



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

FLAVIA CRISTINA SEABRA PIRES

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DO TUCUPI EM PÓ
EM *SPRAY DRYER***

**BELÉM
2015**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

FLAVIA CRISTINA SEABRA PIRES

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DO TUCUPI EM PÓ
EM *SPRAY DRYER***

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Rosinelson da Silva Pena

**BELÉM
2015**

FLAVIA CRISTINA SEABRA PIRES

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DO TUCUPI EM PÓ EM SPRAY
DRYER**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Data de Avaliação: ____/____/____

Nota: _____ Conceito: _____

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Rosinelson da Silva Pena
(FEA/ITEC/UFPA – Orientador)

Prof. Dr. Luiz Ferreira de França
(FEA/ITEC/UFPA – Membro)

Prof^a. Dr^a. Luiza Helena Meller da Silva
(FEA/ITEC/UFPA – Membro)

Prof^a. Dr^a. Ana Vânia Carvalho
(EMBRAPA Amazônia Oriental – Suplente)

DEDICATÓRIA

A Deus, aos meus pais, Cristina e Hildemar, e aos meus irmãos Bruno e Felipe, por serem os meus exemplos de coragem, força e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pois ele é o responsável pela a minha saúde, fé, força e coragem, obrigada Senhor por mais essa conquista.

À minha família Cristina, Hildemar, Felipe, Bruno e Maria que me amam, que me apoiam, que cuidam de mim e que me mostram que eu sempre posso ir mais longe. Amo vocês incondicionalmente!

À Universidade Federal do Pará (UFPA), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos (PPGCTA) pela oportunidade de realização do curso e pelo suporte financeiro.

Ao meu orientador Prof^o. Dr. Rosinelson da Silva Pena, pela orientação, paciência e compreensão. Ao Prof^o. Dr. Luiz França e às Prof^a. Dr. Luiza Meller e Dr. Ana Vânia por terem aceitado o convite para participar da banca da defesa e pelas sugestões, que contribuíram para a melhoria desse trabalho. À Prof^a. Msc. Elisa Neves pela confiança ao permitir que eu ministrasse parte da sua disciplina na graduação durante o meu estágio docente.

À família LAFAMI, Brenda, Diego, Wanessa, Mayara, Leilane, Telma, Juliana e Gisele pela união, amizade, companheirismo, apoio e cumplicidade. Vocês tornaram os meus dias mais leves e divertidos no laboratório, sem vocês seria muito mais difícil.

Aos amigos e colegas de outros laboratórios, em especial ao meu amigo Adriano, os quais me ajudaram de alguma forma a realizar este trabalho.

Ao Felipe e à Dona Goreth que ao final deste trabalho se tornaram pessoas importantes por todo apoio, cuidado e carinho.

Enfim... A todos vocês o meu mais sincero e profundo agradecimento, **MUITO OBRIGADA!**

“Leve na sua memória para o resto de sua vida as coisas boas que surgiram no meio das dificuldades. Elas serão uma prova de sua capacidade em vencer as provas e lhe darão confiança na presença divina, que nos auxilia em qualquer situação, em qualquer tempo, diante de qualquer obstáculo.”

(Chico Xavier)

RESUMO

O presente estudo teve como objetivo otimizar os parâmetros de processo para a obtenção do tucupi em pó em *spray dryer*, como uma alternativa de conservação e comercialização para o produto. Um planejamento fatorial do tipo composto central rotacional 2^3 foi utilizado para avaliar os efeitos das variáveis independentes: temperatura de ar de secagem (T), vazão de alimentação (V) e concentração de maltodextrina (C), sobre as respostas: umidade (U), atividade de água (a_w), índice de absorção de água (IAA), índice de solubilidade em água (ISA), higroscopicidade (HG), valor de croma (C^*), ângulo de tonalidade (h°), diferença total de cor (ΔE^*) e o teor de β -caroteno, sendo avaliada, adicionalmente, a morfologia dos pós. A metodologia de superfície de resposta e a função desejabilidade foram utilizadas para otimizar o processo. Foi realizada a validação da condição otimizada e obtida a isoterma de sorção de umidade a 25°C do tucupi em pó. A análise estatística mostrou os seguintes efeitos significativos ($p \leq 0,05$) das variáveis independentes sobre as respostas: o aumento de T reduziu U, a_w , HG, C^* , h° e ΔE^* e aumentou IAA, ISA e teor de β -caroteno; a elevação de V aumentou U, a_w , IAA, ISA, C^* , h° , ΔE^* e teor de β -caroteno e reduziu HG; e o aumento de C elevou U, IAA, ISA, h° , ΔE^* e teor de β -caroteno e diminuiu a_w , HG e C^* . A microscopia eletrônica de varredura mostrou que os produtos em pó exibiram estrutura amorfa, com partículas mais uniformes, lisas e com menor aderência, quando maiores T e C e menores V foram utilizadas como condição de processo. A metodologia de otimização utilizada e validada definiu como condição ótima para o processo de secagem do tucupi em pó em *spray dryer*: 220°C para T, 7 mL/min para V e 28% para C. As isotermas de sorção de umidade do tucupi em pó apresentaram um comportamento tipo II, com tendência a tipo III para a isoterma de adsorção. O valor da monocamada (m_0) indicou 8,25 g H₂O/100 g b.s. como sendo a umidade que confere a maior estabilidade ao produto, embora uma umidade de 21,0 g H₂O/100 g b.s. já assegure a sua estabilidade microbiológica. O modelo de Kuhn mostrou-se eficiente na predição das isotermas de adsorção e dessorção de umidade do produto. O tucupi em pó obtido apresentou excelente solubilidade em água, o que permite afirmar que a secagem em *spray dryer* é uma alternativa promissora de conservação e comercialização para o produto.

Palavras-chave: *Manihot esculenta*, maltodextrina, desejabilidade, sorção de umidade, solubilidade.

ABSTRACT

The present study was aimed to optimize the process parameters for obtainment of *spray dried* tucupi powder, as an alternative conservation and marketing for the product. A central composite rotatable full-factorial design It was used to evaluate the effects of the independent variables: inlet air temperature (T), feed flow rate (F) and maltodextrin concentration (C) on responses: moisture content (M), water activity (a_w), water absorption index (WAI), water solubility index (WSI), hygroscopicity (HG), chroma value (C^*), hue angle (h°), overall color difference (ΔE^*) and content β -carotene, being evaluated, in addition, the powder morphology. The response surface methodology and the desirability function was used to optimize the process. It was conducted to validate the optimized condition and obtained moisture sorption isotherm at 25 ° C of the powder tucupi. Statistical analysis showed that independent variables significantly affected ($p \leq 0,05$) all the responses: the increase of T decreased M, a_w , HG, C^* , h° e ΔE^* and increased o WAI, WSI e B; the increase of F caused an increase in M, a_w , WAI, WSI, C^* , h° , ΔE^* and B, with reduced HG; the increase of C increased in M, WAI, WSI, h° , ΔE^* and B and decreased in a_w , HG, C^* . According to the morphology of the powders exhibited amorphous structures with more uniform, smooth particles and less adherence when higher T and C, and at lower F were used as process condition. The optimization methodology and validated defined as optimum condition for process of *spray dried* tucupi powder: 220°C to T, 7 mL/min to F and 28% to C. The moisture sorption isotherms of tucupi powder showed a behavior type II, greater tendency to type III to adsorption isotherm. The value of the monolayer showed 8,25 g H₂O/100 g d.b. as moisture which confers greater stability to the product, although a moisture 21,0 g H₂O/100 g d.b. already maintains its microbiological stability. The Kuhn model was efficient in the prediction of isotherms adsorption and desorption of moisture of the product. The tucupi powder showed great solubility in water, allowing state that the spray drying is a promising alternative conservation and marketing for the product.

Keywords: *Manihot esculenta*, maltodextrin, desirable, moisture sorption, solubility.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Raízes de mandioca.....	17
Figura 2. Tucupi.....	19
Figura 3. Fluxograma do processamento das raízes de mandioca para a produção do tucupi.....	20
Figura 4. Esquema de funcionamento do <i>spray dryer</i>	32
Figura 5. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a umidade do tucupi em pó.....	45
Figura 6. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a a_w do tucupi em pó.	46
Figura 7. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o IAA do tucupi em pó.	48
Figura 8. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o ISA do tucupi em pó.	49
Figura 9. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a higroscopicidade do tucupi em pó.....	50
Figura 10. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor C^* do tucupi em pó.....	52
Figura 11. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor h° do tucupi em pó.	53
Figura 12. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a diferença total de cor (ΔE^*) do tucupi em pó.	54
Figura 13. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina o teor de β -caroteno no tucupi em pó.....	56

Figura 14. Eletromicrografias do tucupi em pó obtido nas diferentes condições de secagem em <i>spray dryer</i>	57
Figura 15. Perfis para os valores preditos e a função desejabilidade.....	59
Figura 16. Isotermas de adsorção e dessorção de umidade do tucupi em pó a 25°C.	61
Figura 17. Superfícies de resposta e curvas de nível para a umidade do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C)..	72
Figura 18. Superfícies de resposta e curvas de nível para a a_w do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).....	73
Figura 19. Superfícies de resposta e curvas de nível para o IAA do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).....	74
Figura 20. Superfícies de resposta e curvas de nível para o ISA do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).....	75
Figura 21. Superfícies de resposta e curvas de nível para higroscopicidade do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).	76
Figura 22. Superfícies de resposta e curvas de nível para o parâmetro de cor C^* do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).	77
Figura 23. Superfícies de resposta e curvas de nível para o parâmetro de cor h^0 do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).	78
Figura 24. Superfícies de resposta e curvas de nível para o parâmetro de cor ΔE^* do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composição média da raiz de mandioca.	18
Tabela 2. Características físico-químicas do tucupi.	20
Tabela 3. Delineamento estatístico utilizado no estudo do processo de secagem do tucupi em <i>spray dryer</i>	32
Tabela 4. Modelos utilizados na predição das isotermas de sorção do tucupi em pó.	36
Tabela 5. Características físico-químicas do tucupi e do tucupi concentrado.	38
Tabela 6. Resultados da caracterização do tucupi em pó, com base no planejamento fatorial utilizado.	41
Tabela 7. Coeficientes de determinação para regressão e modelos propostos para a secagem do tucupi em <i>spray dryer</i>	43
Tabela 8. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a umidade do tucupi em pó.	45
Tabela 9. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a a_w do tucupi em pó.	46
Tabela 10. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o IAA do tucupi em pó.	48
Tabela 11. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o ISA do tucupi em pó.	49
Tabela 12. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a higroscopicidade do tucupi em pó.	50
Tabela 13. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor C^* do tucupi em pó.	51
Tabela 14. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor h° do tucupi em pó.	53
Tabela 15. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a diferença total de cor (ΔE^*) do tucupi em pó.	54

