; FARIAS, J. M.; CARBAJAL, M. C. P. Effects of dietary Spirulina on vascular reactivity. **Journal of Medicinal Food**, v. 12, n.1, p. 15-20, 2009.

PAGEL, G. **Mercado árabe é bom negócio para fruticultores do Brasil**. ANBA-Agência de Notícias Brasil, 2009. Disponível em <<http://www2.anba.com.br/noticia/8528356/oportunidades-de-negocios/mercado-arabe-e-bom-negocio-para-fruticultores-do-brasil/>>. Acesso em 09 de abril de 2015.

PAO, T. K.; WATER, J. V.; GERSHWIN, M. E. Effects of a Spirulina based dietary supplement on cytokine production from allergic rhinitis patients. **Journal of Medicinal Food**, v. 8, n. 1, p. 27-30, 2005.

PELIZER, L. H.; DANESI, E. D.; RANGEL, C. O.; SASSANO, C. E .N.; CARVALHO, J. C. M.; SATO, S.; MORAES, I. O. Influence of inoculum age and concentration in Spirulina platensis cultivation. **Journal of Food Engineering**, v. 56, p. 371-375, 2003.

PEREIRA, B. **Processamento agrega valor: Frutas e derivados**. Publicação trimestral do IBRAF: São Paulo, 3ª ed., n. 1, p. 19-26, 2006.

PEREIRA, F. M.; RYOSUKE, K. Contribuição da pesquisa científica brasileira no desenvolvimento de algumas frutíferas de clima subtropical. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Volume Especial, p. 092-108, 2011.

PÉREZ-JIMÈNEZ, J. **Metodologia para la evaluación de ingredientes funcionales antioxidantes: efecto de fibra antioxidante de uva em status antioxidante y**

parâmetros de risco cardiovascular em humanos. 2007. 244p. Tese (doutorado)-Programa de Doutorado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos

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

RAVI, M.; DE, S. L.; AZHARUDDIN, S.; PAUL, S. F. D. The beneficial effects of *Spirulina* focusing on its immunomodulatory and antioxidant properties. **Nutrition and Dietary Supplements**, v. 2, n.1, p; 73-83, 2010.

RUFINO, M. S. M. **Propriedades funcionais de frutas tropicias brasileiras não tradicionais.** Mossoró: UFERSA, 2008, 263 p. Tese (Doutorado), Programa de Pós-Graduação em Fitotecnia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2008.

RUFINO, M.S.M.; FERNANDES, F.A.N.; ALVES, R.E.; BRITO, E.S. Free radical-scavenging behaviour of some north-east Brazilian fruits in a system. **Food Chemistry**, v.114, n.2, p.693-695, 2009.

SELMI, C.; LEUNG, P. S.; FISCHER, L.; GERMAN, B.; YANG, C. Y.; KENNY, T. P.; CYSEWSKI, G. R.; GERSHWIN, M. E. The effects of *Spirulina* on anemia and immune function in senior citizens. **Cellular & Molecular Immunology**, v. 8, n. 3, 248-154, 2011.

SHIRAIWA, Y.; GOYAL, A.; TOLBERT, N. E. Alkalization of the medium by unicellular green algae during uptake of dissolved inorganic carbon. **Plant Cell Physiology**, v. 34, n. 5, p. 649-657, 1993.

SHWETA, J.; SHIKHA, M.; SAMUEL, G. S. Potentiality of Petha (*Benincasa hispida*) waste for the growth of *Spirulina platensis*. **Agricultural Science Research Journal**, v. 2, n. 1, p. 133-135, 2011.

SILVA, F. A. S.; AZEVEDO, C. A. V. The Assistat Software Version 7.7 and its use in the analysis of experimental data. **African Journal of Agricultural Research**, v.11, n.39, p.3733-3740, 2016.

SOARES, A. A. J. **Avaliação físico-química e bromatológica da polpa de *Spondias purpurea* L (ciriguela) da região do semiárido central paraibano.** 2011. Dissertação

(Mestrado em Ciências Florestais) – Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Patos – PB, 2011.

SOARES, E. B.; GOMES, R. L. F.; MELLO E CARNEIRO, J. G.; NASCIMENTO, F. N.; SILVA, I. C. V.; COSTA, J. C. L. Caracterização Física E Química De Frutos De Cajazeira. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 28, n. 3, p. 518-519, 2006.

SOLVAL, K. M.; SUNDARARAJAN, S.; ALFARO, L.; SATHIVEL, S. Development of cantaloupe (*Cucumis melo*) juice powders using spray drying technology. **Food Science and Technology**, v. 46, n. 1, p. 287-293, 2012.

SOUSA, R. P.; FILGUEIRAS, H. A. C.; COSTA, J. T. A; ALVES, R. E.; OLIVEIRA, A. C. Armazenamento da ceriguela (*Spondia purpurea* L.) sob atmosfera modificada e refrigeração. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal-SP, v.22, n.3, p.334-338, 2000.

SOUZA, F. X.; COSTA, J. T. A.; LIMA, R. N.; CRISÓSTOMO, J. R. Crescimento e desenvolvimento de clones de cajazeira cultivados na Chapada do Apodi, Ceará. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v. 28, n. 3, p. 414-420, 2006.

STAHL, W.; SIES, H. Bioactivity and protective effects of natural carotenoids. **Biochemical and Biophysical Acta**, v. 1740, n. 2, p. 101-107, 2005.

STROHECHER, R. HENNING, H.M. **Analisis de vitaminas: métodos comprobados**. Madrid: Paz Montalvo, 1967. 428p.

TACO (**Tabela Brasileira de Composição de Alimentos**)/ NEPA(Núcleo de Estudos e pesquisas em Alimentação)-UNICAMP- 4ª Ed. Campinas – SP. NEPA – UNICAM, 2011.164p.

TANAKA, D. L. **Influência da desidratação por spray drying sobre o teor ácido ascórbico no suco de acerola (*Malpighia ssp*)**. 2007. 73f. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição) - Universidade Estadual Paulista “Professor Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), Araraquara-SP, 2007.

TSUCHIHASHI, N.; WATANABE, T.; TAKAI, Y. Effect of *Spirulina platensis* on caecum content in rats. **Chiba Hygiene College Bulletin**, v. 5, n. 2, p. 27-30, 1987.

YAMAMOTO, C.; SHIMADA, S.; FUJIWARA, Y.; LEE, J. B.; HAYASHI, T.; KAJI, T. Proteoglycans released from cultured bovine aortic endothelial cell layers by sodium

spirulan are both perlecan and biglycan. **Biological and Pharmaceutical Bulletin**, v. 28, n. 1, p. 32-36, 2005.

**CAPÍTULO II: COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE POLPA
MISTA DE SERIGUELA E *Spirulina platensis* FORMULADA COM
MALTODEXTRINA**

2.1 INTRODUÇÃO

A viscosidade é o principal parâmetro estudado em alimentos líquidos e semilíquidos, e é considerada o meio de fundamento para se caracterizar a textura do fluido.). Diversos fatores podem alterar o comportamento reológico de alimentos, influenciado pela sua composição quantitativa e qualitativa, dependente do seu tipo e dos tratamentos a que está sujeito durante o processo de fabricação, incluindo-se processos térmicos de aquecimento e/ou resfriamento (FEITOSA et al., 2015; VANDRESEN, et al., 2009).

A maltodextrina é um dos principais aditivos utilizados para auxiliar a secagem por aspersão de polpa de frutas. No entanto, a sua adição à polpa influencia diretamente a viscosidade da mistura e no processo de secagem (FERNANDES, et al, 2008).

O comportamento do fluxo de alimentos líquidos pode ser descrito por diversas equações. O tipo mais simples de comportamento reológico é o newtoniano, em que existe uma relação linear entre o estresse por cisalhamento e taxa de cisalhamento. No entanto, a maioria dos alimentos fluidos não apresenta comportamento tão simples, exigindo modelos mais complexos para sua caracterização. Os modelos mais utilizados são os de Ostwald-De-Waele (Lei da Potência), Herschel-Bulkley, Bingham, Mizrahi-Berk e Casson (TABILO-MUNIZAGA e BARBOSA-CÁNOVAS, 2005).

Neste contexto, torna-se imprescindível o estudo reológico, o qual correlaciona a tensão e a deformação, sendo capaz de descrever as propriedades do material em questão baseando-se em parâmetros derivados destas relações (ZHONG e DAUBERT, 2007).

Diante do exposto, este trabalho foi realizado com o objetivo de se determinar a influência da concentração de maltodextrina na viscosidade aparente da polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*, em diferentes temperaturas e identificar o modelo que melhor descreve o comportamento reológico das formulações.

2.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.2.1 Reologia de Produtos Alimentícios

De acordo com Scharamm (2000), a reologia descreve a deformação de um corpo quando sofre a influência de tensões. Corpos neste contexto são os sólidos, líquidos ou gases. Fluidos gases, tidos como fluidos ideais, escoam, ou seja, deformam-se de forma irreversível. A energia requerida para a deformação é dissipada dentro do fluido na forma de calor e não pode ser recuperada apenas pela remoção das tensões. Segundo Bird et al. (2004), reologia é a ciência que estuda as propriedades mecânicas dos materiais que determinam seu escoamento quando solicitados por forças externas. O campo da reologia compreende desde a mecânica de fluidos newtonianos até a elasticidade de Hooke.

De acordo com McClements (2007), a importância da reologia se dá em diferentes áreas da ciência dos alimentos. Muitas das propriedades de textura que os humanos percebem ao consumirem os alimentos são semelhantes às percepções reológicas na natureza, exemplos disso são: a cremosidade, suculência, maciez, suavidade e dureza. A estabilidade e aparência dos alimentos são características que comumente dependem das propriedades reológicas e de seus componentes. A reologia desempenha um papel relevante na indústria de alimentos, seja no desenvolvimento, fabricação e processamento de produtos alimentícios ou como uma ferramenta de controle, planejamento e monitoramento de processos industriais (SHARMA et al., 2000; HAMINIUK, 2005).

O comportamento de maior ou menor fluidez de um material depende da interação física entre as moléculas que o compõem e essa interação depende essencialmente das forças de atração ou repulsão entre as moléculas (BOBBIO e BOBBIO, 2003). A viscosidade é a propriedade do fluido que descreve a magnitude da resistência à forças cisalhantes do fluido (SHARMA et al., 2000). As informações sobre a viscosidade e o comportamento reológico de sucos de frutas podem ser utilizadas como o ponto de partida para elaboração de projetos e seleção de equipamentos a serem envolvidos no processamento de alimentos, pois esta propriedade afeta parâmetros operacionais (SILVA et al., 2005; OLIVEIRA, 2006).

De acordo com Silva et al. (2005) a definição de modelos adequados que descrevam o escoamento é necessária desde o planejamento para projeto de tubulações e

de bombas, bem como para os sistemas de agitação e mistura. Estes autores ressaltam ainda que o efeito da temperatura e da concentração de fluidos sobre o comportamento reológico precisa ser conhecido para que haja a compreensão e melhor dimensionamento de operações unitárias como tratamento térmico, congelamento e concentração.

Segundo Wang e Chang (1994) quando é feito o congelamento de polpa de frutas o efeito do processo de congelamento se dá pela alteração na consistência da polpa e pelas mudanças em sua composição, mudanças estas causadas por reações químicas durante o armazenamento à baixas temperaturas. A consistência da polpa e a aparência global são mais bem mantidas quando a polpa é congelada rapidamente. As medidas reológicas são consideradas como uma ferramenta analítica, a qual fornece uma melhor compreensão da organização estrutural dos alimentos. Vários fatores afetam o comportamento reológico das polpas de frutas, destacando-se entre estes, a temperatura, o teor de sólidos solúveis e o tamanho das partículas (HOLDSWORTH, 1971; VITALI e RAO, 1984)

2.2.2 Fluidos Newtonianos

Os fluidos newtonianos são aqueles que apresentam relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação, onde a viscosidade é influenciada pela temperatura e concentração, independente da taxa de deformação e tensão de cisalhamento inicial do fluido (CASTRO et al., 2001).

Segundo Sharma et al. (2000) este comportamento é frequentemente observado em vários produtos como sucos de frutas clarificados e despectinizados; leite, suco de maçã, suco de laranja, vinho, cerveja e água.

A equação 2.1 é a representação matemática do comportamento reológico dos fluidos newtonianos.

$$\sigma = \eta \dot{\gamma} \quad (\text{Eq. 2.1})$$

Onde:

σ = tensão de cisalhamento;

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

η = viscosidade do fluido ($\text{Pa} \cdot \text{s}$).

2.2.3 Fluidos não-Newtonianos

Os fluidos que não seguem comportamento igual aos fluidos newtonianos são chamados não-newtonianos (BIRD et al., 2004) e apresentam viscosidade que depende da tensão de cisalhamento aplicada ou do tempo de sua aplicação, onde a viscosidade deixa de ser um coeficiente para se tornar uma propriedade que varia de acordo com as condições com as quais o fluido se encontra, sendo denominada viscosidade aparente (NAVARRO, 1997).

Os fluidos não-newtonianos podem ser dependentes ou independentes do tempo. À temperatura e composição constantes, a viscosidade aparente depende apenas da taxa de deformação ou da tensão de cisalhamento.

As polpas de frutas que possuem grande quantidade de material particulado insolúvel são fluidos não-newtonianos (FERREIRA et al., 2002).

Muitos fluidos não-newtonianos podem ser descritos pela Equação 2.2, cuja viscosidade aparente (η_a) é função da taxa de deformação.

$$\eta_a = s/\gamma \quad (\text{Eq. 2.2})$$

Em que:

η_a = viscosidade aparente (Pa.s);

s = tensão de cisalhamento (Pa)

γ = taxa de deformação (s^{-1})

Os fluidos newtonianos apresentam valor de n igual a 1. Porém, os fluidos não-newtonianos apresentam valor de n diferente de 1; sendo que, para o fluido pseudoplástico, o índice de comportamento do escoamento (n) é menor que 1 e a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de cisalhamento. O inverso ocorre para fluido dilatante: o índice de comportamento do escoamento (n) é maior que 1 e a viscosidade aparente aumenta com a taxa de cisalhamento (TONELI et al., 2005).

2.2.3.1 Fluidos independentes do tempo

Os fluidos não-newtonianos independentes do tempo, quando em temperatura constante, possuem viscosidade aparente dependente apenas da taxa de deformação e

são subdivididos em três classes: fluidos pseudoplásticos, dilatantes e plásticos de Bingham (CASTRO et al., 2001).

Fluidos pseudoplásticos

São fluidos que apresentam comportamento reológico independente do tempo, sem tensão residual, e que começam a escoar sob a ação de tensões de cisalhamento infinitesimais; para esse tipo de fluido, observa-se que a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação (BENEDETTI, 2010).

Esses fluidos em repouso ficam em estado desordenado e, quando submetidos a uma tensão de cisalhamento, suas moléculas tendem a se orientar na direção da força aplicada. Quanto maior for a tensão exercida sobre o fluido, maior também será a ordenação deste; conseqüentemente, a viscosidade aparente será reduzida (HOLDSWORTH, 1971).

Fluidos dilatantes

Nesses fluidos a viscosidade aparente aumenta com o aumento da taxa de deformação, sendo o oposto dos fluidos pseudoplásticos. De acordo com CABRAL (2000), o fenômeno da dilatância pode ser explicado pela existência de um sistema de partículas densamente empacotado. Quando este sistema é submetido ao cisalhamento, ocorre uma separação das partículas antes que haja o deslizamento entre elas. Em consequência, ocorre um aumento global do volume e à medida que as tensões aumentam, as partículas passam a interagir entre si, aumentando assim a viscosidade do fluido.

Plástico de Bingham

Segundo McClements (2007), o fluido de Bingham se comporta como um sólido sob condições estáticas. Certa quantidade de força deve ser aplicada antes que o fluxo seja induzido (tensão inicial). Alguns exemplos de fluidos alimentícios que representam esse comportamento são: molhos de tomate, maionese, clara de ovo batida e margarina (BOURNE, 1982).

São fluidos que precisam de uma tensão de cisalhamento inicial para que haja fluxo ou movimentação do material. Uma vez atingida esta tensão, o fluido passa a

apresentar comportamento newtoniano e é chamado de plástico ideal (FERREIRA, 2002).

Segundo Gonçalves (1989) este comportamento pode ser encontrado em purê de batata, mostarda, chocolate fundido e creme batido.

2.2.3.2 Fluidos dependentes do tempo

Fluidos tixotrópicos

Esses fluidos são aqueles em que a viscosidade aparente diminui com o tempo, em condições de temperatura e taxa de deformação constante, este comportamento foi observado em purê de damasco. O comportamento tixotrópico dos fluidos significa a redução da resistência da estrutura dos alimentos durante a fase em que a tensão é aplicada, porém havendo uma completa recuperação da estrutura durante a fase em que não há mais tensão sendo aplicada ao fluido (fase de descanso do fluido). A tixotropia significa também que a trajetória do escoamento é importante para a determinação da viscosidade em processos como misturas, escoamento em tubos, centrifugação, entre outros processos onde a viscosidade continua a variando durante um longo período de tempo (TABILO-MUNIZAGA e BARBOSA-CÁNOVAS, 2005).

Fluidos reopéticos

Esses fluidos são aqueles em que a viscosidade aparente aumenta com o tempo, em condições de temperatura e taxa de deformação constante. Este comportamento não é comum em alimentos sendo verificado em soluções de amido altamente concentradas e por longos períodos (SHARMA et al., 2000).

2.2.3.3 Viscoelásticos

O comportamento reológico da maioria dos líquidos se encontra entre líquido e sólido, apresentando-se parcialmente viscosos e elásticos denominados, por isso mesmo, viscoelásticos (SHARMA et al., 2000).

2.2.4 Modelos reológicos

Os modelos reológicos são usados para uma melhor descrição do comportamento dos fluidos, permitindo relacionar as propriedades reológicas com

outras grandezas, como concentração, temperatura e índice de maturação. O conhecimento destas grandezas é indispensável no controle em linhas de produção, no projeto e dimensionamento dos processos (BRANCO, 1995).

A definição de modelos adequados à descrição do escoamento é necessária ao projeto de tubulações e de bombas e aos sistemas de agitação e de mistura. O efeito da temperatura e da concentração sobre o comportamento reológico precisa ser conhecido para o entendimento e dimensionamento de operações unitárias tais como tratamento térmico e concentração (SILVA et al., 2005).

Modelo Ostwald-de-Waele (Lei da Potência)

O modelo de Ostwald-de-Waele, que também pode ser encontrado com a denominação de Lei da Potência, é um dos modelos mais utilizados para descrever o comportamento dos fluidos não-newtonianos, pseudoplásticos ($n < 1$) e dilatantes ($n > 1$) em amplas faixas de taxa de deformação. Quando o valor de n é maior que a unidade, o fluido é classificado como dilatante, ou seja, a taxa de aumento da tensão de cisalhamento aumenta com o aumento da taxa de deformação. (RAO; ANANTHESWARAN, 1982). A representação matemática dos fluidos que possuem este comportamento é dada pela equação:

$$\tau = K(\dot{\gamma})^n \quad (\text{Eq. 2.3})$$

Onde: σ = tensão de cisalhamento (Pa); $\dot{\gamma}$ = taxa de deformação (s^{-1}); K = índice de consistência ($Pa \cdot s^n$); n = índice de comportamento do fluido (adimensional).

De acordo com Navarro (1997), através da Equação se observa que a equação se reduz ao modelo de Newton quando o índice de comportamento do fluido $n = 1$. Como o índice de consistência (K) não varia com a tensão de cisalhamento nem com taxa de deformação, é o índice n que fará a distinção entre os comportamentos dos fluidos e, desta maneira, quanto mais distante o n do fluido estiver do valor unitário, mais distante também o fluido estará do comportamento newtoniano.

Para $n > 1$, o fluido é dilatante;

Para $n = 1$, o fluido é newtoniano;

Para $n < 1$, o fluido é pseudoplástico.

Modelo de Casson

O modelo de Casson foi desenvolvido para uma suspensão de partículas interagindo em um meio newtoniano. É muito utilizado por ser simples e de fácil compreensão, além de ser necessário se observar que os valores encontrados de tensão inicial são extrapolações dos dados de tensão de cisalhamento e da taxa de deformação, ou seja, são parâmetros de ajuste estatístico e não propriedades de um material (BRANCO e GASPARETTO, 2003). A representação matemática dos fluidos que possuem este comportamento é dada pela equação:

$$\tau^{0,5} = K_{0C} + K_C \dot{\gamma}^{0,5} \quad (\text{Eq. 2.4})$$

onde: σ = tensão de cisalhamento (Pa); K_{0C} = tensão de cisalhamento inicial (Pa)^{0,5}; K_C = viscosidade plástica de Casson (Pa.s)^{0,5}; $\dot{\gamma}$ = taxa de deformação (s⁻¹).

Modelo de Bingham

Silva et al. (1989) descrevem o modelo de Bingham como uma correlação linear entre a tensão cisalhante e a taxa de deformação, mediante a ajuste de dois parâmetros, limite de escoamento (LE) e viscosidade plástica que podem ser vistos na seguinte equação.

$$\tau = \text{VP}_B \dot{\gamma} + \text{LE}_B \quad (\text{Eq. 2.5})$$

Onde: τ = tensão de cisalhamento (Pa); $\dot{\gamma}$ = taxa de deformação (s⁻¹); LE_B ou τ_0 = limite de escoamento ou tensão crítica (Pa); VP_B ou μ_p = Viscosidade plástica (Pa.s).

2.3 MATERIAL E MÉTODOS

Este trabalho foi realizado no Laboratório de Propriedades Físicas de Produto Agrícolas pertencente a Unidade Acadêmica de Engenharia de Alimentos, no Centro de Tecnologia e Recursos Naturais (CTRN) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), campus de Campina Grande, Paraíba.

2.3.1 Matéria-prima

Utilizou-se, para a realização desta pesquisa, Seriguela em estágio de maturação maduro, adquirida em um único fornecedor direto no município de Campina Grande. Também se empregou *Spirulina platensis* em pó, obtida na Fazenda Tamanduá, Santa Terezinha-PB e maltodextrina MOR-REX® 1910, dextrose equivalente 10 da Ingredion.

Após as etapas de seleção, lavagem e sanitização em água clorada a 50 ppm de cloro ativo por 15 minutos, os frutos foram despolpados em despolpadeira horizontal com malha de 2 mm de abertura com o intuito de obter um produto uniforme. A polpa foi homogeneizada e embalada em sacos de polietileno de baixa densidade com volume de 1000 mL, em seguida congelada e armazenada em câmara frigorífica a -18 °C até o momento da realização do experimento.

2.3.2 Formulações

Após testes preliminares, como intuito de obter a concentração ideal de espirulina adicionada a seriguela, conseguiu-se acrescentar até 3,0% de *Spirulina platensis* em pó à polpa de fruta. Anteriormente à etapa de congelamento foi necessário preparar formulações contendo diferentes concentrações de maltodextrina DE 10. Realizou-se homogeneização em triturador de alimentos 2 em 1, marca Britânia, durante 60 segundos, para as formulações apresentadas na tabela 3.1.

Tabela 2.1 Formulações de polpa mista com diferentes concentrações de maltodextrina

Formulação	Maltodextrina DE10 (%)
Polpa	0
P+S	0
M10	10
M20	20
M30	30

Onde: Polpa = polpa de seriguela *in natura*, P+S = polpa de seriguela adicionada de 3,0% de *Spirulina platensis*, M10 = P+S com 10% de maltodextrina, M20 = P+S com 20% de maltodextrina, M30 = P+S com 30% de maltodextrina.

2.3.3 Comportamento reológico

A determinação do comportamento reológico das formulações de polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* foi realizada a partir de leituras em viscosímetro programável DV-II rotativo marca Brookfield, acoplado a um banho termostático para controle da temperatura. Para realização das leituras utilizou-se os *spindles* números 05 e 06, em 13 velocidades de rotação (50, 60, 70, 80, 90, 100, 120, 135, 140, 150, 160, 180 e 200 rpm) e três temperaturas (10, 20 e 30 °C). Um Becker de 150 mL de parede dupla foi utilizado para medição, permitindo o controle de temperatura das amostras. O registro dos dados foi realizado após 30 segundos após o equilíbrio em cada velocidade. Os experimentos foram realizados em triplicata.

2.3.4 Modelos reológicos

Com os dados experimentais obtidos no viscosímetro para as diferentes amostras, calcularam-se as tensões de cisalhamento e as taxas de deformação, para as diferentes velocidades de rotação e temperaturas, utilizando-se a metodologia proposta por Mitschka (1982).

Na Tabela 3.2 estão apresentados os modelos reológicos de Ostwald-de-Waelle ou Lei da potência, Casson e Bingham, os quais foram ajustados às curvas da tensão de

cisalhamento em função da taxa de deformação para descrever o comportamento reológico das amostras, utilizando-se o programa computacional Statistica versão 8.0.

Tabela 2.2 Modelos matemáticos utilizados para representação dos dados reológicos

Modelo	Equação
Ostwald-de-Waele	$\tau = K(\dot{\gamma})^n$
Casson	$\tau^{0,5} = K_{0c} + K_c \dot{\gamma}^{0,5}$
Bingham	$\tau = VP_B \dot{\gamma} + LE_B$

Em que: τ – tensão de cisalhamento (Pa); $\dot{\gamma}$ – taxa de deformação (s^{-1}); K - índice de consistência (Pa.sⁿ); n - índice de comportamento do fluido (adimensional); LE_B ou τ_0 = limite de escoamento ou tensão crítica (Pa); VP_B ou μ_p = Viscosidade plástica (Pa.s).

2.3.5 Energia de ativação

Para a avaliação do efeito da temperatura sobre os valores da viscosidade aparente da polpa mista de Seriguela com *Spirulina platensis* foi utilizada a equação de Arrhenius. O valor da viscosidade aparente (Pa.s) em função do inverso da temperatura (K^{-1}) correspondente à taxa de deformação de $100s^{-1}$, valor de agitação usual na indústria (KROKIDA, MAROULIS e SARAVACOS, 2001), graficado com auxílio do programa computacional Statistica 7.0 pela equação:

$$\eta = \eta_0 \exp\left[\frac{E_a}{RT}\right] \quad (\text{Eq. 2.6})$$

em que: η - viscosidade aparente (Pa.s);

η_0 – viscosidade aparente inicial (Pa.s);

T - temperatura absoluta (K);

R - constante universal dos gases (0,008314 kJ/mol.°C);

E_a - energia de ativação para viscosidade (kJ/mol).

2.3.6 Análise dos dados

Como critério de seleção para o modelo que melhor se ajustou aos dados reológicos, utilizou-se o coeficiente de determinação (R^2), o desvio quadrático médio (DQM) e o desvio percentual médio (P).

Para o desvio quadrático médio, quanto menor o valor de DQM melhor foi a representação do modelo empregado. Utilizou-se a seguinte equação:

$$DQM = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{(TC_{pre} - TC_{exp})^2}{n}}$$

(Eq. 2.7)

Em que:

DQM = quadrado médio dos desvios (%)

TC_{exp} = valores obtidos experimentalmente

TC_{pred} = valores preditos pelo modelo

n = número de dados experimentais.

Enquanto que o desvio percentual médio foi calculado conforme a equação:

$$P = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{(X_{exp} - X_{teor})}{X_{exp}}$$

(Eq. 2.8)

em que:

P – desvio percentual médio (%);

X_{exp} – valores obtidos experimentalmente;

X_{teor} – valores preditos pelo modelo;

n – número de dados experimentais.

2.4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Verificou-se que a viscosidade aparente diminuiu com o aumento da taxa de deformação para todas as amostras, demonstrando propriedades pseudoplásticas, caracterizando-se como fluido não-newtoniano. Observou-se que quanto maior a tensão exercida sobre o fluido, maior foi sua ordenação, conseqüentemente a viscosidade reduziu.

O comportamento reológico de polissacarídeos está associado à estrutura molecular dos ingredientes, tornando seu conhecimento de fundamental importância para dimensionamento de condições de processo e avaliação da qualidade de produtos alimentícios (TONELI, et al. 2005).

A viscosidade é reduzida com o aumento da temperatura em todos os tratamentos de 10 a 30 °C. Vários fatores afetam o comportamento reológico das polpas de frutas, destacando-se a temperatura. Para Vidal et al. (2006), comumente a viscosidade das polpas das frutas sofre a influência da temperatura em razão da maioria destas se apresentar na forma de sólidos dispersos em meios líquidos, uma vez que o aumento da temperatura faz com que a viscosidade da fase líquida diminua, aumentando a mobilidade das partículas em suspensão, diminuindo conseqüentemente a viscosidade da polpa. Resultados semelhantes foram reportados por Feitosa et al. (2015) em estudo da viscosidade aparente de polpa de murta integral em diferentes temperaturas (15, 25 e 35 °C).

Maceiras et al. (2007) alegaram que existe uma tendência geral para que a viscosidade aparente diminua com o aumento da temperatura, conclusão obtida ao realizarem estudo sobre o comportamento reológico de diferentes polpas *in natura* e cozidas (framboesa, morango, pêssego e ameixa) nas temperaturas de 20 a 40 °C. A diminuição da viscosidade aparente com o aumento da temperatura foi reportado por Feitosa et al. (2015) em estudo da viscosidade aparente de polpa de murta integral nas temperaturas de 15 a 35 °C, por Kechinski et al. (2011) em estudo sobre a influência da temperatura (27, 40, 60, 70, 80 e 93 °C) nas formulações de polpa de mirtilo adicionada de goma xantana e frutose, por Vandrezzen et al. (2009) em suco de cenoura nas temperaturas de 8 a 85 °C.

Percebeu-se que a inclusão de três por cento de *Spirulina platensis* influenciou bastante a viscosidade aparente da polpa de seriguela. Também foi possível verificar o efeito da concentração de maltodextrina sobre a viscosidade aparente da polpa mista. Os maiores valores de viscosidade foram encontrados em M30.

Verificou-se que, para uma tensão de cisalhamento fixa, a taxa de deformação diminuiu com a elevação da temperatura, confirmando a característica de fluido não-newtoniano de comportamento pseudoplástico em todas as formulações estudadas. Este comportamento foi evidenciado por Faraoni et al. (2013) em sucos mistos de manga, goiaba e acerola, adicionados de fitoquímicos, em sete temperaturas (10-70°C), e por Oliveira et al. (2006), ao trabalharem com polpa de cupuaçu nas temperaturas de 30, 45 e 50 °C.

Nas Figuras 2.1 a 2.5, são apresentadas as curvas de tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação de polpa de seriguela, polpa mista de seriguela (P+S) e *Spirulina platensis*, e de suas formulações com maltodextrina (M10, M20, M30) para avaliados à temperatura de 10, 20 e 30 °C, onde os pontos representam os dados experimentais médios e suas respectivas curvas de ajuste obtidas com a utilização do modelo reológico da Lei da Potência.

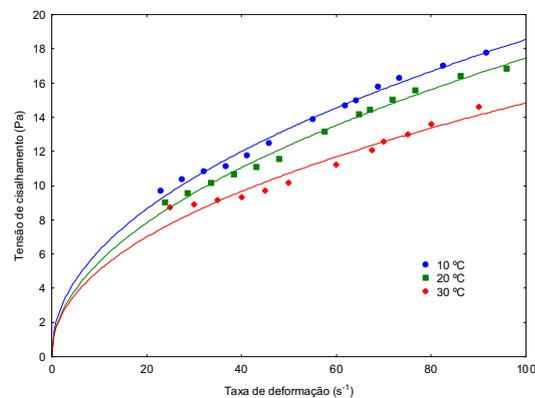


Figura 2.1 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela *in natura*

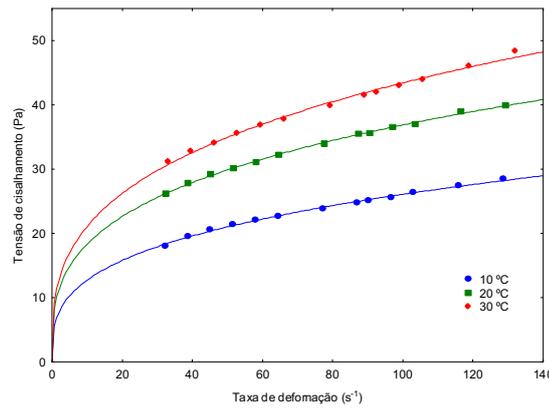


Figura 2.2 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*

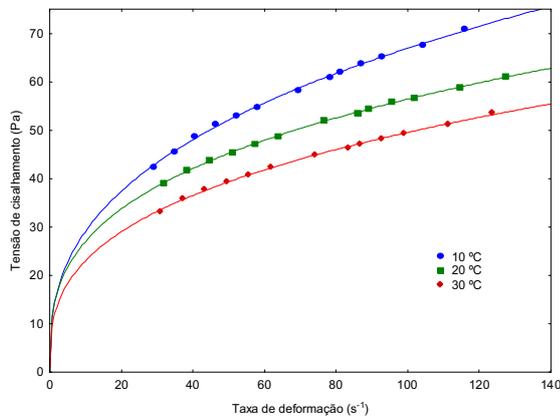


Figura 2.3 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela com *Spirulina platensis* M10

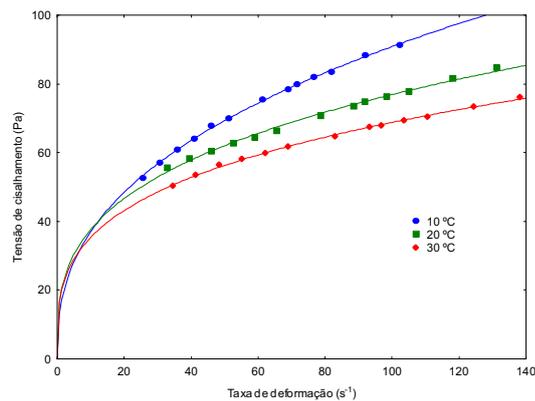


Figura 2.4 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela com *Spirulina platensis* M20

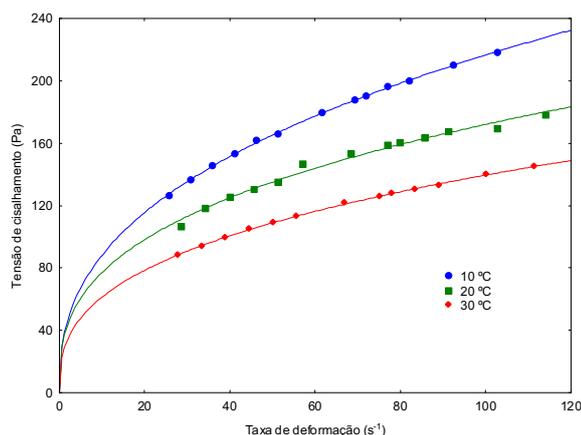


Figura 2.5 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela com *Spirulina platensis* M30

Encontram-se apresentados na Tabela 2.3 os valores dos parâmetros do modelo reológico de Ostwald-de-Waele, ajustados aos dados experimentais da curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação das formulações com diferentes concentrações de maltodextrina de polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis*, em diferentes temperaturas (10, 20 e 30°C), os coeficientes de determinação (R^2), os desvios quadráticos médios e os desvios percentuais médios (P).

A polpa formulada de seriguela com *Spirulina platensis* apresentou altos coeficientes de determinação (R^2), superiores a 95,798%, desvios quadráticos médios inferiores a 2,36 e valores de desvios percentuais médios (P) inferiores a 3,50%, os quais indicam que o modelo de Ostwald-de-Waele pode ser utilizado para estimar os dados reológicos da polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis* nas concentrações de maltodextrina e temperaturas avaliadas. Estudo com polpa de pequi em diferentes teores de sólidos solúveis e temperaturas (25 – 50 °C), Sousa et al. (2014) encontraram coeficientes de determinação acima de 0,82 e desvios percentuais médios inferiores a 10%, afirmando portanto que o modelo de Ostwald-de-Waele se ajustou aos dados experimentais. Outras pesquisas também mostraram ajuste satisfatório deste modelo reológico, tais como Guedes et al. (2010), estudando o comportamento reológico da polpa de melancia em temperaturas de 10 a 60 °C e em concentrações de 8, 17, 26 e 35 °Brix, com R^2 superior a 0,974; e Ferreira et al. (2008) com polpa de cupuaçu nas velocidades de rotação de 0,3 a 100 rpm e em temperaturas de 20 a 70 °C, que verificaram (R^2) superior a 0,94.

Tabela 2.3 Parâmetros do Modelo Ostwald-de-Waele, coeficiente de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e desvio percentual médio (P%) para formulações com diferentes concentrações de maltodextrina da polpa mista de seriguela e *Spirulina platenis*

Amostra	Temperatura (°C)	Parâmetros				
		K	n	R ² (%)	DQM	P %
Polpa	10	2,077300	0,475388	98,935	0,2689	1,80
	20	1,754472	0,498954	98,866	0,2765	1,94
	30	1,722165	0,467638	95,798	0,4428	3,49
P+S	10	6,196782	0,312115	99,578	0,1957	0,81
	20	9,110723	0,303576	99,823	0,1746	0,44
	30	10,22946	0,313988	99,379	0,3996	0,78
M10	10	12,65168	0,361709	99,868	0,3069	0,5
	20	12,93488	0,319789	99,925	0,1812	0,33
	30	10,69127	0,332991	99,867	0,2174	0,44
M20	10	15,02778	0,390740	99,907	0,3561	0,42
	20	18,39400	0,310665	99,377	0,7004	0,87
	30	18,16557	0,289176	99,773	0,3610	0,46
M30	10	35,94633	0,389964	99,926	0,7531	0,38
	20	34,54269	0,348700	98,549	2,5500	1,37
	30	26,94429	0,357161	99,932	0,4493	0,28

Ao se relacionar o índice de comportamento do fluido (K) em cada amostra se pôde observar que K diminuiu com o aumento da temperatura para a polpa “in natura”, enquanto que com a inclusão de *Spirulina* seu comportamento foi inverso. As amostras contendo 10 e 30% de maltodextrina (M10 e M30) apresentaram comportamento semelhante ao encontrado na polpa enquanto que não foi possível identificar comportamento definido para M20.

Ao se isolar as temperaturas, observou-se que para 10 °C houve aumento nos valores do índice de consistência do modelo de Ostwald-de-Waelle, tanto quando da inclusão da microalga, quanto do aumento da concentração de maltodextrina. Este mesmo comportamento foi verificado nas outras temperaturas, o que demonstra que a inclusão da *Spirulina* e o aumento de maltodextrina aumentam a consistência do fluido.

O índice de comportamento do fluido (n) variou entre 0,4 e 0,2, valores abaixo de 1, confirmando o comportamento não-newtoniano da polpa de seriguela, da polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* e de suas formulações contendo até 30 % de maltodextrina.

Ferreira et al. (2008), ao estudarem polpa de cupuaçu integral nas taxas de deformação de 0,3 a 300 s^{-1} , encontraram valores de n entre 0,23 e 0,42 em temperaturas de 10 a 60 °C. Quando $n = 1$, o fluido é newtoniano, n diferente da unidade indica fisicamente o grau de desvio ou o afastamento do fluido do comportamento newtoniano, sendo que se $n < 1$ o comportamento é pseudoplástico e se $n > 1$, é dilatante (TONELI et al., 2005).

Nas Figuras 2.6 a 2.10, encontram-se as curvas de tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação de polpa de seriguela, polpa mista de seriguela (P+S) e *Spirulina platensis*, e de suas formulações com maltodextrina (M10, M20, M30) para avaliados à temperatura de 10, 20 e 30 °C, onde os pontos representam os dados experimentais médios e suas respectivas curvas de ajuste obtidas com a utilização do modelo reológico de Casson.

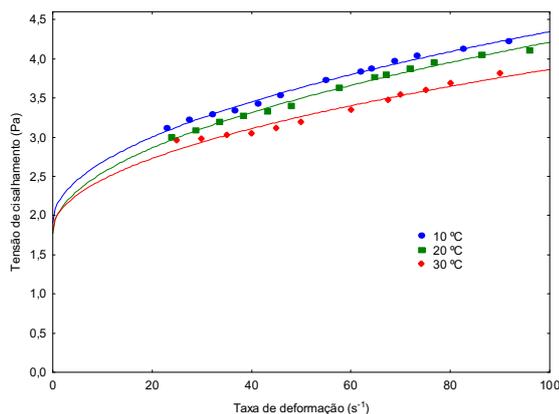


Figura 2.6 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela *in natura*

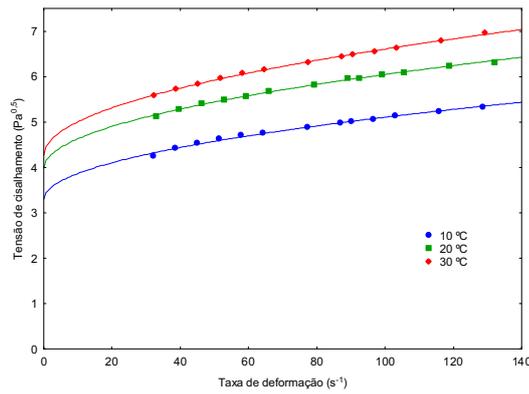


Figura 2.7 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*

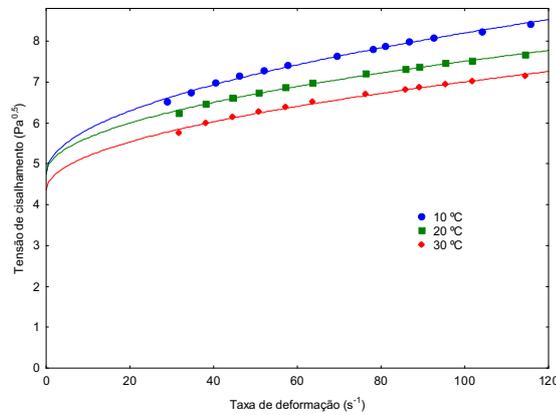


Figura 2.8 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* M10

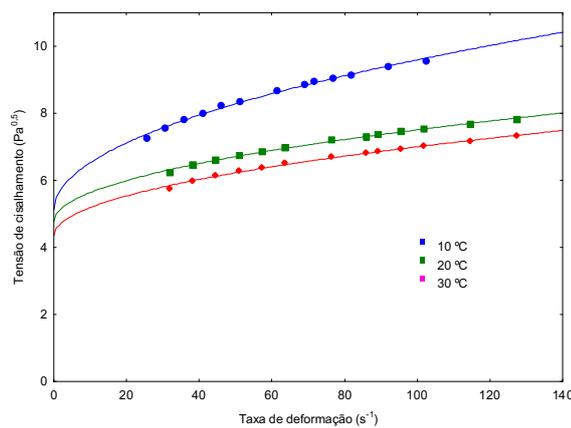


Figura 2.9 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* M20

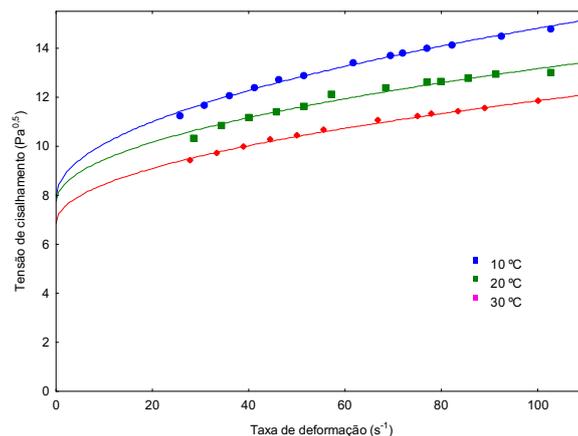


Figura 2.10 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* M30

São apresentados na Tabela 2.4 os valores dos parâmetros do modelo reológico de Casson, ajustados aos dados experimentais da curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação da polpa mista de seriguela com *Spirulina*, com diferentes concentrações de maltodextrina (0, 10, 20 e 30%), a 10, 20 e 30 °C, seus coeficientes de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e os desvios percentuais médios (P%).

Os valores encontrados para os coeficientes de determinação para o modelo de Casson foram altos, superiores a 96,884%, desvios quadráticos médios inferiores a 0,16 e valores de desvios percentuais médios (P) inferiores a 1,70%, os quais indicam que o modelo de Casson se ajustou bem aos dados reológicos da polpa mista de seriguela e *Spirulina platenis* nas concentrações de maltodextrina e temperaturas avaliadas.

No modelo de Casson observou-se influência da composição da polpa com aumento da tensão inicial de cisalhamento (K_{0C}) entre as formulações. O coeficiente de viscosidade plástica (K_C) manteve-se abaixo de 0,70, o que permitiu verificar a característica não-newtoniada de caráter pseudoplástico da polpa mista de seriguela com *Spirulina* e suas formulações com maltodextrina. Grangeiro et al. (2007), identificaram comportamento semelhante na polpa do figo da índia com diminuição dos valores do parâmetro K_{0C} com o aumento da temperatura, e aumento desses valores com a elevação da concentração. Fernandes et al. (2008), em pesquisa sobre o comportamento reológico de emulsões de umbu-cajá em função da concentração de maltodextrina (0, 2,5, 5,0 e 7,5%), nas temperaturas de 10 a 50 °C, observaram R^2 superiores a 0,831 e desvios percentuais médios inferiores a 9,60%. Pereira et al. (2012), em pesquisa sobre o

comportamento de goiaba cv. Paluma com diferentes teores de sólidos solúveis (8, 10 e 12 °Brix) e temperaturas (10 – 50 °C) constataram coeficientes de determinação acima de 0,8 e os erros percentuais abaixo de 5%, afirmando um ajuste razoável do modelo aos dados de polpa de goiaba com 12 °Brix.

Tabela 2.4 Parâmetros do Modelo Casson, coeficiente de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e desvio percentual médio (P%) para formulações com diferentes concentrações de maltodextrina da polpa mista de seriguela e *Spirulina platenis*

Amostra	Temperatura (°C)	Parâmetro				
		K_{OC}	Kc	R^2 (%)	DQM	P %
Polpa	10	1,911548	0,243592	99,291	0,0299	0,68
	20	1,772171	0,243950	99,089	0,0348	0,81
	30	1,806707	0,205915	96,884	0,0541	1,63
P+S	10	3,292059	0,181238	99,287	0,0265	0,40
	20	3,973765	0,207242	99,676	0,0206	0,28
	30	4,262301	0,234417	99,869	0,0146	0,19
M10	10	4,747924	0,345090	99,439	0,0424	0,48
	20	4,769922	0,273821	99,555	0,0314	0,35
	30	4,349253	0,269240	99,446	0,0339	0,38
M20	10	5,109990	0,448586	99,636	0,0550	0,54
	20	5,698639	0,306107	99,931	0,0140	0,14
	30	5,608381	0,267074	99,489	0,0342	0,34
M30	10	7,908051	0,690413	99,42	0,0811	0,53
	20	7,729914	0,543140	97,083	0,1597	0,96
	30	6,865426	0,498906	99,521	0,0555	0,44

As Figuras 2.11 a 2.15, mostram as curvas de tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação de polpa de seriguela, polpa mista de seriguela (P+S) e *Spirulina platenis*, e de suas formulações com maltodextrina (M10, M20, M30) para

avaliados à temperatura de 10, 20 e 30 °C, onde os pontos representam os dados experimentais médios e suas respectivas curvas de ajuste obtidas com a utilização do modelo reológico de Bingham.