Tabela 16. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o teor de β -caroteno no tucupi em pó.....	55
Tabela 17. Parâmetros utilizados na otimização das respostas do processo de secagem do tucupi em <i>spray dryer</i>	58
Tabela 18. Desejabilidades individuais preditas e características do tucupi em pó obtido na condição otimizada para a secagem em <i>spray dryer</i>	59
Tabela 19. Dados de adsorção e dessorção para a o tucupi em pó a 25°C.	60
Tabela 20. Parâmetros dos modelos ajustados aos dados de adsorção e dessorção de umidade do tucupi em pó a 25°C.	62

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	16
2.1 GERAL	16
2.2 ESPECÍFICOS	16
3 REVISÃO DA LITERATURA	17
3.1 MANDIOCA	17
3.2 PRODUÇÃO DO TUCUPI	19
3.3 SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i>	21
3.3.1 Efeito da temperatura do ar de entrada	22
3.3.2 Efeito da vazão de alimentação	23
3.3.3 Efeito de adjuvantes de tecnologia	24
3.4 CONCENTRAÇÃO POR EVAPORAÇÃO COMO PRÉ-TRATAMENTO PARA SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i>	25
3.5 PROPRIEDADES DE PRODUTOS SECOS	26
4 MATERIAL E MÉTODOS	28
4.1 MATERIAL	28
4.1.1 Matéria-prima	28
4.1.2 Agente carreador	28
4.2 MÉTODOS	28
4.2.1 Concentração do tucupi	28
4.2.2 Caracterização físico-química do tucupi e do concentrado	28
4.2.3 Secagem em <i>spray dryer</i>	31
4.2.4 Planejamento experimental	32
4.2.5 Caracterização do tucupi em pó	33
4.2.6 Otimização da secagem do tucupi em <i>spray dryer</i> e validação da metodologia	34
4.2.7 Obtenção das isotermas de sorção de umidade	35
4.2.8 Análise estatística	36
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
5.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DO TUCUPI E DO CONCENTRADO	38
5.2 RESULTADOS DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	40
5.2.1 Características físico-químicas do tucupi em pó	40
5.2.2 Análise estatística	43

5.3 MORFOLOGIA DOS PÓS.....	56
5.4 OTIMIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE SECAGEM E VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA UTILIZADA	58
5.5 ISOTERMA DE SORÇÃO DO TUCUPI EM PÓ	60
6 CONCLUSÃO	63
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64
APÊNDICE.....	72
APÊNDICE A – SUPERFÍCIES DE RESPOSTA E CURVAS DE NÍVEL PARA OS RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO DO TUCUPI EM PÓ OBTIDO EM <i>SPRAY DRYER</i>	72

1 INTRODUÇÃO

O tucupi é um molho produzido a partir da fermentação do resíduo líquido, denominado de manipueira, obtido da prensagem das raízes de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) trituradas, durante o processo de produção da farinha. É geralmente fabricado pela agroindústria familiar, sendo destinado aos consumidores de mercados locais ou regionais. Trata-se de um produto com processamento artesanal, mas que apresenta um potencial de agregação de valor significativo (COHEN, 2007; CHISTÉ; COHEN, 2011).

Por outro lado, por ser constituído basicamente por água, o tucupi apresenta alta perecibilidade. Dessa forma, a aplicação de processos que promovem a remoção da água, como a secagem, figuram como alternativa para a conservação do produto (OBON et al., 2009).

A secagem em *spray dryer*, largamente utilizada na indústria de alimentos, consiste em pulverizar uma solução ou suspensão fluida e expor a uma corrente de ar quente não saturada, a qual é responsável por remover a umidade, permitindo que os sólidos constituintes sejam obtidos na forma de pó (YOUSEFI; EMAM-DJOMECH; MOUSAVI, 2011).

As características dos pós obtidos através da secagem em *spray dryer* dependem fortemente da configuração, da operação e do projeto do equipamento (CHEGINI; GHOBADIAN, 2005; CHEGINI; GHOBADIAN, 2007). Segundo Tonon, Brabet e Hubinger (2008), os principais fatores que devem ser considerados na otimização do processo de secagem em *spray dryer* são: a concentração do agente carreador, a temperatura de entrada do ar e a vazão de alimentação.

Propriedades como a umidade, a higroscopicidade e a atividade de água são muito importantes na qualidade final de produtos secos. Por outro lado, características de adesão dos materiais a serem secos, muito comuns em substâncias utilizadas na área de alimentos, devem ser consideradas no processamento do produto em *spray dryer*. Muitos produtos alimentícios possuem carboidratos ou polímeros com características adesivas, que durante a secagem favorecem a retenção do material na câmara do equipamento (BHANDARI; DATTA; HOWES, 1997).

Uma das ferramentas amplamente utilizadas para minimizar os efeitos de adesão é o uso de aditivos ou coadjuvantes de secagem, que possibilitam a

evaporação adequada da água, com a redução da adesão nas paredes da câmara. Além disso, essas substâncias aumentam a temperatura na qual o produto sofre transformações indesejáveis, agem como agente antiaglomerante e auxiliam na retenção de aromas (JITTANIT; NITI-ATT; TECHANUNTACHIKUL, 2010).

É importante ressaltar que o mercado de alimentos tem apresentado uma dinâmica tendência para produtos de fácil e rápido preparo, acompanhando as grandes transformações que ocorrem no estilo de vida da população. Portanto, a otimização do processo de obtenção do tucupi em pó é relevante, visto que poderá proporcionar a abrangência de novos mercados, devido ao aumento da vida útil do produto e a redução de peso e de volume, que contribuem para a redução de custos de transporte e armazenamento, permitindo uma migração mais fácil do produto para regiões distantes. Além disso, o produto seco apresentará maior versatilidade, possibilitando novas formas de uso para o tucupi, como na formulação de novos produtos. Isso favorecerá a expansão da mandiocultura e a agregação de valor ao produto (KOMPANY et al., 1993).

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Estudar os efeitos das variáveis de processo na obtenção do tucupi em pó em *spray dryer*, como uma alternativa para a preservação e comercialização do produto, e assim contribuir para a verticalização da mandiocultura na região Norte do Brasil, além de agregar valor a este derivado da mandioca.

2.2 ESPECÍFICOS

- Estabelecer condições otimizadas de processo em *spray dryer*, para a obtenção do tucupi em pó, com base nos parâmetros de processo e de qualidade do produto, empregando a metodologia de superfície de resposta e a técnica de otimização simultânea denominada Função Desejabilidade;
- Validar a modelagem matemática utilizada na definição das condições ótimas de processo para a secagem do tucupi em pó em *spray dryer*;
- Obter e modelar as isotermas de sorção de umidade do tucupi em pó.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 MANDIOCA

A Mandioca (*Manihot esculenta* Crantz), da família Euphorbiaceae (Figura 1), é uma cultura alimentar tropical amplamente cultivada na África, Ásia e América Latina. É tipicamente produzida em solos pobres, com poucos insumos e, por este motivo, vem conquistando lugar de destaque em vários países do mundo, pela facilidade de adaptação às mais diversas condições climáticas e por suprir a necessidade alimentar da população mais carente. Além disso, essa cultura se destaca como uma das mais bem remuneradas em climas quentes, visto que produz mais amido por hectare do que qualquer outra cultura, necessitando de manuseio simples. Por isso, o cultivo da mandioca apresenta maior crescimento nos países em desenvolvimento (FAO, 2014).



Figura 1. Raízes de mandioca.

Fonte: Embrapa (2013).

No panorama mundial, o Brasil é o segundo maior produtor de mandioca, ficando atrás apenas da Nigéria. No país, o estado do Pará é considerado o maior produtor, e apresentou um aumento de 7,8% na sua produção, no primeiro semestre de 2015, superando a produção dos estados do Paraná, Bahia, Maranhão e São Paulo (CONAB, 2014; IBGE, 2015).

Em muitos países tropicais a mandioca constitui a principal fonte de carboidratos. Sua composição, como mostrada na Tabela 1, constitui-se de grande parte de amido e de carboidratos solúveis (açúcares), que podem ser invertidos. Além disso, a mandioca apresenta baixo nível proteico e é rica nas vitaminas B1 e C

(FAO, 2014). Um estudo realizado por Carvalho et al. (2013) evidenciou a presença de β -caroteno nas raízes de mandioca, o qual variou em função da herança genética de cultivares e da idade do tecido da raiz durante o armazenamento.

Tabela 1. Composição média da raiz de mandioca.

DETERMINAÇÃO	QUANTIDADE POR PORÇÃO
Umidade (g/100g)	70,25
Amido (g/100g)	21,45
Açúcares (g/100g)	5,13
Proteínas (g/100g)	1,12
Lipídeos (g/100g)	0,41
Fibras (g/100g)	1,11
Cinzas (g/100g)	0,54
Vitamina B (UI/100g)	10
Vitamina C (mg/100g)	20
Valor calórico (kcal/100 g)	127

Fonte: FAO (2014).

Popularmente, as inúmeras variedades de mandioca são classificadas em dois grupos: mandioca mansa (*Manihot aipi*) e mandioca brava (*Manihot palmata*). Essa classificação foi determinada por uma questão de conveniência econômica, uma vez que é difícil distinguir os dois grupos por características botânicas. Essa classificação está relacionada com a capacidade de liberação de ácido cianídrico (HCN), substância altamente tóxica se ingerida (VALLE et al., 2004; VIEIRA et al., 2009).

A mandioca brava tem sabor amargo e a mansa é levemente adocicada (MEZZETE et al., 2009). No momento da colheita, a quantidade de ácido cianídrico na mandioca varia, de um nível inofensivo até um nível letal. De acordo com a classificação, mandiocas mansas (doces ou não tóxicas) são as raízes que contêm menos de 50 mg de ácido cianídrico por kg de matéria fresca (MÜHLEN; MARTINS; ANDO, 2000).

A raiz de mandioca é um alimento empregado na alimentação humana, animal e na indústria de processamento em todo o mundo (MÜHLEN; MARTINS; ANDO, 2000). É considerada a mais versátil das tuberosas tropicais, por seus múltiplos usos culinários. O seu processamento industrial, no Brasil, é concentrado na produção de farinha, com cerca de 80%, na extração de fécula, com cerca de 3%, e o restante é utilizado na alimentação animal (BRASIL, 2015). Além de seus tradicionais derivados (farinha, fécula, polvilho, entre outros), a mandioca também é

usada na produção de xaropes, papel, aditivos alimentares orgânicos, cerveja orgânica, rações e na produção de etanol (FAO, 2014).