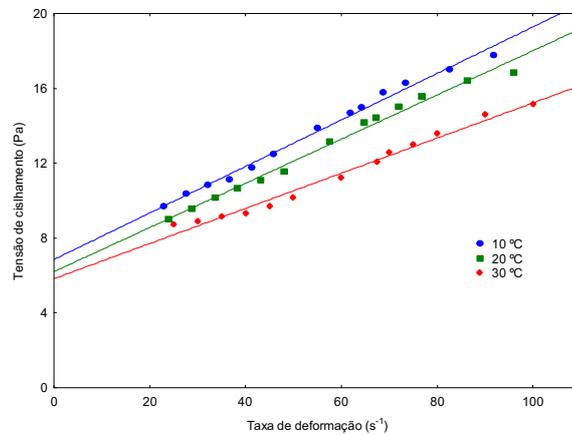


Figura 2.11 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa de seriguela *in natura*

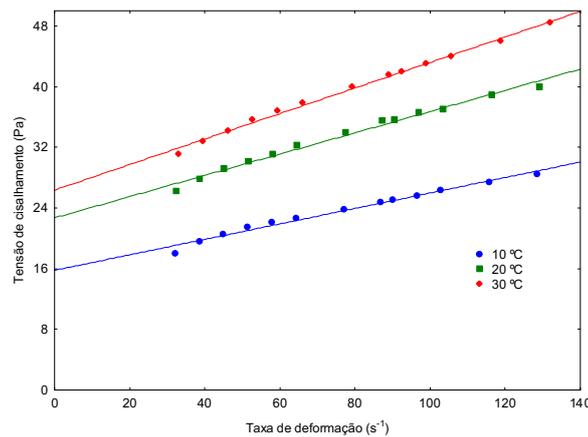


Figura 2.12 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*

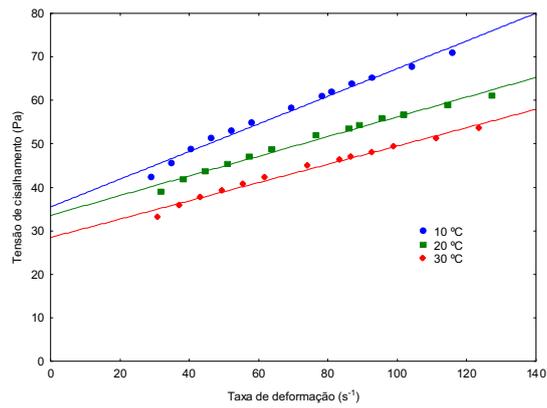


Figura 2.13 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* M10

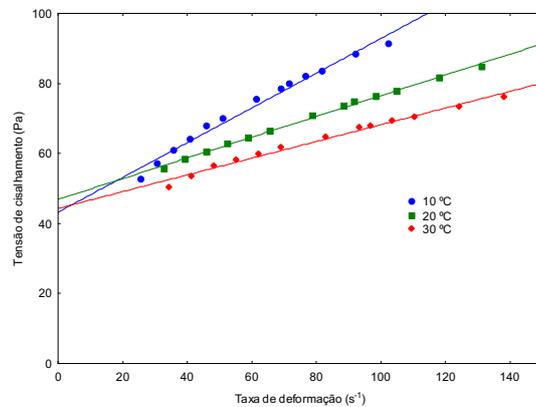


Figura 2.14 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* M20

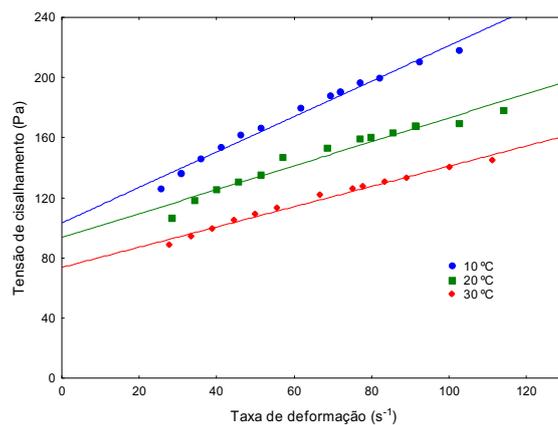


Figura 2.15 Valores experimentais e preditos pelo modelo de Bingham, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação para Polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* M30

Encontram-se apresentados na Tabela 2.5 os valores dos parâmetros do modelo reológico de Bingham, ajustados aos dados experimentais da curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação das formulações com diferentes concentrações de maltodextrina de polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis*, em diferentes temperaturas (10, 20 e 30°C), os coeficientes de determinação (R^2), os desvios quadráticos médios e os desvios percentuais médios (P).

O modelo de Bingham apresentou valores de coeficientes de determinação, acima de 94,050%, DQMs abaixo de 4,78 e desvios percentuais médios abaixo de 2,67%, com um bom ajuste aos dados obtidos neste estudo. Sato e Cunha (2007) verificaram que o modelo de Bingham apresentou coeficientes de determinação superiores a 95,70% para polpa de jaboticaba nas temperaturas de 5, 25, 45, 65 e 85 °C, corroborando com os resultados encontrados nesta pesquisa.

No modelo de plástico de Bingham entende-se que determinados fluidos necessitam de uma tensão inicial (τ_0) para que a movimentação aconteça, sendo que abaixo dos valores de τ_0 a movimentação é nula. Através deste parâmetro foi possível relacionar tanto a influência da microalga quanto da maltodextrina nas amostras. O comportamento da polpa de seriguela *in natura* demonstrou que o aumento da temperatura reduziu sua τ_0 , enquanto que o efeito da inclusão de *S. platensis* fez com que o aumento da temperatura apresentasse uma maior tensão inicial de cisalhamento, provavelmente devido à característica da microalga de formar gel e sua composição rica em proteínas. Já quando realizou-se a inclusão da maltodextrina o comportamento da polpa mista se assemelhou ao da polpa de seriguela, pois o aumento da temperatura reduziu a τ_0 , como o esperado. Observou-se também que a tensão inicial aumentou consideravelmente para todas as formulações, com os resultados de M30 de duas a três vezes superiores os encontrados em M20 e M10, respectivamente.

Tabela 2.5 Parâmetros do Modelo Bingham, coeficiente de determinação (R^2), desvios quadráticos médios (DQM) e desvio percentual médio (P%) para formulações com diferentes concentrações de maltodextrina da polpa mista de seriguela e *Spirulina platenis* em função da velocidade de rotação e temperatura

Amostra	Temperatura (°C)	Parâmetro				
		τ_0	K	R^2 (%)	DQM	P %
Polpa	10	6,854594	0,124306	99,247	0,2262	1,30
	20	6,201136	0,118120	98,783	0,2864	1,57
	30	5,828965	0,093933	98,357	0,2769	2,28
P+S	10	15,78275	0,101971	98,453	0,3745	1,26
	20	22,69685	0,140150	99,741	0,4659	1,16
	30	26,36211	0,168228	99,56	0,3365	0,73
M10	10	35,50006	0,318088	98,45	1,0526	1,7
	20	33,55650	0,226606	98,457	0,8227	1,35
	30	28,46852	0,210352	98,431	0,7479	1,44
M20	10	43,24271	0,495917	98,278	1,5305	1,81
	20	46,87398	0,296387	99,674	0,5070	0,59
	30	44,32140	0,238741	98,503	0,9265	1,29
M30	10	103,3583	1,178213	98,366	3,5504	1,78
	20	93,51565	0,797010	94,951	4,7744	2,66
	30	73,69543	0,673148	98,449	2,1420	1,61

Na Tabela 2.6 apresentam-se os valores de energia de ativação (E_a) das formulações contendo maltodextrina de polpa mista de Seriguela com *Spirulina* e seus respectivos coeficientes de determinação.

Neste estudo, as magnitudes da energia de ativação das amostras para toda a faixa de temperatura foram determinadas por análise de regressão linear da equação de Arrhenius. Os valores de R^2 foram iguais ou superiores a 94%, indicando um bom ajuste da equação de Arrhenius, sendo os valores atribuídos a formulação F2 com o

melhor ajuste, coeficiente de determinação acima de 99%. De acordo com Bezerra et al. (2013), a energia de ativação está relacionada com a interação entre moléculas, os valores encontrados para podem indicar se a viscosidade do produto é maior ou menos influenciada pela variação de temperatura. Os mesmos autores observaram que suco misto de frutas tropicais (acerola, maracujá e cajá) apresentaram E_a variando de 4,27 a 4,66 Kcal.g.mol⁻¹. Conforme observado por Nindo et al. (2007), provavelmente existem algumas interações promovidas por altas temperaturas que poderia afetar a dependência de temperatura do índice de consistência. Energia de ativação mais alta significa que a viscosidade aparente é relativamente mais sensível à mudança de temperatura (KAYA e SÖZER, 2005; HAMINIUK et al., 2006).

Tabela 2.6 Energia de ativação das formulações de polpa mista de Seriguela com Spirulina e seus respectivos coeficientes de determinação

Formulação	E_a KJ.g ⁻¹ .mol ⁻¹	R ² %
Polpa	5,63	95,854
P+S	10,20	97,693
M10	6,83	94,032
M20	3,41	99,737
M30	11,98	98,745

Polpa = polpa de seriguela *in natura*, P+S = polpa de seriguela adicionada de 3,0% de *Spirulina platensis*, M10 = P+S com 10% de maltodextrina, M20 = P+S com 20% de maltodextrina, M30 = P+S com 30% de maltodextrina.

2.5 CONCLUSÕES

A polpa mista de Seriguela com *Spirulina platensis* adicionada maltodextrina DE10 foi classificada, em todas as formulações estudadas, como fluido não newtoniano de caráter pseudoplástico.

Os modelos reológicos de Ostwald-de-Waele, Casson e Bingham se ajustaram bem aos dados experimentais. Para o modelo da Lei da Potência os coeficientes de determinação (R^2) foram superiores a 95,79%, desvios quadráticos médios (DQM) inferiores a 2,37 e desvio percentual médio (P%) abaixo de 3,50%. Enquanto que para o modelo reológico de Casson os parâmetros foram $R^2 > 96,88\%$, $DMQ < 0,16$ e $P < 1,65\%$, já no modelo de Bingham registrou-se $R^2 > 94,95\%$, $DMQ < 4,78$ e $P < 2,67\%$.

O efeito da temperatura sobre a viscosidade aparente foi descrita pela equação de Arrhenius, cujas amostras M30 e P+S apresentaram maior influência da temperatura, com altos valores de Energia de ativação, 11,98 e 10,20 $\text{KJ.g}^{-1}.\text{mol}^{-1}$.

2.6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BENEDETTI, P. C. D. **Caqui em pó: influência de aditivos e do método de secagem**. 2010. 129 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos) - Universidade Estadual Paulista, Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas. São José do Rio Preto.

BEZERRA, C. V.; SILVA, L. H. M.; COSTA, R. D. S.; MATTIETTO, R. A.; RODRIGUES, A. M. C. Comportamento reológico de suco misto elaborado com frutas tropicais. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 16, n. 2, p. 155-162, 2013. DOI: [10.1590/S1981-67232013005000020](https://doi.org/10.1590/S1981-67232013005000020).

BOBBIO, F. O.; BOBBIO, P. A. **Manual de laboratório de química de alimentos**. 1. ed. São Paulo: Varela, 2003. 135 p.

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

BRANCO, I. G.; GASPARETTO, C. A. Aplicação da metodologia de superfície de resposta para o estudo do efeito da temperatura sobre o comportamento reológico de misturas ternárias de polpa de manga e sucos de laranja e cenoura. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, p. 166-171, 2003.

BRANCO, I. G. Suco de laranja concentrado – comportamento reológico a baixas temperaturas. 91f. **Dissertação** (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 1995.

CABRAL, R. A. F. **Influência da Temperatura e Fração de Água nos Parâmetros Reológicos do Extrato de Café**. 2000. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP). São José do Rio Preto.

CASTRO, A. G.; COVAS, J. A.; DIOGO, A. C. **Reologia e suas aplicações industriais**. Lisboa: Ciência e Técnica/Instituto PIAGET, 2001. 462 p.

FARAONI, A. S.; RAMOS, A. M.; GUEDES, D. B.; MOACIR, M. R.; PINTO, R. Propriedades reológicas de sucos mistos de manga, goiaba e acerola adicionados de fitoquímicos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.16, p. 21-28, 2013.

FEITOSA, R. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; SOUZA, E. P.; SILVA, V. M. Viscosidade aparente da polpa de murta integral em diferentes temperaturas. **Revista Caatinga**, vol. 28, n.4, pp.235-243, 2015. Doi: <http://dx.doi.org/10.1590/1983-21252015v28n426rc>.

FERNANDES, T. K. S.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; MELO, K. S.; FERREIRA, G. M.; GUIMARÃES, M. J. O. C.; MAIA, M. C. A. Efeito da Temperatura e Taxa de Cisalhamento nas Propriedades de Escoamento da Polpa de Cupuaçu (*T. grandifl orum* Schum) integral. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v.30, n. 2, p. 385-389, 2008.

FERREIRA,G.M.;QUEIROZ,A. J. M.; CONCEIÇÃO, R. S.; GASPARETTO, C. A. Efeito da temperatura no comportamento reológico das polpas de caju e goiaba. **Revista Ciências Exatas e Naturais**, v.4, n.2, p. 175-183, 2002.

GONÇALVES, J. R. **Introdução à reologia de alimentos fluidos: reologia e textura de alimentos**. Campinas: ITAL, 1989. Cap. 2, p. 6-11.

GUEDES, D. B.; RAMOS, A. M.; DINIZ, M. D. M. S. Efeito da Temperatura e da Concentração nas Propriedades Físicas da Polpa de Melancia. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 13, n. 4, p. 279-285, 2010. DOI:[10.4260/BJFT2010130400037](https://doi.org/10.4260/BJFT2010130400037).

HAMINIUK, C. W. I. **Comportamento reológico e fracionamento péctico das polpas integrais de araçá (*Psidium cattleianum sabine*) e amora-preta (*Rubusspp.*)**. 2005. 85 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

HOLDSWORTH,S.D.Applicabilityofrheologicalmodelstotheinterpretationof flow and processing behaviour of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, v.2, n. 4, p. 393-418, 1971.

KAYA, A.; SÖZER, N. Rheological behavior of sour pomegranate juice concentrates (*Punica granatum* L.). **International Journal of Food Science and Technology**, v. 40, p. 223–227, 2005.

KECHINSKI, C. P. et al. Rheological behavior of blueberry (*Vaccinium ashei*) purees containing xanthan gum and fructose as ingredients. **Food Hydrocolloids**, Wrexham, v. 25, n. 3, p. 299-306, 2011.

KROKIDA, M. MAROULIS, Z.; SARAVACOS, G. Rheological properties of fluid fruit and vegetable puree products: compilation of literature data. **International Journal of Food Properties**, v. 4, n. 2, p. 179-200, 2001.

LEITE, J. T. de C.; PARK, K. J.; RAMALHO, J. R. P.; FURLAN, D. M. Caracterização reológica das diferentes fases de extrato de inulina de raízes de chicória, obtidas por abaixamento de temperatura. **Engenharia Agrícola**, v. 24, n. 1, p. 202-210, 2004.

MACEIRAS, R.; ÁLVAREZ, E.; CANCELA, M. A. Rheological properties of fruit purees: effect of cooking. **Journal of Food Engineering**, London, v. 80, n. 3, p. 763-769, 2007.

MCCLEMENTS, J. **Food Biopolymers and Colloids Research Laboratory**. 2007. University of Massachusetts Amherst. Disponível em: <<http://people.umass.edu/mcclemen/Group.html>>. Acesso em: 06 mar. 2018.

MITSCHKA, P. Simple conversion of brookfield RVT: readings into viscosity functions. **Rheologica Acta**, v.21, n.2, p.207-209, 1982.

NAVARRO, R. F. **Fundamentos de reologia de polímeros**. Caxias do Sul: Universidade de Caxias do Sul, 1997. 264 p.

NINDO, C. I.; TANG, J.; POWERS, J. R.; SINGH, P. Viscosity of Blueberry and Raspberry Juices for Processing Applications. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 69, n. 3, p. 343-350, 2005. DOI: [10.1016/j.jfoodeng.2004.08.025](https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.08.025)

OLIVEIRA, F. M. N. **Secagem e Armazenamento da Polpa de Pitanga**. 2006. 197 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, UFCG, Campina Grande, PB.

OLIVEIRA, F. M. N.; FREITAS, J. C. O.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. Viscosidade de polpa de cupuaçu sob aquecimento. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Agrícola, 35., 2006, João Pessoa. **Anais...** Jaboticabal: Sociedade Brasileira de Engenharia Agrícola, 2006. CD ROM.

PELEGRINE, D. H.; VIDAL, J. R. M. B.; GASPARETTO, C. A. Estudo da viscosidade aparente das polpas de manga (Keitt) e abacaxi (Pérola). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 20, n. 1, 2000.

PEREIRA, N. J.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIREDO, R. M. F.; NUNES, J. T.; GOMES, J. P. Comportamento reológico de polpa de goiaba cv. Paluma. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.14, n. Especial, p.479-496, 2012.

RAO, M. A.; ANANTHESWARAM, R. C. Rheological of fluids in food processing. **Food Technology**, v. 36, p. 116-126, 1982.

SCHARAMM, G. **A practical approach to rheology and rheometry**. 2 ed. Karlsruhe, Germany, 2000.

SHARMA, S. K.; MULVANEY, S. J.; RIZVI, S. S. H. **Food processing engineering: theory and laboratory experiments**. United States of America : Wiley-Interscience. 348p. 2000.

SILVA, F. C.; GUIMARÃES, D. H. P.; GASPARETTO, C. A. Reologia do suco de acerola: efeitos da concentração e temperatura. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 1, p. 121-126, 2005.

SILVA, L. M. M.; MAIA, G. A.; FIGUEIREDO, R. W. F.; RAMOS, A. M.; GONZAGA, M. L. C.; LIMA, A. S. Comportamento reológico de bebidas mistas de cajá e manga adicionadas de prebióticos. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Curitiba, v. 30, n. 1, p. 75-82, 2012.

SILVA, M. G. P.; et al. Avaliação de equações pertinentes aos projetos hidráulicos com fluidos de perfuração, pastas de cimento e fluidos de completção no escoamento tubular e anular, **Relatório Técnico Interno**, n° 675–12009, Vol.1, CENPES/PETROBRAS, 1989.

SOUSA, E. P.; QUEIROZ, A. J. M.; LEMOS, D.M. Comportamento reológico e efeito da temperatura da polpa de pequi em diferentes concentrações. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.17, n.3, p.226-235, 2014.

TABILO-MUNIZAGA, G., BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. Rheology for the food industry. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 67, n.1, p. 147–156, 2005. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2004.05.062

BIRD, R.B.; STEWART, W. E., LIGHTFOOT, E. N. **Fenômenos de Transporte**. 2 ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos, 2004.

TONELI, J. T. C. L.; MURR, F. E. X.; PARK, K. J. Estudo da reologia de polissacarídeos utilizados na indústria de alimentos. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.7, p.181-204, 2005.

TONELI, J. T. C. L.; MURR, F. E. X.; PARK, K. J. Estudo da Reologia de Polissacarídeos Utilizados na Indústria de Alimentos. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 7, n. 2, p. 181-204, 2005.

VANDRESEN, S.; QUADRI, M. G. N.; SOUZA, J. A. R.; HOTZA, D. Temperature effect on the rheological behavior of carrot juices. **Journal of Food Engineering**, London, v. 92, n. 3, p. 269–274, 2009.

VIDAL, J. R. M. B.; SIERAKOWSKI, M-R; HAMINIUK, C. W. I.; MASSON, M. L. Propriedades reológicas da polpa de manga (*Mangifera indica* L. cv. Keitt) centrifugada. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 30, n. 5, p. 955-960, 2006.

VITALI, A. A.; RAO, M. A. Flow properties of low pulp concentrated orange juice - serum viscosity and effect of pulp content. **Journal of Food Science**, v.49, n. 3, p. 876–881, 1984.

WANG, C. C. H.; CHANG, K. C. Beet pulp and isolated pectin physicochemical properties as related to freezing. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 6, p. 113-1154, 1994.

ZHONG, Q.; DAUBERT, C. R. Food rheology. In: KUTZ, M. (Ed.). **Handbook of farm, dairy and food machinery**. Heidelberg: Elsevier, 2007. p. 391-414.

**CAPÍTULO III: CINÉTICA DE CONGELAMENTO DE
FORMULAÇÕES PARA OBTENÇÃO DE POLPA DE SERIGUELA
E SPIRULINA LIOFILIZADA**

3.1 INTRODUÇÃO

O conhecimento das propriedades térmicas de polpa congelada é essencial para calcular a distribuição de temperatura durante o congelamento e armazenamento congelado, e estimar tempo de congelamento. Os engenheiros de alimentos estão interessados em prever tempos de congelamento, a fim de estimar a refrigeração, requisitos para os sistemas de congelamento, e para projetar equipamento necessário para um processamento eficaz. Energia eficiência, confiabilidade, segurança e qualidade do produto final também devem ser considerados (DELGADO e SUN, 2001).

O tempo de congelamento é o fator de maior criticidade para a escolha de um sistema de congelamento, devido às diferenças da temperatura inicial, no tamanho e forma dos alimentos, no ponto de congelamento e na taxa de formação dos cristais de gelo entre diferentes pontos do alimento. Além de mudanças na densidade, condutividade térmica, calor específico e na difusividade térmica com a redução de temperatura do alimento (FELLOWS, 2006). Para a eficiência do sistema de congelamento é imprescindível o conhecimento do tempo despendido para este processo. Os requisitos para o tempo de congelamento estabelecem a capacidade do sistema e influenciam diretamente na qualidade do produto (CAVALCANTI MATA et al. 2003).

Portanto o objetivo nesta pesquisa foi estudar a cinética de congelamento de formulações contendo diferentes concentrações de maltodextrina em polpa mista de seriguela e *Spirulina*, nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C, determinando sua difusividade térmica efetiva para referido intervalo de temperatura.

3.2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.2.1 Congelamento de alimentos

De acordo com Welty-Chanes et al. (2005) o congelamento é uma operação unitária que visa o aumento da vida de prateleira dos alimentos perecíveis. Sendo o procedimento utilizado para a conservação de alimentos desde os tempos pré-históricos. Heldman (1992) e Jul (1984) citam que o homem primitivo observou que alimentos perecíveis podiam ser mantidos, quase que indefinidamente e com a mesma qualidade, quando em temperaturas climáticas baixas, permanecendo assim durante o tempo congelados, havendo também relatos documentais que indicam o congelamento como um método de conservação a aproximadamente 180 anos e tornou-se uma etapa indispensável na manipulação e na distribuição de alimentos em muitos países desenvolvidos. Silva (2000) adverte que a produção mecânica do frio industrial teve início somente na segunda metade do século XIX, juntamente com a circulação do ar forçado.

O congelamento é um dos melhores métodos empregados para a conservação de um produto, com transformações mínimas, que preservam seu valor nutritivo e sensorial, além de outros fatores referentes à qualidade. Através do princípio a redução da temperatura do produto, a fim de minimizar as atividades microbiológicas e enzimáticas esse processo age retardando as taxas de reação de deterioração, promovendo o aumento de sua vida de prateleira (ASHRAE, 1998). Nos alimentos congelados, a qualidade final está relacionada com as condições empregadas durante o processo de congelamento e com as condições de armazenamento.

De acordo com Pardi et al. (2001) muitos tipos diferentes de alimentos podem ter sua vida de prateleira estendida pelo congelamento, tais como frutas, produtos cárneos, aves e peixes, porém, apresentam custo de produção, transporte e armazenamento relativamente elevados. As temperaturas recomendadas para o armazenamento são a partir de -18 °C. Durante o armazenamento devem-se evitar as flutuações de temperatura, tendo em vista que isso pode provocar recristalizações, com o aumento do tamanho dos cristais de gelo, característica prejudicial para a textura dos produtos (FELLOWS, 2006).

No congelamento de alimentos, três etapas merecem a atenção do profissional em alimentos: o congelamento propriamente dito, a estocagem e o descongelamento. Métodos de congelamento têm sido estudados a fim de minimizar as alterações químicas e físicas que deles decorrem. O principal fator de estudo é como a velocidade de congelamento influencia as características do produto final. Variações nas temperaturas das câmaras são problemas observados nas indústrias e levam à depreciação da qualidade do produto. Já o descongelamento dos alimentos é importante, devido às diferenças existentes entre as propriedades de transporte de energia na forma de calor entre a água e o gelo, ou seja, a forma como se processa o congelamento não é a mesma de como ocorre o descongelamento (COLLA e HERNANDEZ, 2003).

O congelamento envolve o decréscimo da temperatura a até $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou abaixo, a cristalização da água e dos solutos. Esses efeitos não ocorrem individualmente, mas simultaneamente, compreendendo a redução da temperatura sem mudança de fase e a cristalização. Antes do congelamento, o calor sensível é removido para diminuir a temperatura do alimento até a temperatura inicial de congelamento, abaixo do ponto de congelamento da água pura, devido às substâncias dissolvidas nas soluções que formam o alimento (BECKER e FRICKE, 1999). Essa etapa consiste na redução da temperatura abaixo do ponto de congelamento da água, sem mudança de fase.

Para Demodaran et al. (2008) a cristalização é a formação de uma fase sólida organizada em uma solução. O processo de cristalização envolve a nucleação e o crescimento de cristais. O crescimento de cristais é simplesmente o alargamento dos núcleos formados na fase de nucleação, ocasionado pela adição de moléculas de água ao núcleo de cristalização. Dessa forma evidencia-se que a nucleação e cristalização ocorrem simultaneamente.

No início do congelamento, parte da água livre do alimento cristaliza-se, ocasionando a concentração do restante da solução e redução de seu ponto de congelamento. Com o decréscimo contínuo da temperatura, a formação de cristais de gelo aumenta, conseqüentemente, a concentração de solutos na solução restante promove a redução do ponto de congelamento, logo percebe-se que a quantidade de gelo e água durante o congelamento são dependentes da temperatura (BECKER e FRICKE, 1999). Os alimentos congelam-se dentro de uma grande faixa de temperatura, dependendo da concentração de sais e água em suspensão coloidal na célula. A

velocidade de congelamento dependerá da quantidade de água livre presente na célula e da quantidade de sais dissolvidos (ROÇA, 1999).

Segundo Cavalcanti Mata et al. (2003) o tempo de congelamento é o fator de maior criticidade quando se fala em escolha de um sistema de congelamento, sendo necessário para garantir a eficiência do sistema que se conheça o tempo gasto para tal processo. Os requisitos para o tempo de congelamento estabelecem a capacidade do sistema, enquanto estes mesmos parâmetros influenciam diretamente na qualidade do produto.

O congelamento é classificado de acordo com sua velocidade em lento, rápido e ultra-rápido, esta velocidade de congelamento depende do quociente entre a temperatura do produto e o líquido refrigerante e fatores de resistência tais como: velocidade do ar, embalagem tamanho do produto, geometria do sistema e composição do produto (DAMODARAN et al., 2008).

O tempo de congelamento é um parâmetro de difícil determinação experimental devido às diferenças da temperatura inicial, tamanho e forma dos alimentos, diferenças no ponto de congelamento e na taxa de formação dos cristais de gelo entre diferentes pontos do alimento, além de mudanças na densidade, condutividade térmica, calor específico e na difusividade térmica com a redução de temperatura do alimento (FELLOWS, 2006).

3.2.1.1 Congelamento lento

Segundo ROÇA (1999) durante o congelamento lento, a temperatura do produto permanece próximo ao ponto de congelamento inicial durante bastante tempo, a temperatura decai gradativamente até atingir a temperatura de equilíbrio com a câmara de congelamento e a velocidade de congelamento está em torno de 0,05 °C/min.. No congelamento lento também ocorre que a água extracelular se congela mais rapidamente que a intracelular, pois esta tem uma menor concentração de solutos.

No processo de congelamento, primeiramente o calor sensível é removido, reduzindo a temperatura do alimento até o ponto de congelamento. Esta remoção de calor pode interferir ou não na composição e estrutura do produto através da formação de cristais. No congelamento lento formam-se cristais maiores do que no congelamento

rápido e ultra-rápido, esses possuem formas hexagonais e por seu tamanho ocasionam a ruptura das membranas celulares devido aos cristais formados no espaço intercelular. O período de cristalização durante o congelamento lento é maior, ocasionando numerosos cristais de gelo extracelulares que se perdem facilmente. Como consequência disso há a perda de suco celular (gotejamento) durante o descongelamento dos produtos, com perda de elementos nutritivos. Outras causas da ruptura de membranas são a injúria celular ocasionada pelo aumento da pressão osmótica e a precipitação irreversível ou desnaturação dos constituintes coloidais da célula (CORREIA et al., 2008).

Durante o congelamento lento, ocorre a formação de gelo exclusivamente no meio extracelular. Inicialmente, a concentração de solutos na fase não congelada aumenta e a pressão de vapor diminui gradualmente; como os cristais aparentemente não podem penetrar nas membranas celulares em temperaturas muito baixas e a pressão de vapor do meio intracelular excede à do meio extracelular, ocorre a difusão da água com desidratação das células e depósito sobre a superfície dos cristais (WEINLING, 1984).

O congelamento lento de tecidos vegetais, animais ou de microrganismos, geralmente causa a formação de cristais, principalmente no meio extracelular. Condições que levam, preferencialmente, à formação de cristais no meio extracelular resultam em cristais maiores de gelo, associados ao máximo deslocamento de água e encolhimento das células no estado congelado (ROÇA, 1999).

3.2.1.2 Congelamento rápido

No congelamento rápido as temperaturas diminuem com velocidade média e alta. A velocidade de congelamento decai em torno de $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min.}$, até a atingir o equilíbrio com a temperatura de congelamento do meio. O congelamento rápido evita a formação de grandes cristais de gelo e a ruptura de membranas celulares, mantendo o valor nutricional do alimento (CORREIA et al., 2008).

Quanto à taxa de congelamento, é aceito que, por meio do congelamento rápido, obtêm-se produtos finais congelados de melhor qualidade, devido à formação de cristais de tamanho pequenos a médios nos centros das células, nos espaços intercelulares e intracelulares, não ocorrem danos às células, reduzindo significativamente os possíveis

efeitos negativos quando em comparação ao processo de congelamento lento (VICENTE et al., 1997).

Condições que produzem cristalização intracelular resultam em formação de cristais de gelo em grande quantidade e de menor tamanho, ocasionando um mínimo deslocamento da água, havendo a preservação da aparência do produto congelado mais próxima à do produto não congelado. O congelamento rápido de um alimento preserva sua qualidade, uma vez que seu uso leva à retenção de maior quantidade dos aromas voláteis que são perdidos durante o congelamento lento, além de ter menor fração de produto não congelado (BROSNAN e SUN, 2001; TERUEL, 2000).

Todos os tipos de tecidos, animais, vegetais ou células de microrganismos, sem exceção, exibem uma distribuição de cristais de gelo uniforme quando congelados rapidamente sob temperaturas muito baixas (ROÇA, 1999).

3.2.1.3 Congelamento ultra-rápido

O congelamento ultrarrápido de produtos alimentícios é conhecido como “ultracongelamento” e se realiza em alguns minutos (máximo de 120) em função das temperaturas muito baixas. Quando o ultracongelamento é feito com aplicação de gases criogênicos, como é o caso do nitrogênio líquido, o processo se consolida de 1 a 15min (VICENTE et al., 1997).

Congelamentos ultrarrápidos costumam produzir cristais de gelo esféricos. Dos respectivos núcleos partem agulhas de gelo muito finas que, na sua forma externa, constituem uma esfera. Aumentando-se a velocidade de congelamento, estas agulhas tornam-se cada vez mais delgadas e o cristal acaba por tornar-se transparente. No congelamento de tecido biológico prevalecem os dendritos irregulares (MARTIN et al. 1982).

De acordo com Lewis (1993), o congelamento criogênico faz referência a um fluido cujo ponto de ebulição está muito abaixo do ponto de congelamento normal do alimento. Quando o alimento é imerso no fluido, acontece uma evaporação do congelante sobre a superfície do alimento, o que acarreta a melhoria do coeficiente de película térmica. Evangelista (2005) cita entre os melhores líquidos congelantes, fluidos como o dióxido de carbono e o nitrogênio líquido, sendo o nitrogênio líquido o que

apresenta as melhores características para o processo, pois é atóxico, inerte e de baixo ponto de ebulição.

3.2.2 Cinética de congelamento

O principal objetivo do congelamento é a conservação do produto, em condições de oferecer uma qualidade desejável para consumo. Como é de se esperar, o estado da matéria-prima, manuseio e o método de resfriamento ou congelamento adotado irão influir na qualidade do produto final (NEVES FILHO, 1991). Segundo Cox (1987), a qualidade de um produto congelado depende da velocidade em que é congelado, e, hoje em dia, se acredita que os melhores resultados se obtêm com os alimentos que são submetidos ao “congelamento rápido”, entretanto a cinética de congelamento deve ser estudada devido a sua complexidade em função de um grande número de variáveis.

Segundo o Instituto Internacional do Frio citado por Neves Filho (1991), durante o processo de congelamento, diferentes regiões do produto passarão através de vários estágios a diferentes tempos. Considerando-se uma região ou um ponto do produto, três estágios de alterações ou temperaturas poderão ser definidas (Figura 3.1).

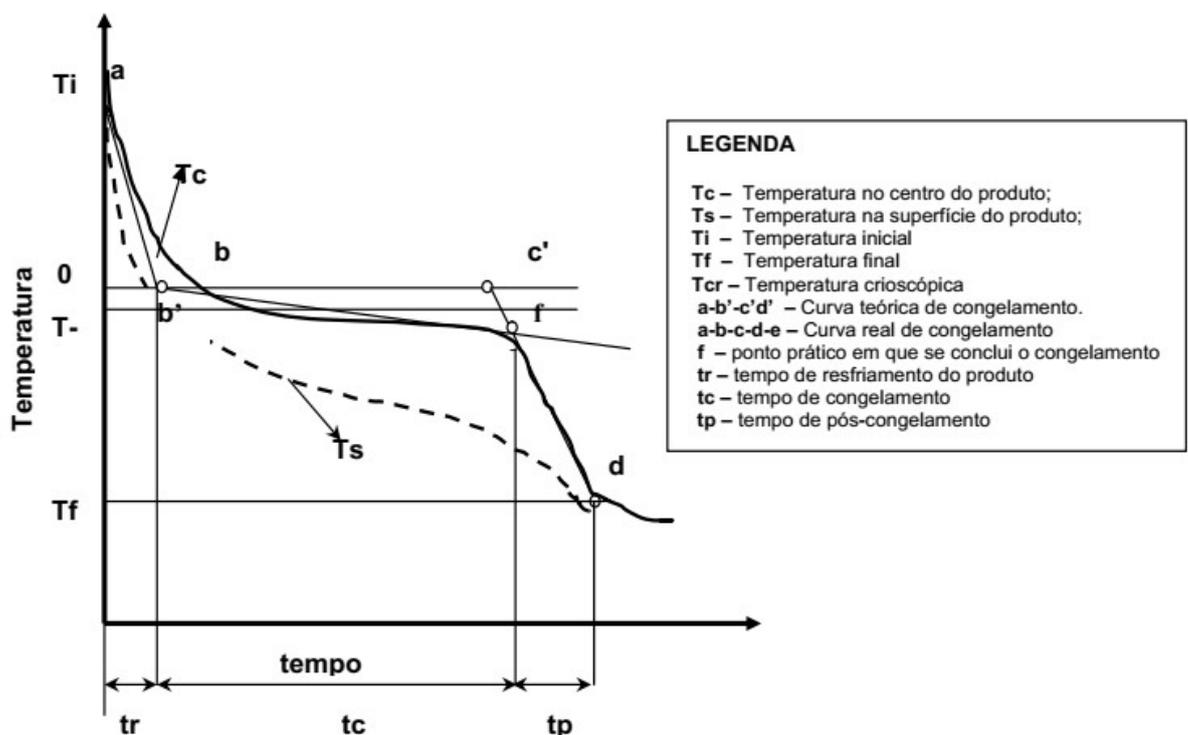


Figura 3.1 Curva de congelamento de polpa de fruta

Inicialmente, há o estágio de resfriamento, compreendendo o período decorrido entre o início do processo, com o produto a uma alta temperatura, até que se atinja a temperatura na referida região onde começa a cristalização da água. Em seguida, tem-se o estágio de congelamento, período no qual a temperatura sofre pequena variação, onde a maior parte da água muda de fase, transformando-se em gelo. Finalmente, tem-se o período de redução da temperatura na qual a maior parte da água já foi convertida em gelo, até atingir uma temperatura final, considerada como a temperatura em qualquer parte do produto, inclusive seu centro térmico.

Segundo Calvelo (1986), o modelo matemático utilizado para descrever o resfriamento de alimentos cuja forma se assemelha a uma placa plana é :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$$

De acordo com Crank (1975) a solução da equação acima para calcular a transferência de calor em regime transiente da polpa, cuja forma se assemelha a uma placa plana de espessura $2L$, no instante $F_0 = t/L^2$ (tempo adimensional denominado número de Fourier) é dado por:

$$RT = \frac{T - T_{\infty}}{T_0 - T_{\infty}} = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \text{Exp}(\sigma_n^2 \cdot F_0)$$

Onde:

$$\frac{(T - T_{\infty})}{(T_0 - T_{\infty})} = RT$$

$$A_N = \frac{2 \cdot \text{sen } \sigma_1}{\sigma_1 + \text{sen } \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1}$$

$$F_0 = \left(\frac{\alpha}{L^2} \right) \cdot t$$

Em que:

RT = Razão de temperatura, adimensional

T = Temperatura de cada momento, °C

T_{∞} = Temperatura do meio de congelamento, °C

T_0 = Temperatura inicial do produto, °C

F_0 = Número de Fourier, adimensional

A_n = Constante que depende do produto

σ_n = Raiz transcendental

α = Difusividade térmica efetiva, mm².s⁻¹

L = (Espessura da amostra da polpa)/2

t = Tempo, s

Desta forma, é possível calcular a cinética de congelamento em placa plana de e determinar a difusividade térmica efetiva.

3.3 MATERIAL E MÉTODOS

Este trabalho foi realizado no Laboratório de Tecnologia do Frio pertencente a Unidade Acadêmica de Engenharia de Alimentos, no Centro de Tecnologia e Recursos Naturais (CTRN) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), campus de Campina Grande, Paraíba.

3.3.1 Matéria-prima

Utilizou-se para a realização desta pesquisa, Seriguela em estágio de maturação maduro, adquirida em um único fornecedor direto no município de Campina Grande. Também empregou-se *Spirulina platensis* em pó, obtida na Fazenda Tamanduá, Santa Terezinha-PB e maltodextrina MOR-REX®1910, dextrose equivalente 10 da Ingredion.

Após as etapas de seleção, lavagem e higienização em água clorada a 50 ppm de cloro ativo por 15 minutos, os frutos foram despulpados em despulpadeira horizontal com malha de 2 mm de abertura com o intuito de obter um produto uniforme. A polpa foi homogeneizada e embalada em sacos de polietileno de baixa densidade com volume de 200 mL, em seguida congelada e armazenada em câmara frigorífica a -18 °C até o momento da realização do experimento.

3.3.2 Formulações

Após testes preliminares, como intuito de obter a concentração ideal de *Spirulina* adicionada a seriguela, conseguiu-se acrescentar até 3,0% de *Spirulina platensis* em pó à polpa de fruto. Anteriormente à etapa de congelamento foi necessário preparar formulações contendo diferentes concentrações de maltodextrina DE 10. Realizou-se homogeneização em triturador de alimentos 2, marca Britânia, durante 60 segundos, para as formulações apresentadas na tabela 3.1.

Tabela 3.1 Formulações de polpa mista de seriguela com *Spirulina* para secagem em camada de espuma

Formulação	<i>Spirulina</i> (%)	Maltodextrina DE10 (%)
Controle	3,0	0
I	3,0	10
II	3,0	20
III	3,0	30

As formulações foram distribuídas em sacos de polietileno, contendo aproximadamente 100 gramas de amostra, seladas e medidas o comprimento, largura e altura em milímetros da amostra a ser congelada.

3.3.3 Cinética de congelamento

Visando determinar a curva de congelamento introduziu-se no centro geométrico da placa plana um termopar de 0,2 mm de diâmetro acoplado a um registrador Digi-Sensi de dois canais; o outro termopar foi introduzido no interior da unidade de congelamento cuja finalidade foi monitorar o meio congelante, de modo a se determinar o instante de equilíbrio térmico para cada temperatura de congelamento.

Para o estudo da cinética de congelamento a cinética de congelamento de formulações contendo diferentes concentrações de maltodextrina em polpa mista de seriguela e *Spirulina* na temperatura de -25 ± 2 °C, foi utilizado um freezer horizontal e os dados coletados a cada 60 s, para as temperaturas de -50 e -75 ± 2 °C, utilizou-se um balcão criogênico horizontal e os dados foram obtidos a cada 10 s.

Os dados de temperatura foram registrados a cada 60 segundos, para as temperaturas de -25 , -50 e -75 °C, até que o segundo termopar atingisse a temperatura próxima à de equilíbrio. Todos os dados para obtenção da cinética de congelamento foram realizados em triplicata.

Aplicou-se aos dados experimentais a Lei de Fourier, onde segundo Fioreze (2004), o número de Fourier (F_0) é o tempo adimensional, em função do comprimento característico L para superfície plana, ou do raio externo para cilindros ou esferas, conforme Equação:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$$

Para calcular a transferência de calor, em regime transiente, cuja forma se assemelha a uma placa plana de espessura $2L$, pequena em função do tamanho da mesma, ou seja, placa infinita, inicialmente à temperatura T_i é subitamente colocada em um meio fluido com temperatura T_{inf} , ocorrerá transferência de energia por condução e convecção entre o corpo e o meio, sendo a distribuição de temperatura T_x numa posição “ x ” qualquer, desse corpo, uma função do tempo, fornecida pela Equação abaixo que equivale ao modelo de Fourier:

$$RT = \frac{T - T_{\infty}}{T_0 - T_{\infty}} = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cdot \exp(\sigma_n^2 - F_0)$$

Em que:

$$A_n = \frac{2 \cdot \text{sen} \sigma_1}{\sigma_1 + \text{sen} \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1}$$

$$F_0 = \left(\frac{\alpha}{L^2} \right) t$$

Para $n = 1$ a equação se torna:

$$\frac{T - T_{\infty}}{T_0 - T_{\infty}} = \frac{2 \cdot \text{sen} \sigma_1}{\sigma_1 + \text{sen} \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1} \text{Exp} \left(\frac{\sigma_1^2 \cdot \alpha}{L^2} \cdot t \right)$$

Onde:

$$A_1 = \frac{2 \cdot \text{sen} \sigma_1}{\sigma_1 + \text{sen} \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1}$$

$$A_2 = \left(\frac{\sigma_1^2 \cdot \alpha}{L^2} \right)$$

Em que,

RT - Razão de temperatura, adimensional

T - Temperatura em cada momento, °C

T_∞ - Temperatura do meio de congelamento, °C

T_0 - Temperatura inicial do produto, °C

A_n - Coeficiente que depende do produto

σ_n - raiz transcendental

F_0 - Número de Fourier, adimensional

α - difusividade térmica efetiva, $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

L - espessura da amostra de L/2, mm

t - tempo, s.

Para o ajuste do modelo foram realizadas análises de regressão não linear, pelo método Gauss-Newton. Para cada modelo foi considerado o coeficiente de determinação (R^2), utilizado o Software Statistica 7.0.

A energia de ativação (E_a) foi calculada a partir da dependência da difusividade térmica efetiva (α) com a temperatura analisada pela equação de Arrhenius (Horn et al., 2010) :

$$\alpha = D_0 \cdot \exp \left(\frac{E_a}{R(T)} \right)$$

Em que:

D_0 = constante, $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$

E_a energia de ativação, $\text{KJ} \cdot \text{mol}^{-1}$

R= constante universal dos gases, $8,314 \text{ , KJ} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

T= temperatura absoluta, K

3.4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Observam-se na Figura 3.2 as curvas de congelamento para polpa de seriguela com *Spirulina* sem adição de maltodextrina nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C. Verificou-se a presença das três fases do congelamento, sendo a fase I (resfriamento), fase II (cristalização ou congelamento) e a fase III (pós-congelamento). Comportamento similar ao que ocorre no congelamento da água pura, podendo-se justificar pelo alto teor de água do material (80,34%).

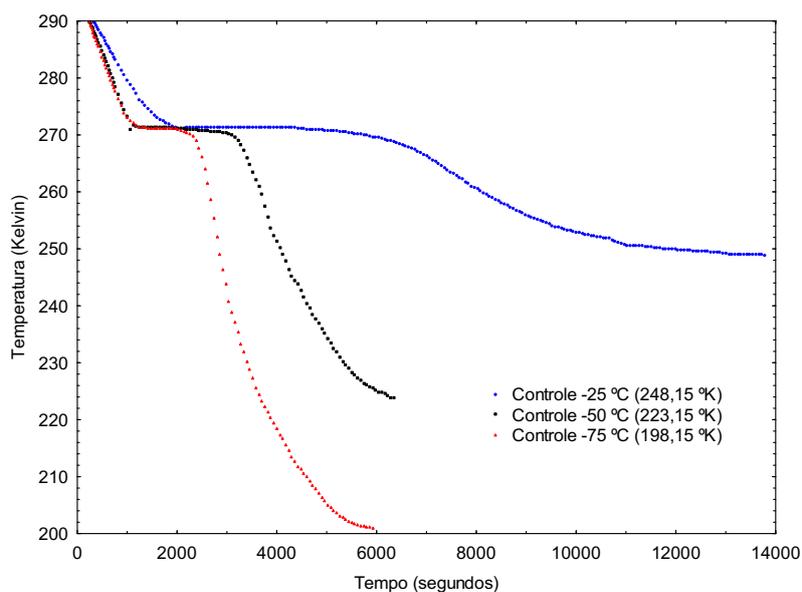


Figura 3.2 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis* (Controle)

A fase I compreende a etapa de resfriamento do produto até o início do congelamento. Para a temperatura de -25 °C na amostra controle obteve-se tempo de 1.600 segundos, enquanto que nas temperaturas de -50 °C e -75 °C os tempos da fase I foram menores.

A temperatura de início do congelamento de soluções ideais de mono e bicomponentes podem ser descrita pela lei de Raoult e a especificidade de polpas de frutas, principalmente com adição de sólidos, necessita de investigações específica para o estudo da temperatura do início de congelamento para cada produto. A temperatura de início de congelamento (Tic) para sistemas de polpas de frutas depende dos mesmos fatores descritos para as soluções ideais, sendo o teor de sólidos de importância básica. Quanto mais alto for o teor de sólido mais baixo será o ponto de congelamento incipiente (FERREIRA; GUIMARÃES e MAIA, 2007).

A temperatura de início de congelamento foi determinada quando se deu início a Fase II (nucleação). Os valores de Tic encontrados para o Controle foram de -1,7; -1,8 e -1,9 °C, respectivamente para -25, -50 e -75 °C. Os valores experimentais determinados estão coerentes com os especificados na literatura: polpa de morango congelada a -20 °C apresentou Tic = -0,7 °C (FERNANDES et al., 2010); congelamento de mangaba obteve Tic = -1,0 °C (SOARES et al., 2012); e o congelamento de polpa de acerola a -25 °C exibiu Tic = -1,1°C (PEREIRA, 2013).

Durante a Fase II, acontece o congelamento propriamente dito da água no material biológico, sua nucleação. Nesta fase ocorre o aumento dos cristais de gelo e remoção do calor latente, assim como o aumento da concentração dos sólidos solúveis (SOARES et al., 2012). O tempo total de cristalização reduziu proporcionalmente à redução de temperatura de congelamento, constatando-se valores de 3.420 s (-25 °C), 1.920 s (-50 °C) e 1.200 s (-75 °C).

A Fase III corresponde ao pós-congelamento, no qual acontece a diminuição de temperatura do produto já congelado (CAVALCANTI MATA et al., 2005). O tempo total registrado foi de 11.820, 4.500 e 4.440 segundos para -25, -50 e -75 °C, respectivamente. O tempo de cristalização reduziu com o aumento do gradiente de temperatura, como esperado. As temperaturas de -50 e -75 °C apresentaram comportamento semelhante para esta fase.

Estudos científicos sobre o comportamento do congelamento de frutos corroboram com a verificação as três fases bem definidas. Como observado por Araújo, Braga e Cavalcanti Mata (2000) em cinética de congelamento de polpa de acerola a baixas temperaturas; por Cavalcanti Mata, Braga e Silva (2003) no congelamento de frutos de cajá a temperaturas semi-criogênicas; por Cavalcanti Mata et al. (2005) no congelamento de polpa de graviola a -50 °C.

Na Tabela 3.2 encontram-se os parâmetros de espessura (L), fator de atraso (J) coeficiente de difusão, coeficiente do modelo (K), difusividade efetiva (α), difusividade efetiva média, coeficiente de determinação (R^2), erro médio estimado (SE) e erro médio relativo (P%) desvio-padrão da estimativa para polpa de seriguela com *Spirulina* nos estágios de congelamento a -25, -50 e -75 °C.

Verificou-se que os valores de difusividade efetiva média nas formulações aumentaram com a redução da temperatura de congelamento. O valor da difusividade

média obtido na temperatura de $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ foi de $1,19\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$, enquanto que para a temperatura de $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$ foi de $2,81\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$. Tem-se que a difusividade térmica efetiva média é mais elevada quando o produto é submetido a um gradiente térmico maior, ou seja, a difusividade térmica aumenta com a diminuição de temperatura de congelamento. Araújo, Braga e Cavalcanti Mata (2000) obtiveram valores de difusividade média de 1,23, 10,77 e $39,32\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ para polpa de acerola congelada à $-22,6^{\circ}\text{C}$, -100°C e -196°C respectivamente.

O fator de atraso (J) nas Fases I e III apresentaram valores acima do ciclo logarítmico, enquanto que na Fase II, os valores de J mantiveram-se abaixo do ciclo logarítmico refletindo em influência não significativa na α_m .

Observa-se na Tabela 3.2 que os valores do fator de atraso J são fixados em 1,01, tendo em vista que o termo fator de atraso indica o tempo necessário para que o congelamento ultrapasse o ciclo logarítmico (SPAGNOL et al. 1989).