Na região Norte do Brasil, a cultura da mandioca é explorada em pequenas propriedades familiares, tendo a maior parte da sua produção destinada à fabricação da farinha de mesa. A região conta com grande número de fábricas ou “casas de farinha” e se destaca pelo elevado consumo “per capita” desse produto (BELEIA; BUTARELO; SILVA, 2006; FRANCK et al., 2011; GROXKO, 2012).

Durante a produção da farinha de mandioca é extraída a manipueira, que é considerado um resíduo do processo. Por sua vez, o tucupi é um molho ácido (pH de aproximadamente 3,6) produzido a partir da fermentação parcial deste subproduto da mandioca (CAGNON; CEREDA; PANTAROTTO, 2002).

3.2 PRODUÇÃO DO TUCUPI

De acordo com a Norma de identidade, qualidade, acondicionamento e rotulagem do tucupi comercializado no Estado do Pará, o tucupi (Figura 2) é um produto e/ou subproduto obtido da raiz de mandioca (*Manihot esculenta* Cratz), através de processo tecnológico adequado, com uso predominante na culinária paraense (ADEPARÁ, 2008).



Figura 2. Tucupi.

Fonte: Adepará (2011).

Durante o processo de fabricação da farinha, as raízes de mandioca trituradas são prensadas para a remoção da fração líquida. A massa prensada é submetida à torração, e o resíduo líquido, denominado de manipueira, é coletado sob prensagem, ficando em repouso para a decantação do amido remanescente. Depois da remoção

do amido, a manipueira é transformada no tucupi, após fermentação e cocção com especiarias (CHISTÉ; COHEN; OLIVEIRA, 2007). O fluxograma do processamento das raízes de mandioca para a produção do tucupi encontra-se na Figura 3.



Figura 3. Fluxograma do processamento das raízes de mandioca para a produção do tucupi.

Fonte: Chisté, Cohen e Oliveira (2007).

As características físico-químicas do tucupi são estabelecidas pelo seu Padrão de Identidade e Qualidade (Tabela 2). Por ser um alimento líquido, o tucupi apresenta elevada umidade e baixo teor de sólidos, mas, por ser um produto fermentado é um alimento de pH baixo (CAGNON; CEREDA; PANTAROTTO, 2002). O tucupi possui β -caroteno, visto que é, por tradição, sempre produzido a partir de raízes de mandioca de polpa amarela, que apresentam altos teores deste pigmento (COHEN, 2007; CARVALHO et al., 2013).

Tabela 2. Características físico-químicas do tucupi.

DETERMINAÇÃO	MIN	MÁX
Sólidos totais (g/100g)	2,5	6,5
pH	3,5	4,3
Acidez total expressa em ácido láctico (g/100mL)	0,1	0,8
Cinzas (g/L)	3,9	-
Açúcares (g/L)	-	15

Fonte: Adepará (2008).

A produção do tucupi é extremamente atrativa do ponto de vista comercial, pois o produto é fermentado naturalmente a partir do subproduto do beneficiamento da farinha de mandioca, e por apresentar considerável valor comercial. Entretanto, fatores como a perecibilidade devem ser analisados devido a sua forma de processamento, de estocagem e de comercialização. Informações na literatura técnico-científica com relação à aplicação de processos de conservação no tucupi são escassas, sendo necessários estudos adicionais que visem aplicar tecnologias capazes de prolongar a vida útil, resguardando a qualidade do produto.

3.3 SECAGEM EM *SPRAY DRYER*

Uma das operações unitárias mais utilizadas para a conservação de alimentos é a secagem. Entre os diferentes métodos, a secagem por nebulização (*spray drying*) é o processo mais comumente usado na indústria alimentícia, para a transformação de líquidos em pós. A técnica apresenta baixo custo de operação e proporciona alta qualidade das partículas obtidas, bom rendimento do processo, produção de matéria com boa solubilidade, pequeno tamanho de partícula e alta estabilidade dos materiais obtidos; além de ser um processo flexível e contínuo (GOUIN, 2004; DESAI; PARK, 2005; OBON et al., 2009).

A secagem em *spray dryer* é uma alternativa bastante viável, visto que gera um produto em pó, com maior valor agregado e de fácil manipulação, o qual, devido à redução da quantidade de água, torna-se bastante estável, podendo ser estocado à temperatura ambiente, por um longo período (OBON et al., 2009).

Este tipo de secagem consiste em pulverizar o produto em pequenas gotículas formando uma névoa, em um sistema centrífugo ou de alta pressão, onde as gotículas atomizadas entram imediatamente em contato com um fluxo de ar quente (150 a 220°C para alimentos), o qual atua como fluido aquecedor e como veículo transportador de umidade. A imediata evaporação transforma as gotas líquidas em partículas sólidas, que são separadas em um ciclone primário instalado na saída da câmara de secagem. A rápida evaporação da água permite manter baixa a temperatura das partículas, que permanecem na sua temperatura de bulbo úmido, a qual geralmente se encontra entre 50 a 80°C. Dessa forma a alta temperatura do ar de secagem não afeta o produto (GHARASALLAOUI et al., 2007; PATEL; PATEL; SUTHAR, 2009; MURUGESAN; ORSAT, 2011).

A otimização de parâmetros de secagem em *spray dryer*, como temperatura de entrada do ar, vazão de alimentação, concentração de adjuvantes tecnológicos (agentes carreadores), bem como teores de resíduos secos, são fatores indispensáveis para obtenção de produtos secos de qualidade, com as melhores características físico-químicas, e para o aumento do rendimento da operação (OBON et al., 2009). A transferência de calor e de massa entre o ar aquecido e as gotículas na câmara de secagem, e a natureza dos alimentos (teor de sólidos e composição), também são variáveis importantes na otimização deste processo de secagem (FURUTA; HAYASHI; OHASHI, 1994; NATH; SAPTHY, 1998; CHEGINI et al., 2008; TONON; BRABET; HUBINGER, 2009).

Na secagem por *spray dryer* cada condição operacional é uma situação particular, visto que através dos equacionamentos não se obtém faixas razoáveis de acerto. Na prática, existem grandes variações nos resultados, por isso que o refinamento e a determinação da sensibilidade paramétrica do sistema normalmente são executados experimentalmente (MASTERS, 1991).

3.3.1 Efeito da temperatura do ar de entrada

Em relação à secagem por *spray dryer*, um dos parâmetros de maior importância é a temperatura do ar de entrada, a qual é determinante na qualidade do produto obtido. O aumento na temperatura do produto a ser seco na entrada do equipamento facilita o processo de secagem, pois normalmente reduz a tensão superficial e a viscosidade, favorecendo a formação das gotículas. Ainda que a temperatura das gotículas possa ser consideravelmente elevada, as partículas sólidas formadas não são aquecidas em temperatura superior à temperatura do ar na saída do secador. A rápida evaporação da água permite manter baixa a temperatura das partículas e a atomização, que cria uma grande área de superfície molhada, na forma de milhões de pequenas gotas expostas ao ar quente, resulta em altas taxas de transferência de calor e massa, fazendo com que os tempos de secagem sejam curtos, evitando assim a degradação térmica do produto (FINNEY; BUFFO; REINECCIUS, 2002; CHEGINI; GHOBADIAN, 2005; TONON; BRABET; HUBINGER, 2008; TONON; BRABET; HUBINGER, 2011).

Em alimentos com elevada concentração de açúcares e ácidos orgânicos de baixo peso molecular, a temperatura do ar de secagem influencia nas características

do material desidratado, principalmente na tendência a tornar-se pegajoso (*sticky*), pela formação de regiões microcristalinas, e de aglomerados de alta consistência (BHANDARI; HARTEL, 2005; JAYA; DAS, 2009).

A temperatura do ar de entrada também é de fundamental importância sobre a umidade final do produto, visto que o aumento desta temperatura possibilita a obtenção de pós com menor umidade (QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007). Além disso, a temperatura do ar de entrada exerce efeito sobre a higroscopicidade (capacidade de absorção de umidade do ambiente) dos pós. Segundo Goula e Adamopoulos (2004), os pós produzidos em altas temperaturas apresentam menor higroscopicidade.

De acordo com Kha, Nguyen e Roach (2010), a temperatura do ar de secagem também apresenta efeito significativo sobre os parâmetros de cor dos alimentos, especialmente sobre os carotenóides. Segundo Fennema (1996) e Quek, Chok e Swedlund (2007), o aumento da temperatura reduz o conteúdo e a estabilidade deste pigmento pela degradação térmica e oxidação. Os carotenóides são facilmente oxidados devido ao grande número de duplas ligações conjugadas, o que causa a diminuição da cor dos alimentos (RODRIGUEZ-AMAYA, 1999).

3.3.2 Efeito da vazão de alimentação

O ajuste da vazão de alimentação deve ser realizado com a finalidade de que o líquido presente nas gotículas evapore antes que as mesmas entrem em contato com as paredes da câmara de secagem do *spray dryer*. Através da inspeção das paredes da câmara de secagem é determinado o fluxo de alimentação. Se a temperatura do ar de entrada permanecer constante, uma diminuição na vazão de alimentação do líquido acarretará em aumento na temperatura de saída do material (GEANKOPLIS, 1993).

A vazão de alimentação afeta o teor de umidade dos pós. Vazões mais altas implicam em um tempo mais curto do contato entre a alimentação e o ar de secagem e, conseqüentemente, a transferência de calor e a evaporação da água são menores, o que gera pós mais úmidos (TONON; BRABET; HUBINGER, 2008). A elevação da vazão de alimentação também revela um efeito negativo sobre o rendimento do processo, devido à redução da transferência de massa, visto que a utilização de altas taxas de alimentação pode promover um gotejamento no interior

da câmara principal e aumentar o depósito de material nas paredes da câmara, diminuindo assim o rendimento (CHEGINI; GHOBADIAN, 2007).

3.3.3 Efeito de adjuvantes de tecnologia

A utilização de agentes carreadores influencia as propriedades e a estabilidade dos pós, alterando o tamanho e a forma das partículas, as propriedades físico-químicas, a solubilidade em água e a higroscopicidade (YOUSEFI; EMAM-DJOMEH; MOUSAVI, 2011). A utilização de aditivos de elevado peso molecular, em produtos submetidos à secagem em *spray dryer*, é amplamente utilizada como um meio alternativo de aumentar a transição vítrea do pó (TRUONG; BHANDARI; HOWES, 2005).