Os coeficientes de determinação foram acima de 98,10% para a Fase I e maiores que 96,80% para a fase III, para as três temperaturas estudadas na amostra controle. O erro médio estimado (SE) foi muito baixo, mesmo para a fase III, cujos valores não passaram de $1,5\times 10^{-3}$ enquanto que o erro médio relativo (P%) apresentou valores de no máximo $5,97\times 10^{-2}$.

Tabela 3.2. Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com *Spirulina platensis* in natura (Controle) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C.

Formulação	Temperatura (°C)	Fases	L/2 (mm)	J	K	α (mm ² .s ⁻¹)	α média (mm ² .s ⁻¹)	R ²	SE	P(%)	
Controle	-25° C	I		1,01	1,25x10 ⁻⁴	1,10		98,65	0,0001	0,0000	
		II	9,35	-	-	-	1,19	-	-	-	
		III		1,01	1,95x10 ⁻⁴	1,70		96,37	0,0010	0,0275	
	-50° C	I			1,01	1,58x10 ⁻⁴	1,32		98,12	0,0001	0,0001
		II	9,15	-	-	-	-	1,98	-	-	-
		III		1,01	4,15x10 ⁻⁴	3,47		96,87	0,0015	0,0597	
	-75° C	I			1,01	1,69x10 ⁻⁴	1,13		99,25	0,0003	0,0002
		II	9,50	-	-	-	-	2,81	-	-	-
		III		1,01	4,59x10 ⁻⁴	4,15		98,95	0,0006	0,0452	

Na Figura 3.3 encontram-se as curvas de congelamento para polpa de seriguela com *Spirulina* e 10% de maltodextrina (F1) nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C. Na Fase I, foi possível verificar que os tempos de resfriamento foram menores que os observados no tratamento controle, com resultados de 1.900 e 1.240 segundos, respectivamente.

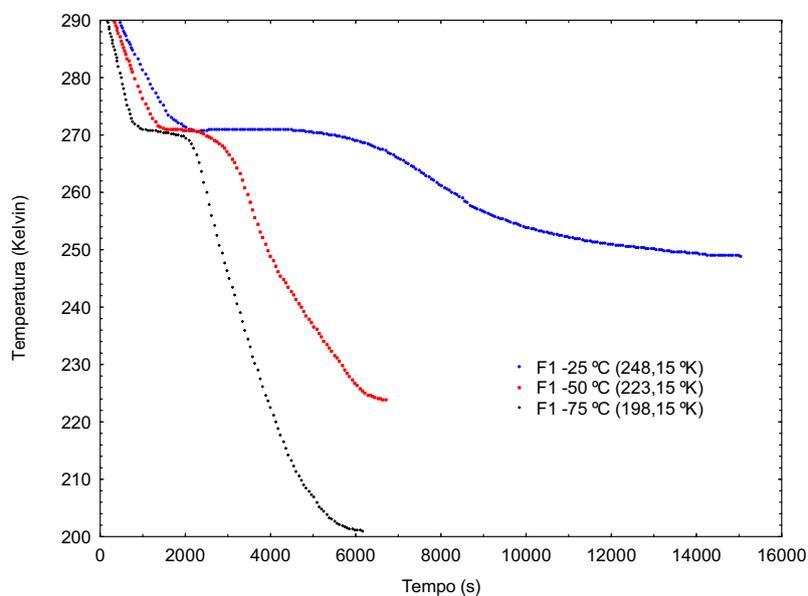


Figura 3.3 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* e 10% de maltodextrina (F1)

A Tic esteve entre -1,2 e -1,6 °C para as amostras contendo 10 % de maltodextrina. Segundo Fellows (2006), o alimento é resfriado até abaixo de seu ponto de congelamento, o qual com exceção da água pura é sempre abaixo de 0°C. O congelamento de polpa de fruta com teor de água entre 85 e 95% pode variar entre -0,90 e -2,70 °C. Esse fenômeno, conhecido como super-resfriamento pode chegar a até 10 °C abaixo do ponto de congelamento do alimento e varia de acordo com a sua composição de sólidos e taxa de resfriamento (ZARITZKI, 2000).

No período de congelamento observou-se aumento do tempo de cristalização com a inclusão de maltodextrina nas amostras. O tempo total da fase II foi de 3.780s (Controle) e 3.960s para F1. O mesmo comportamento foi observado na fase III, concluindo-se que o tempo total da cinética de congelamento para a formulação com 10 % de maltodextrina foi maior que o controle, em todas as temperaturas, devido à presença de maltodextrina.

Na Fase III (pós-congelamento), foi possível verificar que o tempo de cristalização sofreu influência da quantidade de sólidos das amostras. Os tempos nesta fase nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C foram respectivamente de 9060, 4230 e 3600 segundos. O açúcar altera o ponto de congelamento da água livre, o que dificulta seu congelamento, portanto o tempo total do processo de congelamento de polpa mista de seriguela com *Spirulina* aumentou com a adição de maltodextrina no produto.

Na Tabela 3.3 encontram-se os parâmetros de espessura (L), fator de atraso (J) coeficiente de difusão, coeficiente do modelo (K), difusividade efetiva (α), difusividade efetiva média, coeficiente de determinação (R^2), erro médio estimado (SE) e erro médio relativo (P%) desvio-padrão da estimativa para polpa de seriguela com *Spirulina* contendo 10 % de maltodextrina para as temperaturas de -25, -50 e -75 °C.

Os resultados mostraram que houve aumento considerável da difusividade efetiva média com o aumento do gradiente de temperatura para o tratamento com 10 % de maltodextrina. Com a diminuição da temperatura o processo de congelamento é acelerado, diminuindo-se o tempo necessário para atingir a temperatura de equilíbrio e consequente aumento da difusividade efetiva. Tal fenômeno foi reportado por Resende e Silveira Júnior (2002), ao efetuarem medidas de condutividade térmica efetiva de modelos de polpas de frutas no estado de congelamento, obtendo valores de difusividade aumentados de $2,5 \times 10^{-7}$ para $7,55 \times 10^{-7}$ quando a temperatura da amostra passou de -5,6 para -15,6 °C, respectivamente.

Os coeficientes de determinação encontrados para F1 foram superiores a 96%, considerado elevado para dados de cinética de congelamento. Ainda foi possível verificar baixos índices de erro percentual médio e erro percentual relativo, com valores inferiores a 4×10^{-4} e $2,12 \times 10^{-2}$, respectivamente. Esses indicadores permitem dizer que o modelo de Fourier aplica-se satisfatoriamente aos dados para descrever a cinética de congelamento de polpa mista de seriguela com *Spirulina* contendo 10% de maltodextrina, nas temperaturas estudadas.

Tabela 3.3. Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com *Spirulina platensis* com 10 % de maltodextrina (F1) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C

Formulação	Temperatura (°C)	Fases	L/2 (mm)	J	k	α (mm ² s ⁻¹)	α média (mm ² s ⁻¹)	R ²	SE	P(%)	
F1	-25° C	I		1,01	1,52x10 ⁻⁴	1,22		99,29	0,0001	0,0000	
		II	8,95	-	-	-	1,13	-	-	-	
		III		1,01	1,84x10 ⁻⁴	1,47		98,19	0,0004	0,0212	
	-50° C	I			1,01	1,82x10 ⁻⁴	1,19		99,79	0,0001	0,0001
		II	8,85	-	-	-	-	1,74	-	-	-
		III		1,01	3,20x10 ⁻⁴	2,50		96,40	0,0001	0,0000	
	-75° C	I			1,01	1,91x10 ⁻⁴	1,73		99,18	0,0002	0,0004
		II	9,52	-	-	-	-	2,36	-	-	-
		III		1,01	3,63x10 ⁻⁴	3,29		96,98	0,0000	0,0000	

A Figura 3.4 apresenta as curvas de congelamento para polpa de seriguela com *Spirulina* F2 (20% de maltodextrina) nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C.

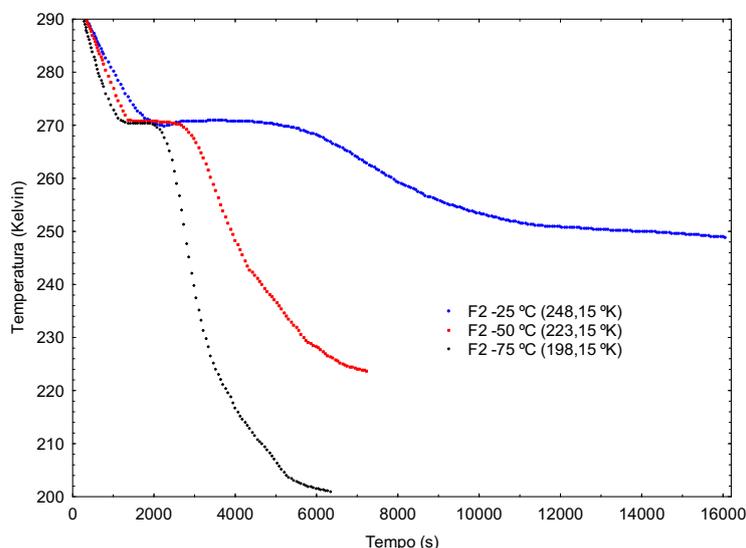


Figura 3.4 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis* e 20% de maltodextrina (F2)

Verificaram-se nas curvas de congelamento das amostras com 20% de maltodextrina que as três fases de congelamento são bem definidas. As temperaturas de -50 e -75 °C apresentaram menos tempo na fase de resfriamento, quando comparadas a curva de temperatura de -25 °C. O tempo da Fase I foi de 2.080, 1.300 e 1060 segundos, respectivamente para as temperaturas de -25, -50 e -75 °C. Os pontos de congelamento foram -2,2 °C (-25 °C), -2,4 °C (-50 °C) e -3,2 (-75 °C).

Na fase de cristalização o tempo obtido para a Formulação (F2) a -25 °C foi de 3.400 segundos, seguido de 1.380 e 900 s, nas temperaturas de -50 e -75 °C, respectivamente. A fase III apresentou o mesmo comportamento das fases anteriores, sendo o equilíbrio térmico obtido primeiramente na amostra congelada a -75 °C, com tempo de 4.740 segundos, enquanto que para -25 °C o tempo nessa fase foi de 10.380 segundos.

Comparando as curvas de congelamento com relação ao tempo necessário para atingir a razão de temperatura de Zero (adimensional), observou-se que F2 congelada a -75 necessitou de 6.080 segundos, já quando congelada a -50 °C registrou-se tempo de

7.240 s, com o maior tempo encontrado para o congelamento a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, 16.060 segundos.

Fernandes et al. (2010) afirmaram que altas concentrações de açúcares apresentam menor fração de gelo e a formação de cristais no centro da amostra é mais lenta em decorrência do processo de transferência de calor ser na direção radial e da concentração por polarização em que acontece a migração da água em direção à superfície para formação dos cristais de gelo e concentração dos solutos em direção ao centro.

A Tabela 3.4 exhibe os parâmetros de espessura (L), fator de atraso (J) coeficiente de difusão, coeficiente do modelo (K), difusividade efetiva (α), difusividade efetiva média, coeficiente de determinação (R^2), erro médio estimado (SE) e erro médio relativo (P%) desvio-padrão da estimativa para polpa de seriguela com espirulina contendo 20 % de maltodextrina para as temperaturas de -25 , -50 e $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Como esperado, a difusividade efetiva média aumentou com o aumento do gradiente de temperatura, variando de $1,07\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ a $2,2\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ para as temperaturas de -25 e $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente.

Os resultados de R^2 foram superiores a 98% em todas as temperaturas, o que caracteriza um bom ajuste dos dados, e o emprego correto da equação de Fourier para descrever o comportamento cinético. O erro médio relativo foi de até 8×10^{-4} , enquanto que o P(%) foi de no máximo $4,07\times 10^{-2}$. Tem-se que a difusividade térmica efetiva aumenta com a diminuição de temperatura de congelamento. Araújo, Braga e Cavalcanti Mata (2000) obtiveram valores de difusividade média de 1,23; 10,77 e 39,32 $\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ para polpa de acerola congelada à $-22,6^{\circ}\text{C}$, -100°C e -196°C respectivamente.

Tabela 3.4. Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com *Spirulina platensis* F2 (+ 20% maltodextrina DE10) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C

Formulação	Temperatura (°C)	Fases	L/2 (mm)	J	K	α (mm ² s ⁻¹)	α média (mm ² s ⁻¹)	R ²	SE	P(%)	
F2	-25° C	I		1,01	1,32x10 ⁻⁴	1,02		98,87	0,0001	0,0000	
		II	8,90	-	-	-	1,00	-	-	-	
		III		1,01	1,79x10 ⁻⁴	1,41		99,71	0,0002	0,0114	
	-50° C	I			1,01	1,48x10 ⁻⁴	1,07		98,88	0,0001	0,0000
		II	8,50	-	-	-	-	1,66	-	-	-
		III		1,01	3,31x10 ⁻⁴	2,39		98,08	0,0008	0,0407	
	-75° C	I			1,01	1,96x10 ⁻⁴	1,42		99,41	0,0002	0,0000
		II	8,52	-	-	-	-	2,32	-	-	-
		III		1,01	4,39x10 ⁻⁴	3,19		99,12	0,0004	0,0358	

Na Figura 3.5 encontram-se as curvas de congelamento para polpa de seriguela com *Spirulina* F3 (30% de maltodextrina) nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C.

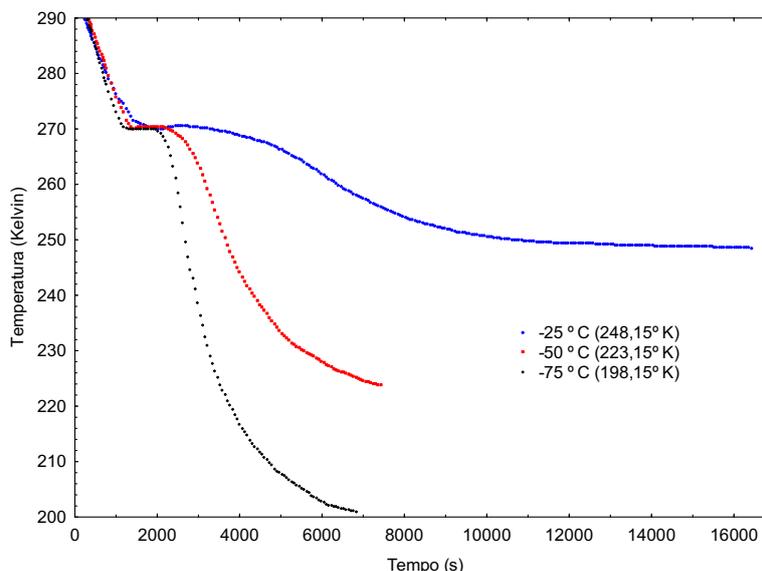


Figura 3.5 Curva de congelamento dos dados experimentais para polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis* e 30% de maltodextrina (F3)

Durante a fase de resfriamento verificou-se que o tempo necessário para se atingir a Tic (temperatura de início de congelamento) reduziu com a diminuição da temperatura. No congelamento a -25 °C o tempo da Fase I foi de 1.540 segundos, seguido de 1.240 e 1.060 segundos nas temperaturas de -50 e -75 °C, respectivamente. A Tic para o sistema contendo 30% de maltodextrina foi de -2,6; -2,8 e -3,2 °C; respectivamente para as temperaturas de -25, -50 e -75 °C.

Na fase de cristalização os tempos foram de 2.520, 1.260 e 900 segundos para -25, -50 e -75 °C, respectivamente. É possível observar claramente o encurtamento do tempo durante a fase II conforme se aumentou do gradiente de temperatura, bem como uma maior inclinação.

A inclinação da fase II resultou também em diminuição considerável de tempo no ínterim da fase de pós-congelamento (fase III). Ao longo deste período foram encontrados tempos de 12.240 segundos (-25 °C), 4.080 segundos (-50 °C) e 4.740 segundos (-75 °C). De acordo com os dados obtidos, o tempo para atingir a razão de temperatura de 0 foi de 16.420, 7.420 e 6.820 segundos, para as temperaturas de -25, -50 e -75°C, respectivamente.

Na Tabela 3.5 encontram-se os parâmetros de espessura (L), fator de atraso (J) coeficiente de difusão, coeficiente do modelo (K), difusividade efetiva (α), difusividade efetiva média, coeficiente de determinação (R^2), erro médio estimado (SE) e erro médio relativo (P%) desvio-padrão da estimativa para polpa de seriguela com *Spirulina* contendo 30 % de maltodextrina para as temperaturas de -25, -50 e -75 °C.

A difusividade efetiva (α) foi determinada apenas nas fases I e III do congelamento, já que na fase de cristalização não apresenta α significativa. Foi possível verificar maiores valores de difusividade na fase III, e que estes resultados aumentam com a redução da temperatura. Este comportamento refletiu-se na difusividade efetiva média (α_m) das amostras, variando de 0,91 mm².s⁻¹ para -25 °C a 1,97 mm².s⁻¹ na temperatura de -75 °C. O modelo de Fourier aplicado aos dados experimentais apresentou bons coeficientes de determinação, acima de 98 % e baixos SE e P%, com no máximo 3×10^{-4} e $3,27 \times 10^{-2}$, respectivamente.

O estudo do congelamento de polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis* com diferentes concentrações de maltodextrina nas temperaturas de -25, -50 e -75 °C, revelou que existe um aumento da difusividade efetiva média com o aumento do gradiente térmico, bem como com o aumento do teor de sólidos nas amostras.

Na figura 3.6 encontra-se a relação da difusividade térmica efetiva em função da temperatura em K. A equação utilizada foi a de Arrhenius, empregada para explicar as reações químicas. A ocorrência de uma reação química está relacionada, obrigatoriamente, com o contato entre as moléculas reagentes e a uma energia mínima necessária. Esta energia mínima para a ocorrência da reação é chamada energia de ativação (E_a); portanto, pode-se utilizar a equação de Arrhenius para determinar a energia de ativação do processo de congelamento, entendendo que esta seria a energia mínima necessária para que ocorram os rearranjos moleculares com vista à formação das estruturas congeladas (CAVALCANTI-MATA et al., 2012). Podendo assim ser aplicada ao congelamento da polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*.

Tabela 3.5 Parâmetros e coeficientes do modelo de Fourier na cinética de congelamento da polpa de seriguela com *Spirulina platensis* F3 (+ 30% maltodextrina DE10) nas temperaturas de -25° C, -50° C, -75° C

Formulação	Temperatura (°C)	Fases	L/2 (mm)	J	K	α (mm ² s ⁻¹)	α média (mm ² s ⁻¹)	R ²	SE	P(%)	
F3	-25° C	I		1,01	1,35x10 ⁻⁴	0,83		98,71	0,0001	0,0000	
		II	7,90	-	-	-	0,91	-	-	-	
		III		1,01	1,81x10 ⁻⁴	1,12		98,52	0,0003	0,0164	
	-50° C	I			1,01	1,55x10 ⁻⁴	0,91		98,79	0,0001	0,0001
		II	7,65	-	-	-	-	1,43	-	-	-
		III		1,01	3,38x10 ⁻⁴	1,98		98,83	0,0004	0,0327	
	-75° C	I			1,01	2,38x10 ⁻⁴	1,47		99,63	0,0001	0,0001
		II	7,86	-	-	-	-	1,97	-	-	-
		III		1,01	4,07x10 ⁻⁴	2,51		99,38	0,0003	0,0241	

Os valores encontrados para a E_a foram de $4,78 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ (Controle); $5,57 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ (F1), $6,24 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ (F2) e $5,85 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ (F3). A energia de ativação da reação corresponde à energia necessária para que a reação efetive menos a reação dos reagentes. Quanto mais baixa for E_a em uma reação, mais elevada será sua velocidade (BODNER et al., 2011). Portanto, a menor energia de ativação encontrada para a polpa mista implica numa maior velocidade de congelamento.

A inclusão de maltodextrina alterou a velocidade do congelamento, refletindo-se na E_a . Verificou-se tendência de aumento proporcionalmente acompanhado pela inclusão de maltodextrina nas amostras. As maiores concentrações tenderam a energia necessária para o “jump” de início do congelamento.

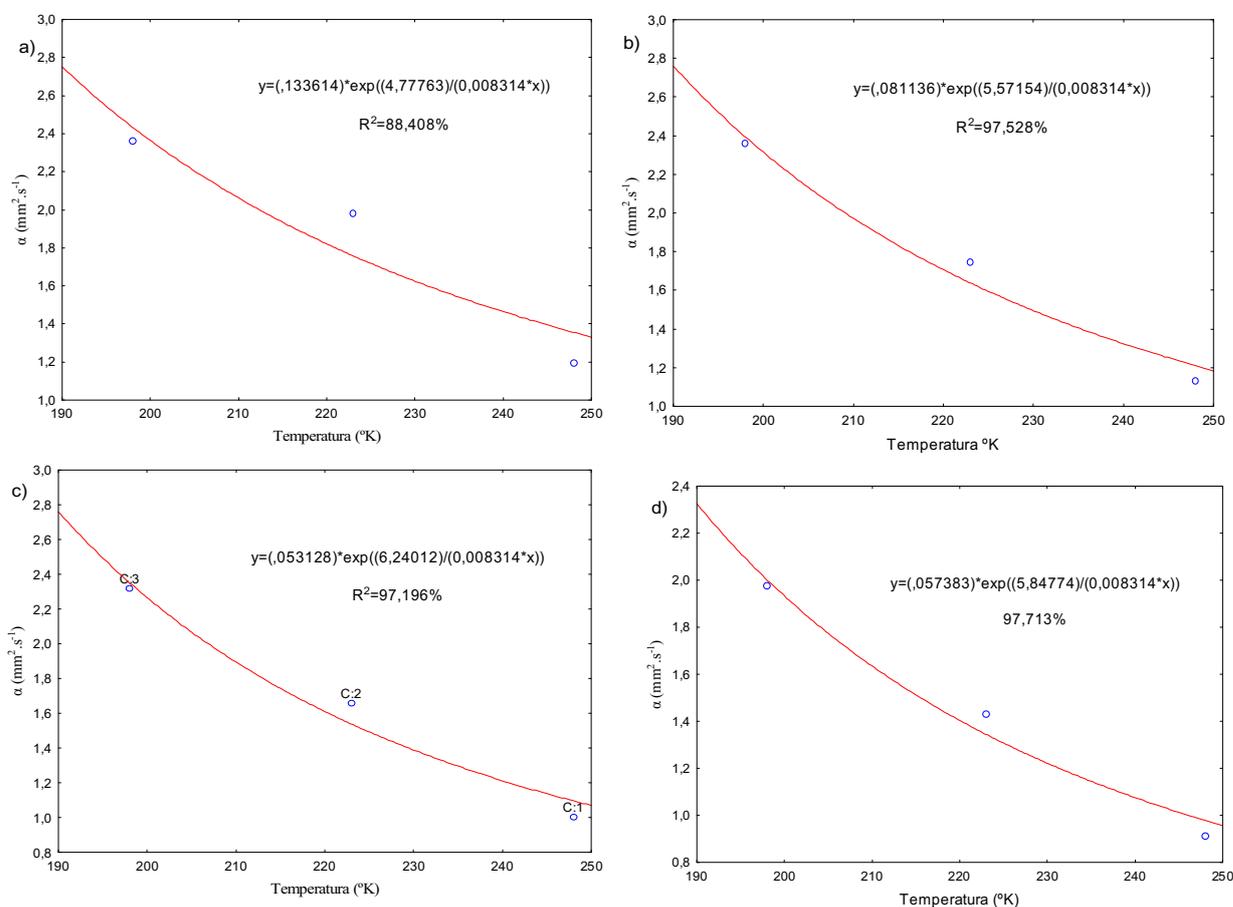


Figura 3.6 Difusividade térmica efetiva de polpa mista de seriguela e *Spirulina platensis* obtida do Modelo de Fourier a) Controle, b) F1, c) F2 e d) F3

3.5 CONCLUSÃO

O tempo de congelamento aumentou proporcionalmente a inclusão de maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*, com maiores tempos obtidos para F3 (30% de maltodextrina) e menores para o Controle (0% de maltodextrina) nas temperaturas estudadas -25, -50 e -75 °C.

As curvas de congelamento de polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis*, em todas as formulações, ocorreram em menor tempo à medida que o gradiente térmico aumentou.

Ao tratar cada temperatura isoladamente, o tempo total do processo de congelamento aumentou com a elevação dos níveis de maltodextrina nas amostras.