Um dos materiais mais utilizados como encapsulante na secagem por *spray dryer* é a maltodextrina, devido ao seu baixo custo e por apresentar baixa higroscopicidade, evitando a aglomeração das partículas. A presença deste agente carreador irá impedir que os açúcares do alimento se aglomerem e formem uma estrutura rígida. Além disso, pode ter também efeito antioxidante e uma ótima retenção de substâncias voláteis, na ordem de 65 a 80% (DAIUTO; CEREDA, 2003).

A maltodextrina é caracterizada pela coloração branca, por ter boa estabilidade e apresentar um sabor muito suave, com pouca ou nenhuma doçura, caracterizada pela sua dextrose equivalente (DE). Apresenta larga aplicação em formulações alimentícias de preparo instantâneo e é de fácil utilização em operação de adição e mistura, em escala industrial (KHA; NGUYEN; ROACH, 2010).

A concentração de maltodextrina utilizada afeta as propriedades dos pós, visto que quando adicionada em baixas concentrações, obtêm-se um pó com pegajosidade, depositado principalmente sobre a parede da câmara de secagem (QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007). Entretanto, quando adicionada em altas concentrações, tende a aumentar o teor de umidade e o tamanho das partículas e reduzir a higroscopicidade dos pós (GRABOWSKI; TRUONG; DAUBERT, 2006; SHRESTHA et al., 2007; GOULA; ADAMOPOULOS, 2008).

De acordo com o exposto, a utilização de agentes carreadores pode representar uma alternativa interessante na secagem do tucupi em *spray dryer*, no sentido de aumentar a estabilidade do pó e de seus pigmentos, para que o produto não perca, durante o processo de secagem, uma das características sensoriais

marcantes: a cor. Além disso, de acordo com Goula e Adamopoulos (2008), a utilização de agentes carreadores pode promover um melhor manuseio do produto final obtido.

3.4 CONCENTRAÇÃO POR EVAPORAÇÃO COMO PRÉ-TRATAMENTO PARA SECAGEM EM *SPRAY DRYER*

No processo de *spray drying* há um grande consumo de energia para a evaporação da água, em um curto espaço de tempo, além de ocorrer apreciável perda de calor com o ar de exaustão. Entretanto, uma estratégia interessante e simples para reduzir o gasto energético do processo é aumentar a concentração de sólidos dispersos na suspensão a ser seca, até uma concentração que não inviabilize o seu bombeamento (FILKOVÁ; MUJUMDAR, 1995).

Os evaporadores são muito utilizados na indústria de alimentos para a concentração de soluções, inclusive como uma etapa preliminar ao processo de secagem em *spray dryer* (HELDMAN; LUND, 2007). A concentração tem a finalidade de aumentar o teor de sólidos e reduzir a quantidade de líquido a ser evaporado durante o processo de secagem. A alimentação é convencionalmente concentrada entre 50 a 60% antes da introdução no secador. Em escala laboratorial são utilizadas menores concentrações, para facilitar o escoamento, diminuir a viscosidade e evitar entupimentos do equipamento (CHEGINI; GLOBADIAN, 2007; MURUGESAN; ORSAT, 2011).

A concentração de sólidos presentes no líquido de alimentação exerce grande impacto sobre a eficiência da operação de secagem em *spray dryer*. Em função do custo do processo, deve-se operar com o máximo teor de sólidos possível, possibilitando uma utilização adequada do calor. Além disso, a influência do teor de sólidos no material de partida é refletida no tamanho da partícula e na densidade do produto e pó (MASTERS, 1991).

A concentração da solução deve ser fixada, pois, em cada gotícula formada, quanto menor a concentração da solução, menor é a quantidade de sólidos. A redução da concentração da solução é limitada pelo fator econômico, pois quanto menor a concentração da solução, mais energia é gasta para secar uma mesma massa de sólido (DITTMANN; COOK, 1977).

Na área de alimentos, as soluções contêm água como principal solvente. A água, à pressão atmosférica padrão (101,3 kPa) possui ponto de ebulição de 100°C e ponto de congelamento de 0°C. Se a água for submetida a uma pressão negativa (vácuo), inicia-se um declínio gradativo de seu ponto de ebulição, minimizando energia interna necessária para a evaporação. Em muitos casos, são acoplados aos evaporadores, sistemas de agitação para aumentar a transferência térmica, acelerando o processo (COELHO, 2002).

A concentração a vácuo consiste em conduzir a evaporação em um ambiente com pressão inferior à atmosférica, permitindo que sejam utilizadas temperaturas inferiores às que seriam necessárias sob pressão atmosférica, para se obter o mesmo efeito (SCHER; RIOS; NOREÑA, 2009).

Na secagem a vácuo, uma fina camada de alimentos é colocada em contato com uma superfície aquecida, que promove a transferência de calor necessário para a evaporação da água do alimento. Um exemplo de equipamento para a secagem a vácuo é o evaporador rotativo (JAYA; DAS, 2003).

Os rotaevaporadores ou evaporadores rotativos são utilizados na remoção de solventes dos materiais, geralmente conectados a um sistema de vácuo. É um aparelho próprio para atender as técnicas de evaporação, concentração de soluções e de amostras, recuperação de solventes, destilação rápida de líquidos com pressão reduzida, entre outros. O sistema é muito utilizado na remoção de água de produtos termossensíveis, como leite, sucos de frutas, extratos de carne, entre outros, visto que possibilita a manutenção da qualidade destes produtos (BEAUDRY et al., 2004; HELDMAN; LUND, 2007).

3.5 PROPRIEDADES DE PRODUTOS SECOS

A tecnologia de secagem em *spray dryer* proporciona a obtenção de produtos em pó com propriedades específicas, como solubilidade instantânea e produtos reconstituídos similares ao produto *in natura* (ROUSTAPOUR et al., 2009; PARAMITA et al., 2010; MESTRY; MUJUMDAR; THORAT, 2011).

Os alimentos em pó apresentam diferentes propriedades físicas (índice de solubilidade, índice de absorção de água, higroscopicidade, entre outras), sendo que a determinação e a caracterização dessas propriedades ajudam a definir o produto, os parâmetros do processo de produção e os fenômenos que influenciam no seu

comportamento (TEUNOU; FITZPATRICK; SYNOTT, 1999; BARBOSA-CÁNOVAS; JULIANO, 2005).

As principais propriedades de hidratação são o índice de absorção de água (IAA) e o índice de solubilidade em água (ISA), sendo os mais utilizados para verificar a capacidade do pó de manter-se em mistura homogênea com a água, ou seja, a estabilidade da mistura. Desse modo, os testes de solubilidade podem estimar a quantidade de material que é dissolvido e a quantidade de material insolúvel (ANDERSON et al., 1969; GUILLON; CHAMP, 2000).

De um modo geral, produtos em pó apresentam baixa umidade e atividade de água (a_w), o que dificulta ou até impede o crescimento de micro-organismos e as transformações físicas e reações químicas responsáveis por sua deterioração, aumentando assim sua vida-de-prateleira (NUNES; DUARTE; MATA, 2009).

Além desses parâmetros, a higroscopicidade de um alimento também está relacionada à sua estabilidade física, química e microbiológica, pois reflete a propriedade dos mesmos de ganhar ou perder água, tendendo a manter uma relação de equilíbrio entre a sua umidade e a do ambiente. Isto ocorre devido à água no alimento estar sujeita a interações que podem modificar suas propriedades e a dos materiais com os quais interage (NUNES; DUARTE; MATA, 2009; OLIVEIRA; CLEMENTE; COSTA, 2012).

Alimentos ricos em açúcares apresentaram elevada higroscopicidade ocasionada pelas fortes interações com as moléculas de água. Portanto, se torna crucial a modelagem das alterações de umidade e de atividade de água que ocorrem no produto através das isotermas de sorção a fim de prever a estabilidade de vida-de-prateleira e determinar as melhores condições de armazenamento, utilizando embalagens especiais que evitem a transferência de vapor de água do ambiente para o produto (JAMALI et al., 2006; TONELI et al., 2008; NUNES; DUARTE; MATA, 2009).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

4.1.1 Matéria-prima

Foi utilizado um tucupi não condimentado, produzido por agricultores do município de Acará, Localidade Alça Viária km 39, Comunidade Nova Esperança.

4.1.2 Agente carreador

Como agente carreador do processo de secagem foi utilizada uma maltodextrina comercial com dextrose equivalente 20 (Maltogill 20), produzida e comercializada pela Cargill Agrícola S.A.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Concentração do tucupi

Os parâmetros de concentração do tucupi foram estabelecidos por meio de testes preliminares. Cerca de 30 litros de tucupi comercial com 5,45% de sólidos totais foram concentrados em rotaevaporador, na temperatura de 70°C e uma pressão de 31,2 kPa (vácuo), até atingir 25% de sólidos totais.

4.2.2 Caracterização físico-química do tucupi e do concentrado

As seguintes análises físico-químicas foram realizadas, em triplicata, no tucupi e no tucupi concentrado:

Umidade

O teor de umidade foi determinado pelo método gravimétrico, de acordo com a AOAC (1997), método n° 926.12. 2 g de amostra, pesadas em cápsulas previamente secas e taradas, foram secas durante 6 horas em estufa a vácuo (13,3 kPa) a 60°C.

Atividade de água (a_w)

Foi determinada a 25°C, em um termohigrômetro digital, com controle interno de temperatura ($\approx 25^\circ\text{C}$), Decagon, Aqualab série 3TE modelo TE 8063.

Resíduo mineral fixo (cinzas)

O teor de cinzas foi determinado por gravimetria, de acordo com a AOAC (1997), método 938.08, através da incineração de 2 a 5 g da amostra previamente seca, em forno mufla a 550°C.

Teor de cloreto

Foi determinado por volumetria, de acordo com as Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008). 5 g da amostra incinerada em mufla a 550°C foram diluídas com água aquecida, transferidas para um balão volumétrico de 100 mL e aferidas com água. 10 mL dessa solução foram titulados com nitrato de prata 0,1 M, utilizando cromato de potássio a 10%, como indicador, até o aparecimento de uma coloração vermelho-tijolo. Os valores foram expressos em cloreto de sódio.

Amido

Foi determinado por digestão ácida em autoclave, segundo as Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008), com modificações. Aproximadamente 10 g de amostra, adicionadas de 150 mL de água e 3 gotas de NaOH a 10%, foram submetidas a aquecimento em autoclave por 1 hora a 121°C. Posteriormente a amostra foi resfriada e adicionada de 5 mL de HCl P.A., sendo então aquecida por 30 minutos adicionais na mesma temperatura. Em seguida, a amostra foi resfriada, neutralizada com NaOH a 10%, filtrada, transferida para um balão volumétrico de 250 mL e aferida com água. Após a neutralização, fez-se a titulação com as soluções de Fehling.

Açúcares totais

O teor de açúcares totais foi determinado pelo método titulométrico, com soluções de Fehling, de acordo com a AOAC (1997), método nº 920.183b. Nesta determinação, a amostra foi digerida com HCl 1 M em banho termostático a 65°C por 20 min, resfriada, neutralizada com NaOH 0,1 M e aferido em balão volumétrico de

100 mL. A titulação foi feita adicionando a amostra na bureta e utilizando 5 mL das soluções de Fehling A e B, adicionados a 20 mL de água, em um erlenmeyer com aquecimento e agitação constante, até a mudança de coloração (alaranjado).

Proteínas totais

Foi determinada a partir do nitrogênio total contido na amostra, pelo método Kjeldahl, e conversão em proteína, multiplicando o valor obtido pelo fator 6,25, de acordo com o método 940.25 da AOAC (1997).

Lipídios

Foi determinado pelo método Soxhlet, utilizando éter de petróleo como extrator, de acordo com o método 922.06 da AOAC (1997).

Acidez total titulável

Para a análise de acidez total titulável foi utilizado o método titulométrico, de acordo com a AOAC (1997), método n° 920.151.

pH

Foi determinado em pHmetro, de acordo com o método 981.12 da AOAC (1997). Inicialmente foi realizada a calibração do equipamento, com soluções tampão pH 4 e 7 a 20°C, e em seguida realizou-se a leitura direta da amostra.

Teor de β -caroteno

Foi determinado pelo método espectrofotométrico, proposto por Rodriguez-Amaya e Kimura (2004). A quantificação do extrato total foi feita, em primeira instância, supondo que se tratava apenas do trans- β -caroteno. Para isso foi utilizado a absorvidade específica em éter de petróleo de 2592 e a absorbância no comprimento de onda máximo do espectro visível. As leituras foram realizadas em espectrofotômetro a 450 nm. O cálculo foi feito de acordo com a Equação 1.

$$B(\mu\text{g/g}) = \frac{10^4 \times \text{Abs} \times \text{ve}}{A_{1\text{cm}}^{1\%} \times m} \quad (1)$$

onde: Abs = absorbância a 450 nm; ve = volume de extrato (mL); $A_{1\text{cm}}^{1\%}$ = coeficiente de absorção do β -caroteno em éter de petróleo (2592); m = massa da amostra (g).

Cor instrumental

A avaliação da cor foi feita por colorimetria *Tristimulus*, através de leitura em colorímetro digital marca Konica-Minolta, modelo CR 310, pelo sistema CIE Lab, obtendo os parâmetros L^* , a^* , b^* , C^* e h° . L^* define a luminosidade ($L = 0$ preto e $L = 100$ branco), a^* e b^* são responsáveis pela cromaticidade (+a vermelho e -a verde; +b amarelo e -b azul), C^* corresponde ao valor de croma e h° ao ângulo de tonalidade. Foi também calculado a diferença total de cor (ΔE^*) (Equação 2).

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2} \quad (2)$$

4.2.3 Secagem em *spray dryer*

A secagem foi realizada em um Mini Spray Dryer Büchi B-290 (Büchi Labortechnik AG, Flawil, Switzerland), de acordo com o esquema apresentado na Figura 4. O equipamento é constituído por seis seções: (1) aquecimento do ar de entrada até a temperatura desejada; (2) formação de gotículas pelo bocal atomizador; (3) troca de calor entre o gás de secagem e as gotículas do produto, na câmara de secagem; (4) coleta de partículas secas no ciclone; (5) coleta de partículas mais finas no filtro de saída e (6) desumidificação do ar.

De acordo com recomendações do fabricante, com os limites impostos pelo equipamento, com base na literatura e em ensaios preliminares, foram fixadas as seguintes condições e parâmetros para a secagem do tucupi em *spray dryer*: fluxo de corrente paralelo, bico injetor com 0,7 mm de diâmetro, pressão do ar comprimido no atomizador de 0,8 MPa, temperatura da alimentação de 25°C, concentração da suspensão de 25% de sólidos totais e vazão do ar de secagem de 35 m³/h. Durante o processo foram controladas as seguintes variáveis: temperatura do ar de secagem (160-220°C), vazão de alimentação (5-15 mL/min) e concentração de maltodextrina (10-40%). As temperaturas de entrada e saída do ar foram lidas a partir dos displays digitais no painel de controle do equipamento.

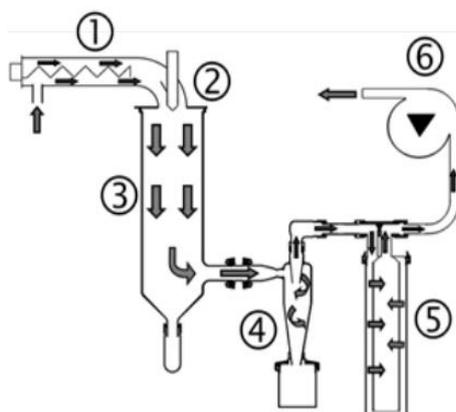


Figura 4. Esquema de funcionamento do *spray dryer*.

Fonte: Büchi (2009).

4.2.4 Planejamento experimental

O delineamento estatístico utilizado no estudo do processo de secagem do tucupi em *spray dryer* está apresentado na Tabela 3.

Tabela 3. Delineamento estatístico utilizado no estudo do processo de secagem do tucupi em *spray dryer*.

Corrida	Variável codificada			Variável padrão		
	X ₁	X ₂	X ₃	T (°C)	Vazão (mL/min) % Maltodextrina	
1	-1,00	-1,00	-1,00	172	7	16
2	-1,00	-1,00	+1,00	172	7	34
3	-1,00	+1,00	-1,00	172	13	16
4	-1,00	+1,00	+1,00	172	13	34
5	+1,00	-1,00	-1,00	208	7	16
6	+1,00	-1,00	+1,00	208	7	34
7	+1,00	+1,00	-1,00	208	13	16
8	+1,00	+1,00	+1,00	208	13	34
9	-1,68	0,00	0,00	160	10	25
10	+1,68	0,00	0,00	220	10	25
11	0,00	-1,68	0,00	190	5	25
12	0,00	+1,68	0,00	190	15	25
13	0,00	0,00	-1,68	190	10	10
14	0,00	0,00	+1,68	190	10	40
15 (C)	0,00	0,00	0,00	190	10	25
16 (C)	0,00	0,00	0,00	190	10	25
17 (C)	0,00	0,00	0,00	190	10	25

X₁ = Temperatura do ar de secagem; X₂ = Vazão de alimentação do produto; X₃ = Concentração de maltodextrina.

Para avaliar o processo de secagem foi utilizado um planejamento composto central rotacional do tipo 2^3 , com oito pontos fatoriais (níveis ± 1), seis pontos axiais (uma variável no nível $\pm\alpha$ e duas no nível 0) e três repetições no ponto central (nível 0), totalizando 17 ensaios (Tabela 3). Foram analisados os efeitos das variáveis de entrada: temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação do produto e concentração de maltodextrina na formulação, sobre os parâmetros de qualidade do produto em pó (variáveis de resposta): umidade, atividade de água, higroscopicidade, índice de solubilidade em água, índice de absorção de água, cor instrumental e teor de β -caroteno.

4.2.5 Caracterização do tucupi em pó

No tucupi em pó obtido nas diferentes condições de processo foram determinados: umidade, atividade de água (a_w), cor instrumental e teor de β -caroteno, de acordo com as metodologias referidas no item 4.2.2. Foram ainda determinados nos produtos:

Higroscopicidade

A higroscopicidade foi determinada de acordo com Tonon, Brabet e Hubinger (2009). 1 g do produto foi pesado em cápsula de polipropileno, previamente seca, e colocado em recipiente hermético, contendo solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75% a 25°C). A higroscopicidade foi definida como a umidade atingida pelo produto após 10 dias de exposição no referido ambiente, a qual foi calculada pela Equação 3.

$$HG(\%) = \left(\frac{M_t - M_s}{M_s} \right) \times 100 \quad (3)$$

onde: M_t = massa da amostra após 10 dias (g) e M_s = massa seca da amostra (g).

Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA)

Os índices foram determinados segundo a metodologia proposta por Anderson et al. (1969). Em um tubo de centrífuga, previamente tarado, 1 g de amostra foi adicionado de 12 mL de água destilada a 25°C. O conteúdo dos tubos foi

homogeneizado em Vortex e agitados intensamente por 30 minutos, antes de ser centrifugado a 3000 rpm por 10 min. 4 mL do líquido sobrenadante foram submetidos a secagem, em estufa a 105°C. O material remanescente foi pesado, e o IAA foi calculado pela Equação 4.

$$IAA(g/g\ b.s.) = \frac{PRC}{(PA - PRE)} \quad (4)$$

onde: PRC = massa do resíduo da centrifugação (g); PA = massa da amostra em base seca (g); PRE = massa do resíduo de evaporação no volume total de água (g).

O ISA foi calculado pela relação entre o peso do resíduo de evaporação e o peso da amostra seca, de acordo com a Equação 5.

$$ISA(\%) = \frac{PRE}{PA} \times 100 \quad (5)$$

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O equipamento utilizado foi um MEV modelo LEO-1430. As amostras foram metalizadas com ouro e o tempo de recobrimento foi de 1,5 minutos. As condições de análises para as imagens de elétrons secundários foram: corrente do feixe de elétrons = 90 μ A, voltagem de aceleração constante = 10 kv e distância de trabalho = 15 mm. O diâmetro médio foi determinado com base no diâmetro das esferas medido em cada imagem. As análises foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura LABMEV do Instituto de Geociências da UFPA.