A difusividade média efetiva da polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* foi diretamente proporcional ao aumento do gradiente térmico e do teor de maltodextrina.

A energia de ativação foi crescente à medida que se adicionou maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina platenis*. A equação de Arrhenius se ajustou bem aos dados, com coeficientes de determinação superiores a 88,41%.

3.6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO, M. S. O.; BRAGA, M. E. D.; CAVALCANTI MATA, M. E. R. M. Cinética de congelamento de polpa de acerola a baixas temperaturas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v.2, n.1, p.27-34, 2000.

ASHRAE. **Refrigeration systems and applications handbook**. Refrigerating, Air-Conditioning Engineers, Atlanta: American Society of Heating, 1998. 1001 p.

BECKER, B. R.; FRICKE, B. A. Freezing times of regularly shaped food items. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, Oxford, v. 26, n. 5, p. 617- 626, Sept. 1999.

BODNER, G. M.; NAKHLEH, M. B.; ROBINSON, W. R. **Activation energy**. The chemical education web site. Division of Chemical Education at Purdue University, West Lafayette, IN, USA. In: <http://w3.ufsm.br/juca/activate.htm>. 19 Abr. 2018.

BROSNAN, T.; SUN, D. W. Precooling techniques and applications for horticultural products: a review. **International Journal of Refrigeration**, Surrey, v. 24, n. 2, p. 154-170, Mar. 2001.

CALVELO, F. A. Modelo matemático de la refrigeración de alimentos. In: Kasahara, G. L. **Refrigeración y congelación de alimentos**. Chile: Editora e Imprensa Maval, p.111-132, 1986.

CAVALCANTI MATA, M. E. R. M. MORAIS, J. O.; DUARTE, M. E. M.; FARIAS, P. A.; QUEIROZ, A. J. M. Cinética de congelamento do feijão (*Phaseolus vulgaris* L.) a baixas temperaturas. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.16, n.6, p.667–674, 2012.

CAVALCANTI MATA, M. E. R. M.; BRAGA, M. E. D.; SILVA, M. Curvas de congelamento de frutos de cajá (*Spondias lutea* L.). **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande Especial, n.1, p.55-62, 2003.

CAVALCANTI MATA, M. E. R. M.; DUARTE, M. E. M., ALSEMO, G. C. S., RODRIGUES, E., GUEDES, M. A., CAVALCANTI, A. S. R. R. M.; OLIVEIRA, C.

C. A. Obtenção de Graviola em pó pelo processo de Liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 7, n.2, p.165-172, 2005.

COLLA, L. M.; HERNÁNDEZ, C. P. **Congelamento e descongelamento: sua influência sobre os alimentos**. Vetor, Rio Grande, v. 13, p. 53-66, 2003.

CORREIA, L. F. M.; FARAONI, A. S.; PINHEIRO-SANT'ANA, H. M. Effects of industrial foods processing on vitamins stability. **Alimentação e Nutrição**, Araraquara, v.19, n.1, p. 83-95, jan./mar. 2008.

COX, P. M. **Ultracongelación de alimentos: guia de la practica**. Zaragoza (España). Editorial Acribia, S. A. 1987, 459 p.

CRANK, J. **The Mathematics of diffusion**. 2 ed. Clarendon Press, Oxford, 1975.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Fennema's food chemistry**. 4th ed. Boca Raton: CRC, 2008. 1144p.

DELGADO, A.E.; SUN, D.W. Heat and mass transfer models for predicting freezing process - a review. *Journal of Food Engineering*, Davis, v. 47, p. 157-174, 2001.

EVANGELISTA, J. **Tecnologia de alimentos**. 2^a Ed. São Paulo: Ateneu, 2005. 652p.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**. 2 ed. Porto Alegre: Artmed, 2006. 430 p.

FERNANDES, T. N.; RESENDE, J. V.; CRUVINEL, R. S. R.; RENO, M. J. Relação entre o comportamento reológico e a dinâmica do congelamento e descongelamento de polpa de morango adicionada de sacarose e pectina. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 30, n. 1, p. 188-204, jan-mar, 2010.

FERREIRA, G. M.; GUIMARÃES, M. J. O. C.; MAIA, M. C. A. Interações sinérgicas entre polpa de fruta e polissacarídeos em cisalhamento estacionário e dinâmico. In: ENCONTRO REGIONAL SUL DECIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, 9, 2007, Curitiba. **Anais...** Curitiba: Editora TecArt, 2007. p. 654-660.

HELDMAN, D. R. Food freezing. In: HELDMAN, D. R.; LUND, D. B. (Ed.). **Handbook of food engineering**. New York: Dekker, 1992. p. 277-315.

HORN, M. M.; MARTINS, V. C. A.; PLEPIS, A. M. de G. Determinação da energia de ativação em hidrogéis poliméricos a partir de dados termogravimétricos. **Polímeros**, v.20, n. 3, p.201-204, 2010.

JUL, M. **The quality of frozen foods**. London: Academic, 1984. 317 p.

LEWIS, M.J. **Propiedades físicas de los alimentos y de los sistemas de procesado**. Primera en español ed. Zaragoza: Acribia. 493, 1993.

MARTIN, R. E. **Chemistry and biochemistry of marine food products**. Westport: AVI, 1982. 365 p.

NEVES FILHO, L. C. Resfriamento, congelamento e estocagem de alimentos. São Paulo: IBF/ABRAVA/SINDRATAR, 1991, 176 p.

PARDI, M. C. SANTOS, I. F.; SOUZA, I. R. Ciência e higiene da carne: tecnologia da sua obtenção e transformação. **Ciência, higiene e tecnologia da carne**. 2. ed. Goiânia: UFG, 2001. v. 1, p. 560-571.

PEREIRA, C. G. **Propriedades termofísicas e comportamento reológico de polpa de acerola em diferentes concentrações e temperaturas**. 2013. 135 p. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos), Universidade Federal de Lavras, Minas Gerais.

RESENDE, J. V.; SILVEIRA JÚNIOR, V. Measurements of effective thermal conductivity of fruit pulp models in the frozen state. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 22, n. 2, p. 177-183, mai-ago, 2002.

ROÇA, R. O. **Tecnologia da carne e produtos derivados**. Botucatu: UNESP, 1999. 201 p.

SILVA, J. A. **Tópicos da tecnologia de alimentos**. São Paulo: Varela, 2000. 159 p.

SOARES, D. S. C.; SANTOS, J. T. S.; CAMPOS, A. F. P.; COSTA, F. S. C.; NUNES, T. P.; OLIVEIRA JÚNIOR, A. M. Avaliação do congelamento de mangada (*Hancornia Speciosa* Gomes) em ultrafreezer através dos modelos matemáticos de Planck e Pham. **Scientia Plena**, v. 8, n. 4, 2012.

SPAGNOL, W. A.; ROCHA, J. L. V.; PARK, K. J. Modelamento matemático do pré-resfriamento de frutas e hortaliças: uma revisão. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.23, n.3/4, p.192-200, 1989.

TERUEL, M. B. **Estudo teórico-experimental do resfriamento de laranja e banana com ar forçado**. 2000. 300 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

VICENTE, M. A., GÓMEZ, P., SANTIAGO, F. Y MADRID, M. **Refrigeración, congelación y envasado de los alimentos**. Editorial A Madrid Vicente Ediciones. 1997. 301 p.

WEINLING, H. **Tecnología práctica de la carne**. Zaragoza: Acribia, 1984. 253 p.

WELTY-CHANES, J.; VERGARA-BALDERAS, F.; BERMUDEZ-AGUIRRE, D. Transport phenomena in food engineering: basic concepts and advances. **Journal of Food Engineering**, Surrey, v. 67, n. 1/2, p. 113-128, Mar. 2005.

ZARITZKI, N. E. Factors affecting the stability of frozen foods. In: KENNEDY, C. J. *managing frozen foods*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2000.

**CAPÍTULO IV: CARACTERIZAÇÃO POLPA MISTA DE
SERIGUELA COM *Spirulina platensis* LIOFILIZADA**

4.1 INTRODUÇÃO

As técnicas de secagem mais utilizadas na preservação de frutas são a secagem solar, secagem convectiva, microondas, desidratação osmótica, “foammat”, “spray-drying”, liofilização e leite fluidizado (MARQUES et al., 2006). Em se tratando de alimentos, é de grande interesse para a indústria e, principalmente, para o consumidor que, além da qualidade nutricional, características como a aparência, o sabor e o odor dos mesmos sejam preservados. Assim a escolha de um método de secagem adequado pode ser a chave para o sucesso da operação.

Dentre as técnicas empregadas com vista à para a obtenção de produtos alimentícios em pó, um método relevante é a liofilização, conhecida como o processo de secagem que oferece produtos de elevada qualidade. Devido à ausência de água líquida e às baixas temperaturas requeridas no processo, o encolhimento e a migração de sólidos solúveis no interior do material são minimizados, a estrutura porosa do material seco facilita a rápida rehidratação, a retenção de componentes aromáticos voláteis é favorecida e as reações degradativas são minimizadas (RATTI, 2001; GEORGE e DATTA, 2002).

Um típico processo de liofilização consiste em três etapas: congelamento, secagem primária e secagem secundária. O congelamento de alimentos é eficiente para solidificar a maior parte do solvente que é praticamente água. Secagem primária, ou sublimação de gelo, começa sempre que a pressão da câmara é reduzida e a temperatura da prateleira é levantada para fornecer o calor para remoção de gelo. A secagem secundária é a fase em que a água é dessorvida da matriz concentrada de congelamento, geralmente a uma temperatura elevada e baixa pressão. Contudo, a secagem primária e secundária geralmente ocorrem simultaneamente. Como gelo é removido de uma região, surge a secagem secundária, mas a maior parte dessa fase ocorre após a secagem primária estar completa e a temperatura do produto ter aumentado (TANG e PIKAL, 2004).

O método de congelamento afeta a formação de polímeros liofilizados de maneira diferente (KANG, TABATA e IKADA, 1999; MA e ZHANG, 1999; MADIHALLY e MATTHEW, 1999; O'BRIEN, HARLEY, YANNAS e GIBSON, 2005; SHAPIRO e COHEN, 1997).

Os poros menores ocupados por cristais de gelo em materiais rapidamente congelados dão uma maior resistência ao fluxo de vapor e a liofilização pode ter que ser controlada por transferência de calor, isto é, a taxa de sublimação do gelo precisa de ser reduzida para evitar derretimento interno do gelo e colapso (PIKAL, RAMBHATLA e RAMOT, 2002; SEARLES, 2010).

Diante do exposto, objetivou-se elaborar e caracterizar produto em pó obtido pelos métodos de secagem por liofilização da polpa mista de seriguela (*Spondias purpurea* L.) com *Spirulina platensis* através de análises físico-químicas e físicas.

4.2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.2.1. Produtos desidratados em pó

O consumo de frutas “*in natura*” tem decrescido ultimamente, tendo em vista que esses produtos são altamente perecíveis, e que o estilo de vida dos consumidores impede a compra diária destes produtos. Além disso, em nível global, as perdas pós-colheitas, desde o campo até o mercado consumidor, representam grandes prejuízos econômicos. Estas razões têm motivado pesquisadores a desenvolver processos para a produção de frutas e hortaliças em pó. Esses produtos devem apresentar características desejáveis pelo consumidor, como boa capacidade de reidratação, cor e aroma atrativos e serem nutricionalmente o mais próximo possível dos produtos *in natura*.

Segundo Forny et al. (2011), uma quantidade crescente de alimentos tem sido desenvolvida e comercializada na forma de pó. Tais produtos incluem café, cappuccinos, achocolatados, leite, sopas, molhos, bolos, alimentos infantis, entre outros. Esta tendência está principalmente ligada com a conveniência oferecida pelos produtos em pó, sua estabilidade química e microbiológica e a redução dos custos de transporte e armazenamento.

A produção de alimentos em pó pode ser realizada por métodos de secagem, moagem e cristalização. Os processos de moagem são utilizados para matérias-primas sólidas, por exemplo, a moagem de grãos de trigo para a produção de farinha e, por fim, a secagem é centrada em alimentos com elevado teor de umidade. Após a elaboração das partículas, podem-se usar operações complementares, como misturas, encapsulação e aglomeração para obter funcionalidades específicas e/ou agregar valor ao produto (CUQ et al., 2011).

Segundo Vieira et al. (2007) dentre os diversos produtos desenvolvidos por secagem, merecem destaque aqueles na forma de pó, pois com a utilização desses produtos, elimina-se o inconveniente da vida curta de prateleira, com vantagem da possibilidade da manutenção do material em temperatura ambiente, sem despesas inerentes à conservação a frio. A polpa processada na forma de pó apresenta possibilidade de formulação com outros produtos, baixa relação volume/massa, com conseqüente economia em custos de embalagem, transporte, conservação e espaço de armazenamento, estes resultados agregam valor ao produto. Relacionados aos produtos

em pó obtidos com o emprego de secagem, Rajkumar et al. (2007), reportaram que os pós de polpas de frutas apresentam funcionalidade desejada e são estáveis ao longo de um maior tempo de armazenamento, oferecendo várias vantagens sobre outras formas de transformação de produtos como polpas, sucos e concentrados devido às possibilidades de uso em formulações inovadoras. Por exemplo, pós de frutas podem ser usados como um substituto conveniente para sucos concentrados e como ingredientes estáveis para bebidas saudáveis, alimentos para bebês, molhos, confeitos, iogurtes, sorvetes, barras de cereais, dentre outros. Por sua vez, estes produtos atendem à crescente demanda mundial por produtos com características mais próximas ao natural pelas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética (CAPARINO et al., 2012).

Segundo Forny et al. (2011) o objetivo da produção de alimentos em pó, de forma geral, é a sua diluição em um líquido para o consumo como uma bebida, ou misturados com outros ingredientes alimentícios, para formar suspensões, para uso doméstico ou industrial. Por isso, uma das propriedades mais importantes dos alimentos desidratados em pó é seu comportamento quando reconstituídos com água ou com soluções aquosas. Para os consumidores, a reconstituição dos alimentos em pó deve ser rápida e completa.

4.2.2 Liofilização

A liofilização consiste na secagem de um produto previamente congelado, onde o processo de remoção de água se dá pela sublimação do gelo contido no alimento. A água passa do estado sólido ao estado gasoso em condições de pressão e temperatura adequadas na câmara do liofilizador. Como não há a utilização do calor durante o processo, modificações físico-químicas são inibidas, minimizando a perda de constituintes voláteis e/ou a perda de atividade biológica, características nutricionais e sensoriais do produto final são muito similares as do alimento fresco, sendo reconhecidamente o melhor método para produção de produtos desidratados de alta qualidade com boa estabilidade durante o armazenamento e longo tempo de vida-de-prateleira (AIMOLI et al., 2007; LEIRNER et al., 2009; KUMAR, 2010). O grande diferencial da liofilização está no fato de o produto permanecer no estado sólido durante todo o processo. A água passa do estado sólido para o vapor sem passar pelo estado líquido, preservando assim a estrutura original do produto, obtendo-se ao final do

processo, um produto com baixo teor de água residual, poroso e de rápida reidratação. (PITOMBO e LIMA, 2003).

As principais desvantagens do processo de liofilização são o alto custo e sua longa duração (1 a 3 dias). Isto acontece devido à baixa transferência de calor interna dentro do produto e baixa pressão de operação durante o processo. A sublimação consome quase metade da energia total necessária ao processo (45%). O congelamento consome pouca energia (4%) e a redução da pressão e a condensação dividem igualmente o restante da energia (RATTI, 2001).

Muitos pesquisadores têm desenvolvido estudos significativos na análise de transferência de calor e massa para o processo de liofilização (GEORGE e DATTA, 2002). Sagara e Ichiba (1994) estudaram métodos de medidas das propriedades de transporte em soluções de café liofilizado, considerando que as propriedades de transporte na camada de um material desidratado é um fator limitante na transferência de calor e massa durante o processo de liofilização.

Marques (2008) e Orrego Alzate (2008) afirmam que a tecnologia da liofilização consiste em três principais operações: congelamento, secagem primária e secagem secundária. As três fases do processo de liofilização são apresentadas na Figura 4.1.

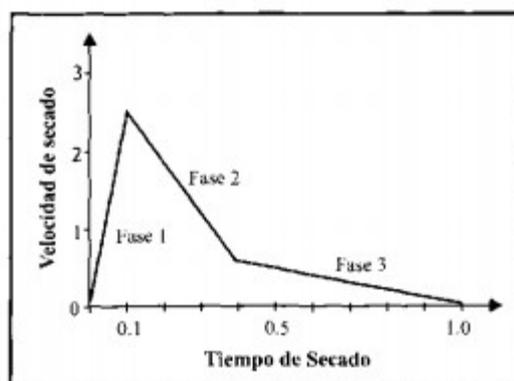


Figura 4.1 Etapas do processo de liofilização. Fonte: ORREGO ALZATE (2008).

Congelamento: A etapa do congelamento faz-se tão importante quanto a etapa de secagem, pois a estrutura dos poros do produto seco, irá influenciar na taxa de transferência de calor e massa no período de secagem, sendo esta influência determinada pelos cristais de gelo formados no material durante o congelamento. Se os cristais de gelo formados forem pequenos e descontínuos, a taxa de transferência de massa do vapor de água pela camada seca pode ser limitada, uma vez que, o tamanho e

homogeneidade dos cristais de gelo formados, definem a forma, a distribuição, o tamanho e a conectividade dos poros da camada seca formada pela sublimação. Se os cristais de gelo formados forem maiores e estiverem dispersos homogeneamente, a taxa de transferência de massa do vapor de água pela camada seca será maior e o produto secará mais rapidamente (HOTTOT et al., 2009).

Secagem primária: A secagem primária baseia-se na retirada da água livre por sublimação do gelo, nesta fase a água congelada é removida por sublimação. O vapor de água produzido é transportado por difusão através dos poros da estrutura da camada seca e atingem a câmara de secagem do liofilizador. Ao final da secagem primária, o teor de água residual no produto deve ser em torno de 10 a 15%. Os fatores críticos durante a secagem primária são as temperaturas do produto nas camadas seca e congelada, a quantidade de água na camada seca, a velocidade e temperatura da interface e a sua duração (CHAKRABORTY et al., 2006).

Secagem secundária: A secagem secundária envolve a remoção da água ligada por desorção. Consiste na retirada de água que está ligada à estrutura do material, quando não existe mais água na forma de gelo, ao final da secagem secundária este teor de água chega a níveis abaixo de 3%. Essa fase ocorre com velocidade menor que a sublimação, já que o teor de água é menor quando comparada à água livre do produto (10 a 35% do total de água do material). Consiste na remoção da água fortemente ligada à estrutura do produto por desorção. Esta remoção pode levar tanto tempo para ser removida quanto toda a água livre, devido às fortes ligações com as moléculas constituintes do produto. Os fatores críticos durante a secagem secundária são a temperatura, a quantidade de água do produto e a duração da etapa (ORREGO ALZATE, 2008).

Segundo Metta et al. (2012), a qualidade do produto final depende da matéria-prima, do equipamento de liofilização e dos procedimentos operacionais. A variedade de alimentos que podem ser liofilizados é vasta, como exemplo pode-se citar:

- Carnes: bovina, suína e aves;
- Grãos: milho, ervilha, feijão;
- Hortaliças: espinafre, brócolis, batata, cenoura, aspargos, couve-flor;
- Frutas: morango, maçã, banana, amora, tomate, pêssego, além de polpas e sucos de frutas;
- Condimentos: ervas aromáticas, cebola;
- Derivados do leite: queijo, iogurte;

- Alimentos de conveniência: refeições prontas, alimentos infantis, rações militares, extratos solúveis.

O processo de liofilização se mostra eficiente comparado com outros meios de desidratação, frente características como contração do produto, perda de voláteis, decomposição térmica, ações enzimáticas e desnaturação de proteínas, por isso merece destaque (GARCIA, 2009).

De acordo com Metta et al., (2012) na liofilização e na concentração por congelamento, obtém-se um efeito conservante semelhante pela redução da atividade de água sem o aquecimento dos alimentos e, como resultado, uma maior retenção da qualidade nutricional e das características sensoriais.

Segundo Phanindra Kumar et al. (2001) a alta qualidade, redução de peso e reidratação instantânea são as principais vantagens de alimentos liofilizados, enquanto que os secos por ar quente são texturalmente duros, exigem longo tempo de embebição ou cozimento e possuem má aparência. Dentre as vantagens da liofilização estão: a alteração do sabor do produto é reduzida, os produtos liofilizados são facilmente reconstituídos devido à estrutura porosa deixada pela saída de água, os produtos alimentícios podem ser disponibilizados ao consumidor fora do período de safra, a perda de nutrientes é reduzida, comparada ao processo de desidratação e o aumento da vida útil do produto: a retirada da água inibe o desenvolvimento dos microorganismos (SOUZA, 2011).

Oliveira (2012) produziu pó liofilizado a partir da polpa de cajá utilizando 17% de maltodextrina e comparou seus resultados com amostra controle liofilizada sem maltodextrina. Foi verificado que ambos os produtos apresentaram baixos teores de umidade, atividade de água e higroscopicidade, o que proporciona maior vida de prateleira ao produto, e o pó controle (em armazenamento) apresentou estabilidade de 60 dias, enquanto o pó com maltodextrina manteve boas características durante todo o desenvolvimento do estudo. As amostras apresentaram boa coloração, com a amostra controle tendo cor mais intensa.

Moraes et al. (2012), compararam a desidratação de frutas para fins de infusão, por método tradicional e liofilização, avaliou-se o impacto sensorial conferido por estes frutos à bebida e a aceitação pelos consumidores, sendo utilizados os frutos: maracujá, maracujá-do-mato, resíduo da acerola, abacaxi, melão, tamarindo e manga cv. Tommy atkins. Além da diferenciação entre os valores finais de teor de água, foi possível

perceber que a secagem convencional apresenta também algumas vantagens em relação ao método por liofilização, no que diz respeito ao aroma e ao sabor das frutas secas obtidas, e integridade física se comparado ao fruto *in natura*. De maneira geral, todas as amostras de chá foram consideradas aprovadas, do ponto de vista sensorial, uma vez que obtiveram notas acima de sete para a maioria dos atributos sensoriais.

4.3 MATERIAL E MÉTODOS

4.3.1 Obtenção das polpas

Os frutos de seriguela (*Spondias purpurea* L.) foram adquiridos em um único fornecedor da cidade de Campina Grande-PB. Os frutos foram transportados para a Unidade de Processamento de Frutos e Hortaliças do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco – *Campus Afogados da Ingazeira* para processamento e armazenamento.

Antes do processamento foi realizada a seleção quanto ao estágio de maturação (frutos com completo estágio de maturação), ausência de danos mecânicos e doenças. Em seguida, foram lavados em água corrente para retiradas de sujidades e sanitizados com solução clorada (10% de cloro ativo) a 50 ppm por 10 minutos e enxaguados com água corrente. O despulpamento foi realizado em uma despulpadeira horizontal provida de peneira com malha de 4 mm de abertura. Em seguida passou-se a polpa por uma outra peneira de 2mm de abertura para eliminar pequenas frações de fibras não trituradas, tornando a polpa mais homogênea. Logo após, acondicionou-se em embalagens de polietileno de baixa densidade com capacidade para 500g e armazenou-se em freezer a -18 °C, até o momento da elaboração das formulações.

4.3.2 Demais ingredientes

Utilizou-se *Spirulina platensis* orgânica em pó produzida e comercializada pela Fazenda Tamanduá, localizada no município de Santa Terezinha-PB.

Para as formulações submetidas ao processo de Liofilização, elaborou-se formulações contendo maltodextrina MOR-REX® 1910, dextrose equivalente 10 da Ingredion.

4.3.3 Formulações

Testes preliminares foram realizados com o intuito de definir as concentrações ideais de espirulina. Utilizou-se variações ente 0,5 e 5,0% com a finalidade de verificar a concentração que obtivesse uma quantidade considerável da cianobactéria mas que seu sabor não tornasse o produto indesejável, já que possui sabor peculiar e forte.

Diante dos testes realizados conseguiu-se agregar no máximo 3,0% de *Spirulina platensis* em pó na polpa de seriguela.

Para determinação as concentrações dos aditivos de secagem também realizou-se diversos testes e o delineamento encontra-se na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 Formulações de polpa mista de seriguela com espirulina para secagem por liofilização

Formulação	Spirulina (%)	Maltodextrina (%)
F1	3,0	10
F2	3,0	20
F3	3,0	30

4.3.4 Secagem por Liofilização

Os tratamentos T1, T2 e T3 foram submetidas ao congelamento a -25 °C realizada em freezer comum, e a -50 e -75 °C em balcão criogênico, por 36 horas. A liofilização foi realizada no liofilizador (Christ- ALPHA 1-2), a temperatura de -40 °C e um vácuo abaixo de 200 µm.Hg.