4.2.6 Otimização da secagem do tucupi em *spray dryer* e validação da metodologia

Uma vez obtido o modelo polinomial ajustado às respostas, a otimização do processo foi feita pela técnica de otimização simultânea denominada “Função Desejabilidade” proposta para variáveis dependentes (DERRINGER; SUICH, 1980), com auxílio do programa STATISTICA Kernel Release 7.1 (STATSOFT INC., 2004). Foi estabelecida uma função desejabilidade para cada resposta (umidade, atividade de água, higroscopicidade, IAA, ISA, ΔE^* e β -caroteno), com valores descritos entre

0 e 1, onde 0 representa um valor completamente indesejado e 1 o valor mais desejável. Apesar de significativos, optou-se por não acrescentar à desejabilidade os parâmetros de cor C^* e h^0 , visto que são valores subjetivos, sendo utilizada somente ΔE^* por ser o parâmetro mais representativo na qualidade final do produto, pois reflete a mudança de coloração que ocorreu durante a secagem do tucupi.

A fim de validar a metodologia utilizada na otimização do processo de secagem do tucupi em *spray dryer* foi realizado um experimento, em triplicata, nas condições definidas como ótimas para o processo. Para estes produtos foram avaliados os mesmos parâmetros referidos no item 4.2.5, para os produtos em pó, exceto a MEV.

4.2.7 Obtenção das isotermas de sorção de umidade

As isotermas de adsorção e dessorção de umidade do tucupi em pó obtido nas condições otimizadas foram obtidas em equipamento analisador de sorção de vapor (Aqualab VSA, Decagon, Puma, WA, USA), utilizando o método DVS (*Dynamic Vapor Sorption*) (DECAGON DEVICES, 2015). Amostra com aproximadamente 1 g, com precisão analítica, foi submetida aos processos de sorção a $25 \pm 0,3^\circ\text{C}$, em diferentes umidades relativas (UR), as quais foram induzidas por alterações de vapor seco e saturado, com um fluxo de vapor de 100 mL/min. Os dados foram obtidos para um intervalo de a_w de 0,1 a 0,9, e foi utilizado como critério de convergência para o equilíbrio duas medidas consecutiva de $dm/dt \leq 0,05$, onde dm/dt é a relação entre a variação de massa e a variação de tempo entre medidas sucessivas.

A umidade da monocamada (m_0) foi determinada para a adsorção e dessorção, através da equação de BET linearizada (Equação 6) (BRUNAUER, EMMET e TELLER, 1938). Foram avaliados os ajustes dos modelos matemáticos de GAB, Oswin, Halsey, Kuhn e Mizrahi, (Tabela 4) (Equações 8-12) aos dados experimentais de sorção de umidade do tucupi em pó. Os parâmetros utilizados para avaliar os ajustes dos modelos foram o coeficiente de determinação (R^2) e o desvio médio relativo (P) (Equação 7).

$$\frac{a_w}{(1-a_w) \cdot m} = \frac{1}{m_0 \cdot C} + \frac{(C-1)}{m_0 \cdot C} \cdot a_w \quad (6)$$

$$P = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|m_{\text{exp}} - m_{\text{pre}}|}{m_{\text{exp}}} \quad (7)$$

onde, m = umidade (g H₂O/100 g b.s.); a_w = atividade de água (adimensional); m_o = umidade da monocamada (g H₂O/100 g b.s.) e C = constante de BET relacionada com o calor de sorção; m_{exp} e m_{pre} = umidades experimental e predita (g H₂O/100 g b.s.), respectivamente; e n = número de observações.

Tabela 4. Modelos utilizados na predição das isotermas de sorção do tucupi em pó.

Equação	Modelos
Kuhn ^a	$m = -\frac{a}{\ln a_w} + b$ (8)
Oswin ^a	$m = a \left[\frac{a_w}{1 - a_w} \right]^b$ (9)
Halsey ^a	$m = \left[\frac{-a}{\ln a_w} \right]^{\frac{1}{b}}$ (10)
Mizrahi ^a	$a_w = \frac{a + m}{b + m}$ (11)
GAB ^b	$m = \frac{m_o \cdot c \cdot k \cdot a_w}{[(1 - k \cdot a_w) \cdot (1 + (c - 1) \cdot k \cdot a_w)]}$ (12)

m – umidade; a_w – atividade de água; m_o – umidade monocamada; a , b , c , k são constantes; ^aChirife e Iglesias (1978); ^bMaroulis et al. (1988).

4.2.8 Análise estatística

Para a avaliação do planejamento experimental foi utilizada a análise de variância (ANOVA) e a metodologia de superfície de resposta, a 5% de significância ($p \leq 0,05$). Um modelo polinomial de segunda ordem (Equação 13) foi utilizado para representar o efeito das variáveis independentes sobre as respostas.

$$Y = \beta_0 + \beta_T T + \beta_V V + \beta_C C + \beta_{TT} T^2 + \beta_{VV} V^2 + \beta_{CC} C^2 + \beta_{TV} TV + \beta_{TC} TC + \beta_{VC} VC \quad (13)$$

onde, Y representa as respostas: umidade (U), atividade de água (a_w), índice de absorção de água (IAA), índice de solubilidade em água (ISA), higroscopicidade (HG), valor de croma (C^*), ângulo de tonalidade (h°), variação de cor (ΔE^*) e teor de β -caroteno (B); T, V e C representam as variáveis independentes: temperatura do ar de secagem, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, respectivamente; e os coeficiente de regressão são β_0 para a intercessão, β_T , β_V e β_C para os termos lineares, β_{TT} , β_{VV} e β_{CC} para os termos quadráticos, e β_{TV} , β_{TC} e β_{VC} para os termos de interação.

Em todos os procedimentos estatísticos foi utilizado o programa STATISTICA Kernel Release 7.1 (STATSOFT INC., 2004).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DO TUCUPI E DO CONCENTRADO

Os resultados obtidos na caracterização físico-química do tucupi e do tucupi concentrado estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. Características físico-químicas do tucupi e do tucupi concentrado.

DETERMINAÇÃO	QUANTIDADE POR PORÇÃO*	
	Tucupi	Concentrado
Umidade (g/100g)	94,55 ± 0,05	74,85 ± 0,01
Proteínas (g/100g)	0,96 ± 0,07	4,89 ± 0,14
Lipídios (g/100g)	0,16 ± <0,01	0,87 ± 0,02
Amido (g/100g)	1,65 ± 0,08	7,29 ± 0,36
Açúcares totais (g/100g)	0,28 ± 0,02	1,62 ± 0,07
Cinzas (g/100g)	0,68 ± 0,02	2,93 ± 0,03
Cloreto de sódio (g/100g)	0,24 ± <0,01	1,09 ± 0,04
Acidez (meq NaOH/100mL)	11,58 ± 0,10	75,99 ± 0,20
pH	3,37 ± 0,01	3,59 ± 0,02
a _w	0,992 ± <0,01	0,988 ± <0,01
Cor		
L*	59,76 ± 0,01	69,71 ± 0,67
a*	-2,68 ± 0,12	4,67 ± 0,04
b*	45,87 ± 0,09	46,97 ± 1,07
C*	45,94 ± 0,08	47,19 ± 1,07
h°	93,3 ± 0,15	84,4 ± 0,15
ΔE*	–	12,5 ± 0,49
β-caroteno(μg/g)	4,19 ± 0,09	17,83 ± 0,31

*As determinações foram calculadas em base úmida.

Por ser um produto líquido, o tucupi apresentou elevado teor de umidade (94,55 g/100g) e conseqüentemente baixo teor de sólidos totais (5,45 g/100g). Estes valores foram similares aos encontrados por Chisté, Cohen e Oliveira (2007), que foram de 94,64 g/100g e 5,36 g/100g, respectivamente. Além disso, os resultados obtidos atenderam a Norma de identidade, qualidade, acondicionamento e rotulagem do tucupi, instituída pela Agência de Defesa Agropecuária do Estado do Pará (ADEPARÁ, 2008), que estabelece teor de umidade entre 93,5 e 97,5 g/100g e de sólidos totais entre 2,5 e 6,5 g/100g, para o produto. O processo de concentração promoveu a eliminação de aproximadamente 20% da água do tucupi, reduzindo assim a umidade do produto para 74,85 g/100g e aumentando o teor de sólidos totais para 25,15 g/100g.

Os baixos teores de proteínas (0,96 g/100g) e de lipídios (0,16g/100g) do tucupi se devem às reduzidas concentrações destes constituintes nas raízes de mandioca (LUNA et al., 2013). O teor de proteínas do tucupi (0,96 g/100g) apresentou-se acima do valor médio encontrado por Chisté, Cohen e Oliveira (2007) em amostras de tucupi comercializadas em Belém-PA (0,48 g/100g). Esta diferença pode ter ocorrido, de acordo com Partelli et al. (2010), devido à utilização de diferentes cultivares de mandioca na produção do tucupi.

Os teores de açúcares totais (0,28 g/100g) e de cinzas (0,68 g/100g) atenderam o que determina a Norma de identidade, qualidade, acondicionamento e rotulagem do tucupi (ADEPARÁ, 2008), que estabelece para açúcares totais um teor máximo de 1,5 g/100g e para cinzas um teor mínimo de 0,39 g/100g.

O teor de amido no tucupi (1,65 g/100g) se deve aos grânulos de amido de menor tamanho, que não conseguem ser separados nos processos de decantação e filtração da manipueira, e que não foram consumidos como substrato na fermentação do produto.

Os teores de cloreto de sódio no tucupi (0,24 g/100g) e no tucupi concentrado (1,09 g/100g) estão relacionados com o conteúdo de sódio contido nas raízes de mandioca, que varia de 0,17 – 0,46 g/100g, conforme a variedade da raiz (CHIWONA-KARLTUN et al, 2015).

A acidez do tucupi (11,58 meq NaOH/100mL) foi similar aos valores encontrados por Chisté, Cohen e Oliveira (2007) (10,66 meq NaOH/100mL) e por Chisté e Cohen (2011) (12,30 meq NaOH/100mL). Entretanto, esse valor foi superior ao limite estipulado pela Norma de identidade, qualidade, acondicionamento e rotulagem do tucupi (ADEPARÁ, 2008), que estabelece para acidez valores entre 1,11 e 8,89 meq NaOH/100mL. O pH do tucupi (3,37) apresentou-se próximo aos encontrados por Chisté, Cohen e Oliveira (2007), em amostras de tucupi comercializado da cidade de Belém (3,46), e por Chisté e Cohen (2011), em amostras de tucupi produzidas em laboratório (3,60).

Foi possível observar que o pH do tucupi concentrado apresentou-se na mesma faixa do tucupi (3,59), embora tenha ocorrido uma súbita elevação da acidez (75,99 meq NaOH/100mL). Este comportamento ocorreu devido à manutenção do potencial hidrogeniônico, que expressa a atividade de íons hidrogênio em soluções aquosas, e define o valor do pH, e ao aumento da quantidade de ácido presente por

grama do produto, ocasionado pelo processo de concentração, quantificado pela acidez (BUCK et al., 2002).