As amostras de cada formulação foram colocadas em recipientes de plástico e congeladas na forma de plástico de 10 mm de espessura e após o congelamento foram colocadas dentro de um tubo de vidro com capacidade de 500 ml e acoplado a válvula (manifolds) do liofilizador. O tempo de liofilização de cada formulação foi de 48 horas. Ao final do processo de liofilização, os pós foram triturados, acondicionados em embalagens metalizadas de polipropileno, revestidas internamente com polietileno, de densidade de 75,1414 g.m⁻² e fechadas utilizando-se uma seladora a vácuo. O produto foi armazenado a temperatura ambiente, dentro de caixas de isopropileno expandido, até o momento das análises.

4.3.5 Análises físico-químicas

As análises físico-químicas foram realizadas em triplicata, segundo os procedimentos a seguir.

4.3.5.1 Teor de água

O teor de água foi determinado através do método gravimétrico com a utilização de estufa a 105° + 3°C por 24h, que se baseia no peso de água removida das amostras durante a sua permanência na estufa. Os testes foram realizados em triplicata, com amostras de aproximadamente 3 g cada, expressas em base úmida, Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008).

4.3.5.2 Resíduo mineral fixo

A determinação de cinzas baseia-se na perda de peso de amostra submetidas a incineração a 550 °C, de acordo com AOAC (2000). Os resultados foram expressos em %.

4.3.5.3 pH

O pH foi determinado através do método potenciométrico. O potenciômetro foi previamente calibrado com solução tampão de pH 7,0 e 4,0, imergindo-se em seguida o eletrodo em um béquer contendo a amostra e fazendo-se a leitura direta no equipamento, segundo a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008). Os resultados foram expressos em unidades de pH.

4.3.5.4 Sólidos solúveis totais

A determinação do teor de sólidos solúveis (°Brix) das amostras foi determinado através do índice de refração da amostra, utilizando-se um refratômetro de bancada, segundo AOAC (2000).

4.3.5.5 Acidez total titulável

A acidez total titulável foi determinada pela titulação de certo volume da amostra pela solução de hidróxido de sódio 0,1 M fatorada, utilizando-se como indicador a fenolftaleína, de acordo com a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008).

4.3.5.6 Relação sólidos solúveis e acidez titulável (Ratio)

O ratio foi obtido por meio da razão entre o teor de sólidos solúveis e acidez titulável.

4.3.5.7 Ácido Ascórbico (Vitamina C)

O ácido ascórbico foi determinado por titulometria utilizando-se solução de DFI (2,6 diclo-fenol-indofenol 0,02% até coloração róseo claro permanente, utilizando-se 1g de polpa diluído em 50mL de ácido oxálico 0,5% de acordo com Strohecker e Henning (1967), os resultados foram expressos em $\text{mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$ de polpa.

4.3.5.8 Açúcares totais, redutores e não redutores

A determinação dos açúcares redutores foi realizada através da metodologia do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008) e os resultados expressos em percentual de glicose.

4.3.5.9 Proteínas

A determinação foi por meio do método de Kjeldahl, este se baseia em três etapas de determinação de nitrogênio: digestão, destilação e titulação. Nesse método a matéria orgânica é decomposta e o nitrogênio existente é transformado em amônia e, finalmente, quantificado segundo o IAL (2008).

4.3.5.10 Lipídeos

O material gorduroso foi extraído utilizando método frio através de extração com álcool metílico, clorofórmio e sulfato de sódio anidro, de acordo com o procedimento descrito por Bligh e Dyer, 1959.

4.3.6 Caracterização física dos pós

Os pós obtidos por liofilização com diferentes temperaturas de congelamento foram submetidos, em triplicata, as análises físicas de atividade de água (A_w), higroscopicidade, solubilidade, densidade aparente, densidade compactada, fator de Hausner (FH) e índice de Carr (IC).

4.3.6.1 Atividade de água

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

4.3.6.2 Higroscopicidade

A higroscopicidade foi determinada em triplicata de acordo com a metodologia proposta por Cai e Corke (2000), modificado por Silva et al. (2012), onde 1 g do pó, será acondicionado em recipiente hermético contendo solução saturada de NaCl (teor de água relativa de 75,3%). Após uma semana, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade expressa em g de teor de água absorvida por g de sólidos.

4.3.6.3 Solubilidade

Determinou-se a solubilidade dos pós de acordo com a metodologia descrita por Schoch (1964) com modificações. A solubilidade foi calculada de acordo com a Equação:

$$SO = \frac{PRE}{PA} \times 100$$

Em que:

SO – solubilidade;

PRE – massa do resíduo da evaporação;

PA – peso da amostra.

4.3.6.4 Densidade aparente

A determinação da densidade aparente será realizada pesando-se a amostra em uma proveta graduada de 10 mL; posteriormente calcular-se-á a relação entre massa da amostra e volume da proveta, conforme Equação abaixo (SANTHALAKSHMY et al., 2015).

$$\rho_{ap} = m/V$$

Em que:

ρ_{ap} - densidade (g/cm^{-3});

m - massa (g);

V - volume (cm³).

4.3.6.5 Densidade compactada

Para determinação da densidade compactada (ρ_{ap}) será utilizada a metodologia de Tonon et al. (2013); para determinação da densidade compactada será pesada uma massa de pó até completar o volume de 10 mL na proveta; em seguida, será compactado batendo-se a proveta 50 vezes sobre a bancada; a densidade será calculada pela relação entre a massa e o volume ocupado pela amostra compactada na proveta.

4.3.6.6 Fator de Hausner (FH)

O fator de Hausner (FH) que consiste na razão entre a densidade compactada e a densidade aparente segundo a metodologia de Hausner (1967) está correlacionado com a fluidez de um pó ou material granulado. O fator de Hausner do pó será calculado pela Equação abaixo.

$$FH = \frac{\rho_{comp}}{\rho_{ap}}$$

Em que:

FH - fator de Hausner (adimensional);

ρ_{comp} - densidade compactada (g/cm³);

ρ_{ap} - densidade aparente (g/cm³).

4.3.6.7 Índice de Carr (IC)

Será determinado conforme a metodologia de Bhusari et al. (2014). O índice de compressibilidade é um parâmetro relacionado à capacidade de empacotamento do pó, determinado por meio da Equação:

$$IC = \frac{\rho_{comp} - \rho_{ap}}{\rho_{comp}} \times 100$$

Em que:

IC - índice de Carr (%);

ρ_{comp} - densidade compactada (g/cm^3);

ρ_{ap} - densidade aparente (g/cm^3).

4.3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

As amostras liofilizadas após trituração para obtenção do pó foram fixadas a um toco de alumínio usando fita de carbono de dupla face. As amostras foram examinadas em microscópio eletrônico de varredura (TESCAN VEGA 3) caracterizadas com uma potencia de 5kV em alto vacuo e sem recobrimento.

4.3.8 Tratamento dos dados

Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e as médias comparadas pelo teste Tukey, ao nível de 5% de probabilidade, utilizando-se o programa computacional ASSISTAT (SILVA e AZEVEDO, 2016).

4.4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 4.2 encontram-se os valores dos parâmetros físico-químicos dos pós de de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) adicionada de *Spirulina platensis* a partir das formulações com 10, 20 e 30% de maltodextrina (F1, F2 e F3), nas temperaturas de pré-congelamento de -35, -50 e -75 °C.

Tabela 4.2 Resultados das análises físico-químicas de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) adicionada de *Spirulina platensis* liofilizada

Parâmetros	Temp. (°C)	Formulações		
		F1	F2	F3
Acidez Total Titulável (mg.100g ⁻¹)	-25 °C	2,34 aA	1,75 aB	1,39 aC
	-50 °C	2,03 cA	1,73 aB	1,41 aC
	-75 °C	2,21 bA	1,83 aB	1,41 aC
Sólidos Solúveis Totais (%)	-25 °C	63,07 cC	74,33 cB	85,40 cA
	-50 °C	64,67 bC	75,87 bB	86,73 bA
	-75 °C	66,27 aC	77,33 aB	88,13 aA
Ratio	-25 °C	27,05 bC	42,46 aB	61,44 aA
	-50 °C	31,84 aC	43,63 aB	61,60 aA
	-75 °C	29,95 abC	42,16 aB	62,53 aA
pH	-25 °C	3,70 cC	3,76 bB	3,78 bA
	-50 °C	3,80 aB	3,80 aB	3,83 aA
	-75 °C	3,77 bC	3,81 aB	3,83 aA
Açúcares Redutores (% Glicose)	-25 °C	48,12 bC	56,70 bB	65,82 bA
	-50 °C	48,62 abC	57,42 bB	66,74 bA
	-75 °C	49,68 aC	59,23 aB	67,65 aA
Açúcares Não Redutores (% Sacarose)	-25 °C	5,24 bC	7,36 bB	9,21 bA
	-50 °C	5,75 abC	7,91 abB	9,69 abA
	-75 °C	6,26 aC	8,41 aB	10,50 aA
Açúcares Totais (%)	-25 °C	53,36 bC	64,06 cB	75,02 cA
	-50 °C	54,37 bC	65,33 bB	76,43 bA
	-75 °C	55,94 aC	67,64 aB	78,15 aA

F1 = polpa mista com 10% de maltodextrina DE10; F2 = polpa mista com 20% de maltodextrina DE10 e F3 = polpa mista com 30% de maltodextrina DE10. As médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Tabela 4.2 Resultados das análises físico-químicas de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) adicionada de *Spirulina platensis* liofilizada (continuação)

Parâmetros	Temp. (°C)	Formulações		
		F1	F2	F3
Vitamina C (g.100g ⁻¹ de ácido ascórbico)	-25 °C	131,47 bA	114,96 aB	107,22 aB
	-50 °C	146,19 abA	122,90 aB	116,25 aB
	-75 °C	156,45 aA	126,17 aB	119,48 aB
Proteínas (%)	-25 °C	8,73 aA	6,48 aB	5,71 aC
	-50 °C	8,41 aA	6,91 aB	5,62 aC
	-75 °C	8,81 aA	7,01 aB	5,58 aC
Lípidios (%)	-25 °C	1,37 aA	0,87 bB	0,50 cC
	-50 °C	1,31 aA	0,96 bB	0,63 bC
	-75 °C	1,28 aA	1,10 aB	0,84 aC
Teor de Água (%)	-25 °C	8,27 aA	6,57 aB	4,52 aC
	-50 °C	7,91 aA	6,18 aB	4,04 abC
	-75 °C	7,61 aA	5,59 aB	3,03 bC
Cinzas (%)	-25 °C	2,06 cA	1,46 cB	0,95 bC
	-50 °C	2,33 bA	1,65 bB	1,11 aC
	-75 °C	2,58 aA	1,88 aB	1,15 aC

F1 = polpa mista com 10% de maltodextrina DE10; F2 = polpa mista com 20% de maltodextrina DE10 e F3 = polpa mista com 30% de maltodextrina DE10. As médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Os valores de acidez total titulável (ATT) reduziram significate com o aumento da concentração de maltodextrina, quando observou-se na mesma temperatura de pré-congelamento. Ao se comparar a mesma concentração de maltodextrina nas diferentes temperaturas de pré-congelamento estudadas somente observou-se diferença significativa ($p < 0,05$) em F1.

Meneses et al. (2009) estudaram a estabilidade do pó de acerola verde obtido em estufa por circulação de ar e liofilização por um período de 180 dias e demonstraram uma redução da acidez titulável com o tempo de armazenamento, variando de 7,68% a 6,55% para o pó dos frutos obtidos por desidratação em estufa e 8,50% a 6,18% para o pó dos frutos obtidos por liofilização, sendo todos os valores superiores aos encontrados nesta pesquisa devido a acerola possuir maior ATT.

Em estudo com sapoti em pó, Oliveira, Afonso e Costa (2011) verificaram acidez titulável de 0,247 mg/100g de amostra. Oliveira et al. (2007) observaram que, o aumento da concentração de maltodextrina favoreceu a menor retenção de cor e maior

acidez em sucos desidratados de abacaxi e maracujá, comportamento inverso ao encontrado nesta pesquisa.

Quando aos sólidos solúveis totais (SST) foi bastante influenciado pelo aumento da concentração de maltodextrina. F3 apresentou os maiores valores variando de 85,40 a 88,13%, a -25 e -75 °C (pré-congelamento), respectivamente. SST também variou pelas temperaturas, podendo ser justificado pela redução do teor de água. Oliveira et al. (2014) observaram o mesmo comportamento referente ao aumento de SST com adição de maltodextrina em cajá liofilizada, passando de 78 °Brix (pó interral) para 92,67 °Brix (pó com 17% de maltodextrina).

A maltodextrina tem a capacidade de reduzir a concentração de ácidos orgânicos, sendo evidenciado pela redução do valor de pH entre as amostras F1, F2 e F3. Apesar de ser observado diferença significativa dentro da mesma concentração do aditivo de secagem não foi possível verificar um comportamento neste parâmetro. Os valores encontrados neste trabalho encontram-se próximos aos relatados por Oliveira et al. (2009) em pó de murici liofilizado, de 3,63. Valores superiores foram descritos por Oliveira et al. (2011) em sapoti liofilizado (5,58).

O conhecimento do pH dos alimentos possui interesse devido a sua influencia no sabor, desenvolvimento de microrganismos, tipo de material de limpeza e sanitização adequados, escolha de equipamento para sua industrialização, tipos de aditivos e outros fatores (CHAVES et al. 2004).

O teor de açúcares redutores foram considerados elevados, sendo mais expressivos na temperatura de -75 °C, para as três concentrações de maltodextrina, com 49,68 (F1), 59,23 (F2) e 67,65% de glicose (F3). Mesmo assim esses valores encontram-se de acordo com os observados por Bezerra (2014) em polpa liofilizada de marolo, que foi de 42,57%, sem adição de maltodextrina. Este parâmetro encontra-se superior aos valores obtidos por Oliveira et al. (2011) em polpa de sapoti em pó liofilizado (36,09%) e por Silva et al. (2014) em polpa de figo-da-índia liofilizado com 30% de maltodextrina (40,92%).

Os teores de açúcares não redutores (ANR) aumentaram proporcionalmente ao aumento do carreador, sendo os maiores valores obtidos em F3 a -75 °C (10,50% de sacarose). Os valores de ANR encontram-se próximos aos descritos por Oliveira et al. (2010) em uvaia liofilizada (10,60%), e inferiores os encontrados por Canuto et al. (2014) em papaya liofilizada (47,65%).

O quantitativo de açúcares totais apresentou o mesmo comportamento observados em AR e ANR. Apesar de serem considerados elevados, ainda foram inferiores, para todas as formulações, do que os verificados por Canuto et al. (2014) em papaya liofilizada, acima de 74% para a formulação com 15% de maltodextrina e superiores aos de Oliveira et al. (2014) em cajá em pó.

Ao se verificar os resultados de vitamina C, percebeu-se que houve maior influência da formulação do que da temperatura de pré-congelamento, apresentando diferença dignificativa ($p < 0,05$). Os valores de ácido ascórbico diminuíram com o acréscimo de maltodextrina. Isso ocorre por não haver proteção deste constituinte pelo agente carreador. Ainda assim, todos os pós podem ser caracterizados como excelentes fontes desta vitamina C visto que a ingestão diária recomendada (IDR) no Brasil, é de 45 mg (Brasil, 2005).

Comparando-se o pó contendo maltodextrina apresentou valor inferior (90,46 mg.100 g⁻¹) ao pó da polpa integral (168,47 mg.100 g⁻¹) em polpa de cajá liofilizada (OLIVEIRA, et al. 2014). A quantidade de ácido ascórbico encontrada neste estudo é superior à do trabalho de Silva et al. (2005) que encontraram, em pó de umbu-cajá, o valor médio de 91,1 mg.100 g⁻¹.

Uma das características que mais marcantes e que destaca a Spirulina como alimento funcional, é seu alto teor protéico. O produto em pó apresenta teores de proteínas bastante elevado, como observado por Tharwat e Alturki (2014) e Dotto et al. (2013) com 61 e 67%. Fato que proporcionou resultados satisfatórios no pó misto de seriguela com *Spirulina platensis*, que foram em torno de 8,50% (F1) e valor médio de 5,50% em F3. Quanto aos lipídios foram considerados baixos, pelas características do fruto e da alga envolvidos no experimento, apresentando diferença significativa ($p < 0,05$) entre as formulações.

O teor de água foi maior em F1, variando de 7,61 a 8,27%, apresentando diferença significativa entre as formulações ($p < 0,05$). As formulações F2 e F3 obtiveram menores valores de teor de água, com média de 6,11 e 3,86%, respectivamente.

Angel et al. (2009), ao analisarem maracujá em pó obtido por spray drying com diferentes concentrações de lactose – maltodextrina, observaram teores de água entre 2,37% e 9,40%, cujos valores se encontram na faixa de aceitação dos parâmetros de qualidade para um produto em pó.

O valor do teor de água após a desidratação varia de acordo com a técnica, características do fruto e outros fatores. Silva et al. (2009) encontraram teor de água de 4,53% em araticum liofilizado, enquanto Martins (2006) verificou valores superiores em torno de 10,40% em pó de marolo. Ferreira e Pena (2010) encontraram valores médios de teor de água de 10,67% para casca de maracujá amarelo liofilizado, valores superiores aos evidenciados neste trabalho. Enquanto Tonon et al. (2009) suco de açaí seco por pulverização com adição de maltodextrina (10, 20 e 30%) e não encontraram diferença significativa ($p > 0,05$) para teor de água.

O teor de água por ser abundante em vegetais é de extrema importância para seu armazenamento. Este constituinte varia entre 80% e 95% na composição dos frutos, o que dificulta as etapas de pós-colheita, comercialização e armazenamento prolongado. Portanto, são necessárias técnicas de redução da água em frutas para aumentar sua vida de prateleira, seja por concentração e/ou desidratação, técnicas que têm direta influência no rendimento dos produtos elaborados (CHITARRA e CHITARRA, 2005; JESUS et al., 2004).

Os valores de resíduo mineral fixo (cinzas) apresentaram diferença significativa tanto para as formulações quanto para as temperaturas de congelamento, com tendência de aumento com a redução da temperatura e comportamento inverso quanto a adição de maltodextrina. Os maiores valores foram obtidos na formulação F1 a $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$ (2,58), e os menores em F3 a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ (0,95).

A Tabela 4.3 apresenta os resultados das análises físicas de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) adicionada de *Spirulina platensis* liofilizada. Os valores da atividade de água (a_w) apresentaram diferença estatística significativa ($p \leq 0,05$) com a redução das temperaturas de congelamento e com o aumento da concentração de maltodextrina nas formulações.

Marques (2008) estudou a variação da a_w a 30°C da acerola durante a liofilização com congelamento em freezer convencional, nitrogênio líquido N_2 (l) e vapor de nitrogênio N_2 (v) e verificou que em todos os congelamentos a atividade de água diminuiu com o tempo de secagem, ou seja, quanto maior o tempo de liofilização menor a atividade de água do produto final e tem-se que o congelamento a temperaturas mais baixas estende o tempo de liofilização, logo, afirmou que a atividade de água do material congelado no freezer convencional era significativamente maior que os valores apresentados para o congelamento no N_2 (l) e N_2 (v), o que corrobora com os valores de

atividade de água encontrados para os pós deste estudo. Estas diferenças nos valores de atividade de água ocorrem porque as diferentes técnicas de congelamento resultam em estruturas celulares diferentes e produtos com estruturas porosas distintas. Justificando-se este comportamento na suposição de que os danos causados na estrutura celular pelo congelamento lento ocasionam a imobilização da molécula de água na estrutura dos polissacarídeos pécticos, formando a água estrutural responsável pela elevada atividade de água durante a liofilização.

Quek et al. (2007) estudando a obtenção de melancia em pó com diferentes concentrações de maltodextrina, encontraram valores de atividade de água de 0,20 a 0,29, afirmando que os dados mostraram que a atividade de água diminuiu com a maior concentração de maltodextrina. Slabin et al. (2008) ao avaliarem tâmaras em pó com diferentes concentrações de maltodextrinas, obtiveram valores na faixa entre 0,30 a 0,33.

Os valores de a_w encontram-se todos abaixo dos observados por Silva et al. (2016) em polpa de figo-da-índia liofilizado com 30 % de maltodextrina ($>0,310$). De acordo com Bezerra (2009), uma atividade de água elevada, implica numa maior quantidade de água livre disponível para as reações químicas e conseqüentemente, vida útil mais curta, equanto a redução na atividade de água impede o desenvolvimento microbiano e inibe a maioria das reações químicas e enzimáticas que provocam alterações no alimento, onde valores de atividade de água entre 0,20 e 0,40 garantem a estabilidade do produto, ou seja, há uma diminuição das velocidades das reações de escurecimento, hidrolíticas, oxidação, oxidação líquida, auto-oxidação e atividade enzimática.

Houve tendência de diminuição da higroscopicidade com o aumento de maltodextrina nas amostras e pouca influência da temperatura de congelamento. F3 obteve os melhores valores deste parâmetro, sem um comportamento definido quando a temperatura aplicada, porém todos abaixo de 18,50%. Segundo Tonon et al. (2009) este comportamento se deve ao fato de a maltodextrina ser um material de baixa higroscopicidade e confirma a eficiência do seu uso como agente carreador no sentido de reduzir a higroscopicidade dos produtos desidratados.

A capacidade do pó para manter-se em uma mistura homogênea com água pode ser verificada pela solubilidade. Segundo Caparino et al. (2012) a solubilidade é o critério mais confiável para avaliar o comportamento do pó em solução aquosa. O pó de

polpa mista de seriguela com *Spirulina* apresentou baixa solubilidade (abaixo de 50%) estando superiores aos observados por Moura (2015) em pós de pitaya liofilizadas com teores de maltodextrina de 20% e 25% e os de Tonon et al. (2013) em açaí atomizado utilizando-se fécula de mandioca como aditivo de secagem (32,08%).

Tabela 4.3 Resultados das análises físicas de polpa de seriguela (*Spondias purpurea* L.) adicionada de *Spirulina platensis* liofilizada

Parâmetros	Temp. (°C)	Formulações		
		F1	F2	F3
Atividade de Água	-25 °C	0,248 aA	0,196 aB	0,118 aC
	-50 °C	0,186 bA	0,121 bB	0,087 bC
	-75 °C	0,093 cA	0,074 cB	0,056 cC
Higroscopicidade (%)	-25 °C	20,73 bA	16,83 cB	16,97 bB
	-50 °C	20,33 bA	19,37 aB	16,27 cC
	-75 °C	22,37 aA	18,36 bB	18,43 aB
Solubilidade (%)	-25 °C	37,85 aB	40,96 bA	42,05 bA
	-50 °C	38,41 aC	41,07 bB	42,86 abA
	-75 °C	38,16 aB	42,73 aA	43,89 aA
Densidade Aparente	-25 °C	0,64 aA	0,61 aA	0,65 aA
	-50 °C	0,58 bA	0,53 bB	0,58 bA
	-75 °C	0,55 bA	0,53 bA	0,47 cB
Densidade Compactada	-25 °C	0,73 aB	0,74 aAB	0,78 aA
	-50 °C	0,64 bB	0,70 bA	0,73 aA
	-75 °C	0,69 abB	0,74 abA	0,79 abA
Fator de Hausner	-25 °C	1,14 bB	1,29 bA	1,14 bB
	-50 °C	1,10 bC	1,33 bA	1,25 aB
	-75 °C	1,25 aB	1,40 aA	1,27 aB
Índice de Carr	-25 °C	12,50 bB	22,22 bA	12,50 bB
	-50 °C	9,17 bC	25,00 abA	20,10 aB
	-75 °C	19,68 aB	28,61 aA	20,82 aB

F1 = polpa mista com 10% de maltodextrina DE10; F2 = polpa mista com 20% de maltodextrina DE10 e F3 = polpa mista com 30% de maltodextrina DE10. As médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças estatísticas entre si. Foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

A densidade aparente não apresentou comportamento definido quanto as formulações e temperaturas. Moura (2015) não verificou diferença significativa para a densidade aparente de pitaya branca liofilizada com 15% e 20% de maltodextrina em

suas formulações. No entanto, observou valores de 0,48 e 0,55g/cm³ para os pós de pitaya branca com 20% de maltodextrina e 0,55g/cm³ para os pós de pitaya branca com 25% de maltodextrina, valores próximos aos obtidos para os encontrados neste estudo. Tonon et al. (2013) relataram valores médios de 0,37g/cm³ (maltodextrina DE 20) e 0,39g/cm³ (maltodextrina DE 10), ao aplicar secagem por atomização para obtenção de açaí em pó, inferiores aos verificados no pó de seriguela com *Spirulina*.

Para a densidade compactada observou-se que o aumento da concentração de maltodextrinas nas amostras tornou os produtos menos compactados. Verificou-se, como esperado, que os valores da densidade compactada foram superiores aos da densidade aparente em razão da menor quantidade de espaços vazios. Zea et al. (2013) estudaram pitaya em pó liofilizada, elaborada com 10% de maltodextrina, obtendo valores de densidade compactada de 0,57g.cm⁻³.

Os resultados da determinação da densidade aparente e compactada também foram usados para determinar Fator de Hausner (FH) e o Índice de Índice de Carr (IC). O FH e o IC fornecem um resultado indireto da facilidade do pó em escoar, uma vez que, quanto mais arredondada é uma partícula, menores serão os espaços de ar dentro das misturas de pós, facilitando assim o seu rolamento e conseqüentemente seu escoamento (USP, 2006; WELLS, 2005). Produtos com valores de FH menor que 1,18 são classificados como de boa compressão. Em relação ao índice de Carr, materiais com índice entre 5 e 15% são considerados de fluidez excelente, de 12 a 16% fluxo bom, de 18 a 21% escassa, de 22 a 35% fluxo fraco, de 35 a 38% muito fraco e maior que 40% extremamente fraco (AULTON, 2005).

De acordo com a classificação descrita acima, os pós da F1 a -25 e -50 °C apresentam boa compressão, bem como F3 a -25 °C. Para o índice de Carr, verificou-se que os pós classificados com fluxo excelente foram F1 (-25 e -50 °C) e F3 (-25 °C). Enquanto que os de apenas F1 (-75°C) foi considerado de fluxo bom e F2 nas três temperaturas de pré-congelamento foram classificados como de fluxo fraco.

Tem-se na Figura 4.2 as fotomicrografias da polpa mista de seriguela e *Spirulina* pó liofilizada obtida por microscopia eletrônica com aumento de 500X. Percebe-se que não existe uniformidade na forma e tamanho das partículas, devido a trituração que é realizado no material desidratado com a finalidade de tornar a polpa em

pó mais homogênea. Resultado semelhante foi encontrado por Santana e Gaspareto (2009), em estudo com secagem por liofilização e método convencional de fibra alimentar do albedo, que revelam irregularidades das estruturas físicas do material orgânico.

Diferentemente destes resultados tem-se os de Tonon (2009) ao analisar imagens das partículas de suco de açaí, produzidas com 20% de maltodextrina, pelo método spray drying sob diferentes temperaturas de secagem (138, 170 e 202°C) onde as partículas apresetaram formato esférico, que é característica dos pós obtidos por spray drying e as superfícies das microcápsulas foram predominantemente rugosas, embora algumas sejam lisas. Segundo Thies (2001), as depressões que aparecem na superfície são formadas devido á contração das partículas durante a secagem e o resfriamento.

O tamanho dos poros dos sistemas liofilizados foi reduzido à medida que a temperatura de congelamento foi diminuída, fornecendo uma maior taxa de resfriamento e aumento da nucleação. Os sistemas liofilizados congelados a -25 °C tinham os maiores poros e canais, como mostrado na Figura 4.2 a, d e g. Esta maior temperatura de congelamento deu uma taxa de resfriamento menor, nucleação mais lenta e mais tempo para o crescimento de cristais de gelo, e conseqüentemente, os maiores poros deixados pelos cristais de gelo.

Os resultados confirmaram que um número menor de núcleos de gelo foi inicialmente formado na maior temperatura de congelamento, levando à formação de gelo maior cristais (KANG et al., 1999).

Efeitos semelhantes da temperatura de congelamento no tamanho dos poros de polímeros liofilizados foram relatados (HARNKARNSUJARIT et al. 2012; O'BRIEN et al., 2005; KANG et al., 1999; MA e ZHANG, 1999; MADIHALLY e MATTHEW, 1999; SHAPIRO e COHEN, 1997). Estes estudos descobriram a diminuição do tamanho dos poros de matrizes liofilizadas como temperatura de congelamento foi diminuída.

congelamento entre -10 e -30 °C (com a mesma taxa de resfriamento de $0,2$ °C / min) não influenciou o tamanho do poro de hidrogel liofilizado. Segundo Harnkarnsujarit et al. (2012) a diminuição do tamanho dos poros dos sistemas liofilizados, como a temperatura de congelamento foi diminuída de -20 para -80 °C, foi significativamente influenciado pelo aumento da taxa de resfriamento de $1,2$ para $5,4$ °C / min. Uma taxa suficientemente rápida de resfriamento aumentou o número de núcleos e removeu o calor de cristalização, evitando assim a formação de grandes cristais de gelo (KANG et al., 1999; SHAPIRO e COHEN, 1997).

A maltodextrina afetou as propriedades de congelamento e as estruturas liofilizadas dos sistemas. Este material é comumente usado em criopreservação e como matriz de proteção no congelamento e liofilização de preparações farmacêuticas, proteínas, bactérias e alimentos sensíveis componentes. No entanto, esse tipo de componente pode mostrar menos interação com componentes sensíveis e fornecer menos proteção para, por exemplo, proteína nativa estruturas e membranas celulares que podem exigir flexibilidade durante concentração por congelamento e secagem por liofilização, o gelo suportou a estrutura congelada. Uma vez que a sublimação removeu o gelo, os poros restantes não colapsaram devido à alta viscosidade da solução amorfa concentrada ou os solutos não congelados (BELLOWS e KING, 1972). Se a viscosidade do solutos não congelados diminuíram para um nível que facilitou a deformação, a matriz poderia fluir e o colapso do poro poderia ocorrer (LEVI e KAREL, 1995).

A sublimação de pequenos cristais de gelo resultou em pequenos poros no camada seca que efetivamente resistiu a transferência de massa e, portanto, agiu como uma barreira contra a sublimação (PIKAL et al., 2002).

4.5 CONCLUSÃO

Dentre a caracterização físico-química de polpa polpa mista de seriguela com *Spirulina*, verificou-se que os parâmetros de acidez total titulável, vitamina C, proteínas, lipídios, teor de água e cinzas foram influenciados pelas formulações, reduzindo os teores com a inclusão de maltodextrina nas amostras.

Os valores de ratio, pH, açúcares totais, redutores e não redutores aumentaram conforme se adicionou agente carreador nas amostras, com pouca ou nenhuma influência da temperatura de pré-congelamento.

O teor de sólidos solúveis totais sofreu influência das duas variáveis (temperatura e formulação), cujos valores aumentaram tanto com a redução da temperatura de congelamento quanto com a inclusão de maltodextrina na polpa mista de seriguela com *Spirulina*.

A atividade de água dos pós diminuiu com a redução temperatura de congelamento e com o aumento de maltodextrina. Já a higroscopicidade reduziu com o aumento de agente carreador, sendo os pós menos higroscópicos obtidos em F3.

Quanto a fluidez do pó, verificou-se que F1 (-25 e -50°C) e F3 (-25°C) apresentaram boa compressão e foram classificados como de fluxo de escoamento excelente.

Os pós liofilizados de polpa mista de seriguela com *Spirulina platensis* foram influenciados majoritariamente por suas formulações com diferentes concentrações de maltodextrina e em menor grau pela temperatura prévia de congelamento do material.

A morfologia demonstrou que o pó liofilizado apresentou estrutura irregular típica de processos de liofilização. As temperaturas de congelamento utilizadas para o pré-congelamento das amostras afetaram a estrutura do pó, com redução do tamanho dos poros, com a redução da temperatura de congelamento.

4.6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AIMOLI, C. G.; NOGUEIRA, G. M.; NASCIMENTO, L. S.; BACETI, A.; LEIRNER, A. A.; MAIZATO, M. J. S.; HIGA, O. Z.; POLAKIEWICZ, B.; PITOMBO, R. N. M.; BEPRU, M. M. Lyophilized bovine pericardium treated with a phenethylamine diepoxide as an alternative to preventing calcification of cardiovascular bioprosthesis: preliminary calcification results. **Artificial Organs**, v. 31, n4, p 278-283, 2009.

ANGEL, R. M. C.; MUÑOZ, L. C. E.; AVILES-AVILES, C.; GARCÍA, R. G.; SANTILLÁN, N. M. M.; LAGUNES, A. G.; ARCHILA, M. A. *Spray-drying* of passion fruit juice using lactose maltodextrin blends as the support material. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v. 52, n. 4, p. 1011-1018, 2009.

AOAC – Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis of Association of Official Analytical Chemists**. 17 ed. Arlington, 2000.

APENBURG, O.R.O. *Desidratação do côco pelo processo foam mat (côco em pó)*. Campinas: 1971. 37p. (Dissertação de Mestrado).

AULTON, M. E. **Delineamento de formas farmacêuticas**. 2 ed. Artmed, 2005.

AVELLO, M.; SUWALSKY, M. Radicales libres, antioxidantes naturales y mecanismos de protección. Atena, **Concepción**, v. 494, n. 2, p. 161-172, 2006.

BATES, R.P. Factors affecting foam production and stabilization of tropical fruit products. **Food Technology**, v. 8, n.1, p.93 – 96, 1964.

BELLOWS, R. J., & KING, C. J. Freeze-drying of aqueous solutions: Maximum allowable operating temperature. **Cryobiology**, v.9, 559–561, 1972.

BEZERRA T. S. **Comportamento higroscópico de pós de diferentes variedades de manga (*Mangifera indica* L.)**. 2009. 101 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2009.

BEZERRA, T. S. **Caracterização física, química e morfológica de polpa de marolo liofilizada**. 2014. 140 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.

BLIGH, E. G.; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian Journal Biochemistry Physiological**, Ottawa, v. 27, n. 8, p. 911-917, 1959.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada - RDC nº 269, de 22 de setembro de 2005. Dispõe sobre o Regulamento Técnico sobre a Ingestão Diária Recomendada (IDR) de Proteína, Vitaminas e Minerais. Diário Oficial da União. Brasília, 2005.

CANUTO, H. M. P.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior of freeze-dried papaya pulp powder with maltodextrin. **Acta Scientiarum. Technology**, Maringá, v. 36, n. 1, p. 179-185, Jan.-Mar., 2014.

CAPARINO, O. A.; TANG, J.; NINDO, C. I.; SABLANI, S. S.; POWERS, J. R.; FELLMAN, J.K. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (*Philippine 'Carabao' var.*) powder. **Journal of Food Engineering**. v.111, p.135-148, 2012.

CEOPI, L.; RUDI, L.; MISCU, V.; COJOCARI, A.; CHIRIAC, T.; SADOVNIC, D. Antioxidative activity of ethanol extracts from *Spirulina platensis* and *Nostoc linckia* measured by various methods. **Fasc Biol.**, v. 16, n. 2, p. 43-48, 2009.

CHAKRABORTY, R.; SAHA, A. K.; BHATTACHARYA, P. Modeling and simulation of parametric sensitivity in primary freeze-drying of foodstuffs. **Separation and Purification Technology**, v. 49, n. 3, p. 258-263, 2006.

CHAVES, M. C. V.; GOUVEIA J. P. G.; ALMEIDA, F. A. C.; LEITE, J. C. A.; SILVA, F. L. H. Caracterização físico-química do suco da acerola. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, Campina Grande, v. 4, n. 2, p. 1-10, 2004.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutas e hortaliças: fisiologia e manuseio**. 2. Ed. Lavras: UFLA, 2005, 785p.

CUQ, B.; RONDET, E.; ABECASSIS, J. Food powders engineering, between knowhow and science: constraints, stakes and opportunities. **Powder Technology**, v. 208, n. 2, p. 244-251, 2011.

DOTTO, G. L.; VIEIRA, M. L.; ESQUERDO, V. M.; PINTO, L. A. A. Equilibrium and thermodynamics of azo dyes biosorption onto *Spirulina platensis*. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 30, n. 1, p. 13-21, 2013.

FERREIRA, M. F. P.; PENA, R. S. Estudo da secagem da casca do maracujá amarelo. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.12, n.1, p.15-28, 2010.

FOX, R. D. **Spirulina Production & Potencial**. Aix-en-Provence: Edisud, 1996. 89 p.

FREIRE, F. C. O. **Uso da manípueira no controle do oídio da cerigueleira: resultados Preliminares**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2001. 2p. (Embrapa Agroindústria Tropical. Comunicado técnico 70, 2001.

GARCIA, L. P. **Liofilização aplicada a alimentos**. 2009. 45p. Trabalho Acadêmico (Graduação Bacharelado em Química de Alimentos) - Universidade Federal de Pelotas. Pelotas, RS, 2009.

GEORGE, J. P. & DATTA, A. K. Development and validation of heat and mass transfer models for freeze-drying of vegetable slices, **Journal of Food Engineering**, v. 52, n. 1, p. 89-93, 2002.

HARNKARNSUJARIT, N.; CHAROENREIN, S.; ROOS, Y. H. Microstructure formation of maltodextrin and sugar matrices in freeze-dried systems. **Carbohydrate Polymers**, v. 88, p.734–742, 2012.

HOTTOT, A.; ANDRIEU, J.; VESSOT, S.; SHALAEV, E.; GATLIN, L. A.; RICKETTS, S. Experimental study and modeling of freeze-drying in syringe configuration. Part I: Freezing step. **Drying Technology**, v. 27, p. 40-48, 2009.

IAL-INSTITUTO ADOLFO LUTZ (São Paulo). Métodos físico-químicos para análise de alimentos/versão digital. 4ª edição, São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008, p. 1020.

JESUS, S. C.; FOLEGATTI, M. I. S.; MATSUURA, F. C. A. U.; CARDOSO, R. L. Caracterização física e química de frutos de diferentes genótipos de bananeira. **Bragantia**, Campinas, v.63, n.3, p.315-323, 2004.

KANG, H. W.; TABATA, Y.; IKADA, Y. Fabrication of porous gelatin scaffolds for tissue engineering. **Biomaterials**, v. 20, p. 1339–1344, 1999.

KARIM, A. A.; WAI, C. C. Foam-mat drying of starfruit (*Averrhoa carambola* L.) purée. Stability and air drying characteristics. **Food Chemistry**. v.64, n.3, p. 337–343, 1999.

KUMAR, S. B.; RAVI, R.; SARASWATHI, G. Optimization of Fruit Punch Using Mixture Design. **Journal of Food Science**, v.75, n.1, 2010.

LEIRNER, A. A.; TATTINI JUNIOR, V.; PITOMBO, R. N. M. Prospects in lyophilization of bovine pericardium. **Artificial Organs**, v. 33, n. 3, p221-229, 2009.

LEVI, G.; KAREL, M. Volumetric shrinkage (collapse) in freeze-dried carbohydrates above their glass transition temperature. **Food Research International**, v. 28, p. 145–151, 1995.

LIRA Júnior, J.S.; MUSSER, R.S.; MELO, E.A.; et al. **Caracterização física e físico-química de frutos de cajá-umbu (*Spondias* spp.)**. Revista Ciência de Tecnologia de Alimentos, v.25, n.4, p. 757-761, 2005.

MA, P. X.; ZHANG, R. Synthetic nano-scale fibrous extracellular matrix. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 46, p. 60–72, 1999.

MADIHALLY, S. V.; MATTHEW, H. W. T. Porous chitosan scaffolds for tissue engineering. **Biomaterials**, v. 20, p. 1133–1142, 1999.

MARQUES, L. G. **Liofilização de frutas tropicais**. 2008. 255f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) -, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2008.

MARQUES, L. G., SILVEIRA, A. M., FREIRE, J. T. Freeze-drying characteristics of tropical fruits. **Drying Technology**, v. 24, n. 1-7, p. 457-463, 2006.

MARTINS, B. A. **Avaliação físico-química de frutos do cerrado in-natura e processados para a elaboração de multimisturas**. 2006. 85 p. (Mestrado em Ecologia e Produção Sustentável) – Universidade Católica de Goiás, Goiânia, 2006.

MENEZES, A. R. V., SILVA JÚNIOR, A., CRUZ, H. L. L., ARAUJO, D. R., SAMPAIO, D. D. Estudo comparativo do pó da acerola verde (*Malpighia emarginata* D.C) obtido em estufa por circulação de ar e por liofilização. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v.11, n.1, p.1-8, 2009.

METTA, F. I. K.; AYROSA, A. M. I. B.; PALETTA, F. C. O papel da liofilização na conservação de alimentos pelo controle da umidade. **XII Safety, Health and Environment World Congress**. July 22 - 25, 2012, São Paulo. p. 162 – 165.

MORAES, L. R. V.; AZEVÊDO, L. C. de.; SANTOS. V. M. L.; LEITÃO, T. J. V. Estudo comparativo da desidratação de frutas para fins de infusão, por método tradicional e liofilização. **Revista Semiárido De Visu**, v. 2, n.2, p.254-264, 2012.

MORÁN, S. S.; TEJACAL, I. A.; CABRERA, F. R.; MARTÍNEZ, V. L.; FLORES, L. J. P.; ZALDÍVAR, C. P.; SÁNCHEZ, D. G.; SÁNCHEZ, F. D. L.; ASTUDILLO, Y. I. M. Quality attributes and functional compounds of Mexican plum (*Spondias purpurea* L.) fruit ecotypes. **Fruits**, v. 70, n. 5, p. 261-270, 2015

MOURA, R. L. **Liofilização de polpa de pitaya**. 2015. 132f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, Paraíba, 2015.

O'BRIEN, F. J.; HARLEY, B. A.; YANNAS, I. V.; GIBSON, L. The effect of pore size on cell adhesion in collagen-GAG-scaffolds. **Biomaterials**, v. 26, p. 433–441, 2005.

OLIVEIRA, A.R.G.; BORGES, S V.; FARIA, R.K.; GREGÓRIO, E.E.S.R. Influência das condições de secagem por atomização sobre as características sensoriais de sucos maracujá (*Passiflora edullis*) e abacaxi (*Ananas comosus*) desidratados. **Revista Ciência Agronômica**, Fortaleza, v. 38, n.3, p.251-256, 2007.

OLIVEIRA, G. S.; COSTA, J. M. C.; AFONSO, M. R. A.. Caracterização e comportamento higroscópico do pó da polpa de cajá liofilizada. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande , v. 18, n. 10, p. 1059-1064, Oct. 2014 . DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1807-1929/agriambi.v18n10p1059-1064>.

OLIVEIRA, V. S.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Caracterização físico-química e comportamento higroscópico de sapoti liofilizado. **Revista Ciência Agronômica**, Fortaleza, v.42, p.342-348, 2011. <http://dx.doi.org/10.1590/S1806-66902011000200012>.

ORREGO ALZATE, C. E. **Congelación y Liofilización de Alimentos**. Manizales, Caldas, Colômbia. p. 49 – 65, 2008.

PHANINDRA KUMAR, H. S.; RADHAKRISHNA, K.; NAGARAJU, P. K.; VIJAYA RAO, D. Effect of combination drying on the physico-chemical characteristics of carrot and pumpkin. **Journal of Food Processing Preservation**, Westport, v. 25, p. 447- 460, 2001.

PITOMBO, R. N. M.; LIMA, G. A. M. R. Nuclear magnetic resonance and water activity in measuring the water mobility in Pintado (*Pseudoplatystoma corruscans*) fish. **Journal of Food Engineering**, v. 58, p. 59-66, 2003.

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

RAJKUMAR, P.; KAILAPPAN, R.; VISWANATHAN, R.; RAGHAVAN, G. S. V.; RATTI, C. Foam Mat Drying of alphonso Mango Pulp. **Drying Technology**, v.35, n.2, p. 357-365, 2007

RATTI, C. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. **Journal of Food Engineering**, v.49, p.311-319, 2001.

SAGARA, Y.; ICHIBA, J. Measurement of transport properties for the dried layer of coffee solution undergoing freeze drying. **Drying Technology**. v. 12, n.5, p. 1081-1103, 1994.

SANKAT, C. K.; CASTAIGNE, F. Foam in gaud drying behavior of ripe bananas. **Food Science and Technology**, v.37, n.1, p. 517-525, 2004.

SHAPIRO, L.; COHEN, S. Novel alginate sponges for cell culture and transplantation. **Biomaterials**, v. 18, p. 583–590, 1997.

SILVA, A. M. L.; GOMES, A. C. G.; MARTINS, B. A. Alterações físico-químicas e estudo enzimático da polpa de araticum (*Annona crassiflora* Mart.). **Estudos**, v. 36, p. 775-783, 2009.

SILVA, A. S.; GURJÃO, K. C. O.; ALMEIDA, F. A. C.; BRUNO, R. L. A.; PEREIRA, W. E. Desidratação da polpa de tamarindo pelo método de camada de espuma. **Ciências agrotécnicas**, Lavras, v. 32, n. 6, p. 1899-1905, nov./dez., 2008.

SILVA, F. A. S.; AZEVEDO, C. A. V. The Assistat Software Version 7.7 and its use in the analysis of experimental data. **Afr. J. Agric. Res**, v.11, n.39, p.3733-3740, 2016.

SILVA, M. J. S.; FIGUEIREDO, R. M. F.; SANTOS, D. C. S.; OLIVEIRA, M. N.; LISBOA, J. F. **Obtenção e caracterização física e química da polpa de figo da Índia em pó liofilizada**. IN: ONE, G. M. C.; CARVALHO, A. G. C. Nutrição e saúde: conhecimento, integração e tecnologia 1 [recurso eletrônico] João Pessoa: Impressos Adilson, 2016.

SILVA, R. N. G.; FIGUEIREDO, R. M. F. DE; QUEIROZ, A. J. DE M.; GALDINO, P. O. Armazenamento de umbu-cajá em pó. **Ciência Rural**, v.35, p.1179-1184, 2005.

SLABIN, S. S.; SHRESTHA, A. K.; BHANDARI, B. R. A new method of producing date powder granules: Physicochemical characteristics of powder. **Jounal Food Engenier**. New York, v. 87, p. 416– 421, 2008.

SOUZA, D. S.; PIMENTEL, J. D. R.; MARQUES, L. G. NARAIN, N. Estudo da cinética de reidratação do pó da polpa do abacate liofilizado. **Scientia Plena**.v.7, n.6, 2011.

STROHECHER, R. HENNING, H.M. **Analisis de vitaminas: métodos comprobados**. Madrid: Paz Montalvo, 1967. 428p.

THARWAT, A. A.; ALTURKI, S. M. Spirulina platensis production using date palm substances and low cost media in the climatic conditions of Saudi Arabia. **Advances in Environmental Biology**, v. 8, n. 7, 2014.

THIES, C. **How to make microcapsules**. St Louis, Missouri: Lecture and Laboratory, 2001.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Aplicação da secagem por atomização para a obtenção de produtos funcionais com alto valor agregado a partir do açaí. **Revista Inclusão Social**, v. 6, n. 2, p. 70-76, 2013.

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

TRAVAGLINI, D. A.; NETO, M. P.; BLEINROTH, E. W.; LEITÃO, M. F. F. **Banana passa: princípios de secagem, conservação e produção industrial**. Campinas: ITAL, 1993, 73p.

United States Pharmacopeia: USP 29. Rockville: United States Pharmacopeial Convention, 2006.

VAN ARSDEL, W. B.; COPLEY, M. J.; MORGAN, A. I. **Food dehydration**. Westport: The Avi Publishing, 2. ed., 1964.721 p.

VAN VLIERBERGHE, S., CNUUDE, V., DUBRUEL, P., MASSCHAELE, B., COSIJNS, A., PAEPE, I., et al. Porous gelatin hydrogels: 1. Cryogenic formation and structure analysis. **Biomacromolecules**, v. 8, p. 331–337, 2007.

VIEIRA, H.A.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Isotermas de adsorção de umidade da pitanga em pó. **Revista de biologia e ciências da terra**, n. 1, v.7, 2007.

WELLS J. **Pré-formulação farmacêutica**. In: AULTON M. E. Delineamento de formas farmacêuticas. Porto Alegre: Artmed, Cap. 8, p.124-148, 2005.

ZEA, L. P.; YUSOF, Y. A.; AZIZ, M. G.; LING, C. N.; AMIN, N. A. M. Compressibility and dissolution characteristics of mixed fruit tablets made from guava and pitaya fruit powders. **Powder Technology**, v. 247,p. 112-119, 2013.