A atividade de água do tucupi (0,992) e do concentrado (0,988), analisadas isoladamente, não garantem a estabilidade microbiológica dos produtos, no entanto, os valores de pH (3,37 e 3,59) e o teor de cloreto de sódio (0,24 g/100g e 1,09 g/100g), no tucupi e no concentrado, respectivamente, auxiliam como barreira, evitando a atividade de bolores e leveduras (ROCKLAND; NISHI, 1980).

De acordo com os parâmetros de cor, o tucupi apresentou tendência à cor clara ($L^* = 59,76$), uma suave tendência a coloração vermelha ($a^* = -2,68$) e evidenciou a coloração amarela ($b^* = 45,87$). A coloração amarela predominante pode ser atribuída ao teor de β -caroteno (4,19 $\mu\text{g/g}$), o que foi confirmado através do parâmetro cromaticidade (C^*) (45,94), que é dependente de a^* e b^* na mesma intensidade, e do ângulo de tonalidade ($h^\circ = 93,3^\circ$). O valor de C^* sofreu maior influência do parâmetro b^* e h° foi de aproximadamente 90° . No produto concentrado, pode-se observar que houve a intensificação de todos os parâmetros de cor, e também do teor de β -caroteno no produto (17,83 $\mu\text{g/g}$), intensificando a cor amarela. A diferença total de cor (ΔE^*) entre o tucupi e o concentrado (12,5), segundo a National Bureau of Standard (NBS), pode ser notada a olho nu, visto que foi superior a 0,5, o qual representa o valor mínimo de percepção visual para a diferença de cor (KOKSAL; DIKBAS, 2008). É importante ressaltar que o aumento do parâmetro L^* (luminosidade) indicou que, apesar da mudança de coloração, não houve escurecimento do produto atribuído à reação de Maillard e à degradação térmica.

5.2 RESULTADOS DO PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

5.2.1 Características físico-químicas do tucupi em pó

Os resultados obtidos caracterização do tucupi em pó, com base no planejamento fatorial utilizado estão apresentados na Tabela 6. De maneira geral, as umidades dos pós (10,08 – 13,26 g/100g) atendem a legislação brasileira para produtos vegetais secos ou desidratados, que estabelece um valor máximo 12 g/100g (BRASIL, 2005). Exceções foram observadas para as corridas 2, 3 e 9, que apresentaram valores suavemente maiores, estando fora das recomendações

técnicas, o que a princípio as torna mais susceptíveis à instabilidades químicas e deteriorações microbiológicas. As umidades dos produtos foram similares à obtida por Oi, Moraes Jr e Tambourgi (2012) para banana verde em pó (10,92 g/100g) e superiores às encontradas por Ahmed, Akter e Eun (2010) para batata doce roxa em pó (7,34 – 7,71 g /100g.); ambas obtidas em *spray dryer*.

Tabela 6. Resultados da caracterização do tucupi em pó, com base no planejamento fatorial utilizado.

Corrida	U (g/100g)	a_w	IAA (g/g b.s.)	ISA (%)	HG (% b.s.)	C*	h^o	ΔE^*	β -caroteno (μ g/g)
1	11,03	0,135	5,94	83,39	37,40	40,18	85,01	14,28	12,98
2	12,35	0,167	6,69	88,81	37,83	35,16	93,20	24,75	9,30
3	12,81	0,181	9,07	88,49	48,53	41,30	89,97	17,11	14,13
4	11,80	0,145	5,98	87,62	36,62	33,13	93,80	26,12	10,52
5	10,43	0,110	5,82	84,22	36,13	43,23	83,28	14,25	11,28
6	10,08	0,096	8,82	91,38	38,55	35,40	89,31	15,87	10,52
7	11,14	0,163	6,06	82,43	37,29	46,55	86,66	14,41	11,74
8	10,72	0,127	7,59	89,77	35,83	41,60	85,89	19,75	10,15
9	13,26	0,185	7,96	86,97	46,05	36,16	91,99	21,31	11,68
10	10,98	0,114	7,52	86,47	36,60	38,34	88,24	18,68	11,27
11	10,26	0,102	6,95	86,05	34,75	41,70	85,93	9,77	12,05
12	11,28	0,138	6,64	88,90	36,89	44,10	91,37	21,27	8,49
13	10,88	0,163	6,22	82,99	37,75	46,11	79,51	13,94	11,10
14	11,12	0,122	7,76	90,97	35,47	37,76	90,65	24,78	8,38
15 (C)	10,90	0,116	4,98	80,47	39,11	38,20	91,88	21,30	6,26
16 (C)	10,79	0,110	4,07	78,60	40,96	36,68	91,50	20,85	6,38
17 (C)	10,53	0,119	4,46	78,32	40,47	37,05	90,81	19,48	5,82

U – umidade (g/100g); a_w – atividade de água; IAA – índice de absorção de água (g/g b.s.); ISA – índice de solubilidade em água (%); HG – higroscopicidade (g H₂O/100 g b.s.); C* – valor de croma; h^o – ângulo de tonalidade; ΔE^* – diferença total da cor. Os valores são médias de três determinações analíticas que apresentaram variabilidades < 1,0.

Por outro lado, os valores de atividade de água (a_w) observados (0,096 - 0,185) garantem a estabilidade microbiológica do tucupi em pó, visto que foram menores que 0,6 (ROCKLAND; NISHI, 1980; FENNEMA, 1993).

Os valores do índice de absorção de água (IAA) dos pós (4,07 - 9,07 g/g b.s.), que indica a capacidade de absorver água do produto, foram maiores que a faixa encontrada por Ahmed, Akter e Eun (2010) para batata doce roxa em pó obtida em *spray dryer* (1,03 - 1,20 g/g b.s.). Estes resultados foram considerados satisfatórios, pois esta característica possibilitará a formação de duas fases distintas no produto, uma vez que, de acordo com a Adepará (2008), o tucupi deve apresentar-se heterogêneo, com uma fase sólida e a outra líquida, cujas características devem ser perceptíveis quando o produto está em repouso.

Os resultados dos índices de solubilidade em água (ISA) dos pós (78,32 - 91,38%) encontraram-se na faixa dos observados por Grabowski, Truong e Daubert (2006) para batata doce em pó obtida em *spray dryer* (61,7 a 83,1%). Os valores obtidos foram considerados satisfatórios, uma vez que revelam que a maior parte dos sólidos constituintes do pó são facilmente solúveis em água. O ISA está relacionado com a quantidade de sólidos solúveis presentes no produto, em função da solubilização de amidos, açúcares, proteínas, lipídios e fibras, inclusive da maltodextrina (AUGUSTO-RUIZ et al., 2003).

As higroscopiedades observadas para o tucupi em pó (34,75 - 48,53%) foram superiores aos encontrados por Ahmed, Akter e Eun (2010) para batata doce roxa em pó obtida em *spray dryer* (29 - 30%). Os resultados indicam que a presença de açúcares e ácidos orgânicos de baixo peso molecular nos pós favoreceu a higroscopiedade do produto. Estes solutos são responsáveis por fortes interações com moléculas de água, em função dos terminais polares presentes em suas moléculas (CARLOS; RESENDE; CAL-VIDAL, 2005).

Os valores de C^* do tucupi em pó (33,13 - 46,55) foram próximos ao encontrado por Caparino et al. (2012) para manga em pó obtida em *spray dryer* (36,77) e indicam que ocorreu a concentração da coloração amarela, pois este parâmetro, além de ter tido maior influência do parâmetro de cor b^* , representa a divergência de uma dada cor em relação ao cinza, onde quanto mais distante do zero, maior a intensidade da cor (LAWLESS; HEYMANN, 1999).

O ângulo de tonalidade (h°) dos produtos obtidos ($79,51^\circ$ - $93,80^\circ$) demonstrou que os pós apresentaram coloração predominantemente amarela, visto que o ângulo de tonalidade próximo a 90° representa o amarelo (MINOLTA, 1991).

Os valores da diferença total de cor (ΔE^*) observados para os produtos em pó obtido nas diferentes condições de processo (9,77 - 26,12) foram inferiores aos encontrados por Ahmed, Akter e Eun (2010) para batata doce em pó (48,45 - 50,97), obtida em *spray dryer*, utilizando maltodextrina como agente carreador. Embora as mudanças de cor não tenham descaracterizado o produto, o que foi confirmado pelos resultados de C^* e h° , é importante ressaltar que mudança expressiva na cor, após um determinado processamento, pode induzir a rejeição do produto por parte do consumidor, por estar intimamente relacionada com a qualidade do produto (LEÓN et al., 2006).

Além dos parâmetros de cor, os teores de β -caroteno no tucupi em pó (5,82 - 14,13 $\mu\text{g/g}$) ratificam a tonalidade do produto. Tais teores foram superiores ao observado para batata doce em pó obtida em *spray dryer* (4,3 $\mu\text{g/g}$), que também apresentou coloração amarela (GRABOWSKI; TRUONG; DAUBERT, 2006).

5.2.2 Análise estatística

Na Tabela 7 estão apresentados os valores dos coeficientes de determinação para regressão (R^2) e os modelos propostos (Equações 14 a 22) para a secagem do tucupi em *spray dryer* aplicada aos dados experimentais. Os resultados da análise de variância (ANOVA) estão sumarizados nas Tabelas 8 a 16, para um nível de significância de 95% ($p = 0,05$).

Tabela 7. Coeficientes de determinação para regressão e modelos propostos para a secagem do tucupi em *spray dryer*.

RESPOSTA	R^2	MODELO PROPOSTO	
U	0,938	$U = 65,66 - 0,591T + 0,002T^2 + 0,331V - 4,27 \times 10^{-5}V^2$ $+ 0,218C + 0,001C^2 + 2,78 \times 10^{-4}TV - 8,32 \times 10^{-4}TC - 0,011VC$	(14)
a_w	0,956	$a_w = 1,81 - 0,017T + 3,9 \times 10^{-5}T^2 - 0,017V + 2,3 \times 10^{-4}V^2$ $+ 0,004C + 1,3 \times 10^{-4}C^2 + 1,4 \times 10^{-4}TV - 3,6 \times 10^{-5}TC - 4,2 \times 10^{-4}VC$	(15)
IAA	0,934	$IAA = 141,61 - 1,31T + 0,003T^2 - 0,503V + 0,082V^2$ $- 1,22C + 0,010C^2 - 0,008TV + 0,005TC - 0,025VC$	(16)
ISA	0,957	$ISA = 408,78 - 3,05T + 0,008T^2 - 2,28V + 0,316V^2$ $- 2,56C + 0,033C^2 - 0,017TV + 0,008TC - 0,028VC$	(17)
HG	0,909	$HG = 80,71 - 0,786T + 0,002T^2 + 10,30V - 0,154V^2$ $- 0,511C - 0,014C^2 - 0,027TV + 0,010TC - 0,075VC$	(18)
C^*	0,915	$C^* = 64,19 + 0,239T - 0,001T^2 - 8,00V + 0,188V^2$ $- 1,20C + 0,017C^2 + 0,024TV + 3,2 \times 10^{-4}TC - 0,001VC$	(19)
h°	0,943	$h^\circ = -22,27 + 0,512T - 9,1 \times 10^{-4}T^2 + 5,94V - 0,091V^2$ $+ 3,10C - 0,026C^2 - 0,013TV - 0,005TC - 0,052VC$	(20)
ΔE^*	0,903	$\Delta E^* = -61,08 + 0,330T - 4,6 \times 10^{-4}T^2 + 4,39V - 0,196V^2$ $+ 2,33C - 0,005C^2 - 3,7 \times 10^{-4}TV - 0,010TC + 0,010VC$	(21)
B	0,912	$B = 274,65 - 2,44T + 0,006T^2 - 2,54V + 0,177V^2$ $- 1,67C + 0,017C^2 - 0,005TV + 0,004TC - 0,004VC$	(22)

U – umidade (g/100g); a_w – atividade de água; IAA – índice de absorção de água (g/g b.s.); ISA – índice de solubilidade em água (%); HG – higroscopicidade (g H₂O/100 g b.s.); C^* – valor de cor; h° – ângulo de tonalidade; ΔE^* – diferença total da cor; B – β -caroteno ($\mu\text{g/g}$); T – temperatura do ar de entrada ($^\circ\text{C}$); V – vazão de alimentação (mL/min); C – concentração de maltodextrina (%).

De acordo com a Tabela 7 os valores dos coeficientes de determinação para regressão (R^2) indicaram que os modelos propostos representaram com boa reprodutibilidade as respostas, ao nível de 95% de confiança. As faltas de ajuste não significativas ($p > 0,05$) observadas (Tabelas 8 a 16) confirmam a aplicabilidade da metodologia estatística utilizada. Desta forma, os resultados da ANOVA para regressão indicam que os modelos propostos podem ser utilizados para fins preditivos, dentro do domínio experimental empregado (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 1995; KHURI; CORNELL, 1996).

Nos gráficos de Pareto apresentados na Figuras 5 a 13, os efeitos estimados indicam o quanto cada fator influenciou na resposta estudada. Quanto maior o valor do efeito, maior é a interferência da variável sobre a resposta. Adicionalmente, efeitos positivos (EP) indicam uma relação de proporcionalidade direta entre a resposta e a variável, enquanto efeitos negativos (EN) indicam uma relação de proporcionalidade inversa entre as mesmas. Estas tendências podem ser melhor observadas nas superfícies de resposta e curvas de nível apresentadas na Figuras 17 a 25 (APÊNDICE A).

Umidade

Os efeitos lineares (L) (T e V), o efeito quadrático (Q) (T) e de interação (VC) definidos pelo modelo proposto (Equação 14) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta umidade (Tabela 8). De acordo com a Figura 5, a temperatura (L) foi o fator de maior influência na secagem. O sinal dos efeitos do gráfico de Pareto (Figuras 5) e as tendências observadas na Figura 17 (Apêndice A) indicam que o aumento da temperatura proporcionou a obtenção de pós com menores umidades, sendo a menor umidade observada para o produto obtido a 208°C. Comportamento similar foi observado por Marques et al. (2014), para milho verde em pó obtido por *spray dryer*. O comportamento observado é atribuído ao fato da elevação da temperatura favorecer a transferência de calor, visto que, fisicamente, esse aumento faz com que a energia cinética das moléculas e o efeito das colisões aumentem até um limite, no qual as forças intermoleculares não são mais dominantes e acabam por desagregar as moléculas em regiões específicas, promovendo passagem do estado líquido para um estado de vapor (MAK; WONG, 1990; HELDMAN; HARTEL, 2000).

Tabela 8. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a umidade do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	P
(1)T(°C)(L)	6,55	1	186,29	0,005
T (°C)(Q)	2,61	1	74,11	0,013
(2)V (mL/min)(L)	1,35	1	38,45	0,025
V(mL/min)(Q)	$1,6 \times 10^{-6}$	1	$4,6 \times 10^{-5}$	0,995
(3)C (%) (L)	$3,4 \times 10^{-4}$	1	0,010	0,931
C (%) (Q)	0,074	1	2,09	0,285
1L x 2L	0,002	1	0,05	0,842
1L x 3L	0,145	1	4,13	0,179
2L x 3L	0,720	1	20,46	0,046
Falta de Ajuste	0,701	5	3,99	0,213
Erro Puro	0,070	2		
Total SS	12,39	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

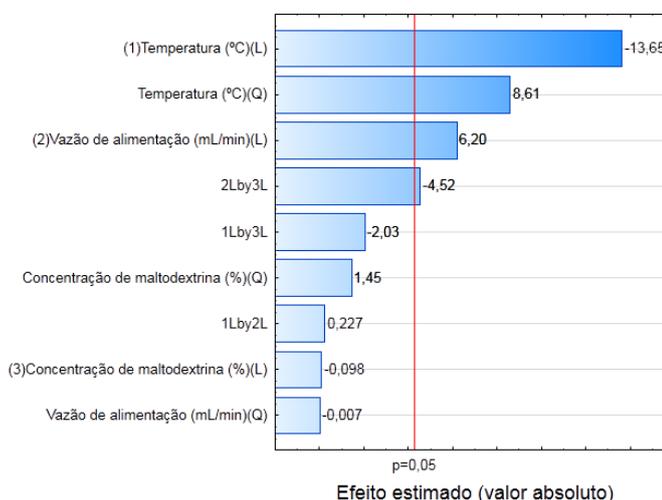


Figura 5. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a umidade do tucupi em pó.

O aumento da umidade com a vazão de alimentação também foi observado (Figuras 5 e 17 – Apêndice A) e pode ser justificado pela redução do tempo de residência do produto na câmara de secagem. O comportamento observado pode também ser explicado pela formação de partículas de maior tamanho devido ao aumento da vazão de alimentação, resultante da atração de moléculas de água por outras moléculas polares do produto, o que aumenta a tensão superficial medida pela intensidade das forças intermoleculares (WOLF et al., 2006).

Atividade de água

Os efeitos lineares (T, V e C), os efeitos quadráticos (T e C) e de interação (VC e TV) definidos pelo modelo proposto (Equação 15) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta a_w (Tabela 9 e Figura 6). Também para a resposta a_w a temperatura (L) foi o fator de maior influência, na secagem do tucupi.

Tabela 9. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a a_w do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	P
(1)T(°C)(L)	0,005	1	191,18	0,005
T (°C)(Q)	0,002	1	73,06	0,013
(2)V (mL/min)(L)	0,002	1	84,15	0,012
V(mL/min)(Q)	$4,9 \times 10^{-5}$	1	1,99	0,294
(3)C (%) (L)	0,001	1	44,88	0,022
C (%) (Q)	0,001	1	46,01	0,021
1L x 2L	$4,6 \times 10^{-4}$	1	18,76	0,049
1L x 3L	$2,7 \times 10^{-4}$	1	10,85	0,081
2L x 3L	0,001	1	41,09	0,023
Falta de Ajuste	$5,0 \times 10^{-4}$	5	4,07	0,209
Erro Puro	$4,9 \times 10^{-5}$	2		
Total SS	0,013	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

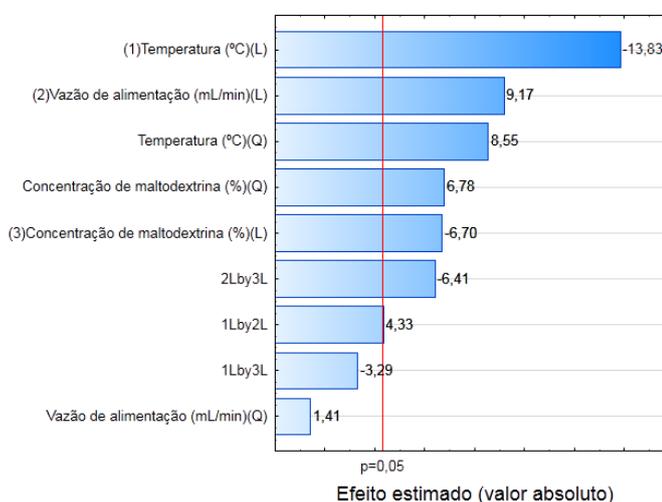


Figura 6. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a a_w do tucupi em pó.

De acordo com as Figuras 6 e 18 (Apêndice A), o aumento da temperatura e a diminuição da vazão de alimentação possibilitaram a obtenção de pós com menor a_w , o que proporcionou a obtenção de pós com maior estabilidade em relação à

deterioração microbiana e enzimática, se armazenados adequadamente, em embalagens com baixa permeabilidade ao vapor de água (NELSON, COX, 2002; AZEREDO et al., 2004).

O aumento da concentração de maltodextrina provocou a redução da a_w , até um nível de 20% (Figura 18 – Apêndice A). Para maiores concentrações do agente carreador foi observada a elevação da resposta, a qual pode ser justificada pela redução da mobilidade das moléculas de água, dificultando a difusão da água através das moléculas de maltodextrina (GEANKOPLIS, 1993; ADHIKARI et al., 2004).

Índice de absorção de água e Índice de solubilidade em água

Os efeitos quadráticos (T, V e C) e de interação (TC) definidos pelo modelo proposto (Equação 16) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta IAA (Tabela 10 e Figura 7). Para o ISA, o modelo proposto (Equação 17) definiu como significativos ($p < 0,05$) os efeitos linear (C) e quadráticos (T, V e C) (Tabela 10 e Figura 7). A temperatura foi o fator de maior influência sobre o IAA, enquanto para o ISA foi a vazão de alimentação.

Devidos aos efeitos quadráticos foram observados valores mínimos para o IAA e o ISA em níveis intermediários das variáveis. Entretanto, foi observado que o aumento da temperatura (a partir de 190°C), da vazão de alimentação (a partir de 8 mL/min) e da concentração de maltodextrina (a partir de 25%) provocaram a elevação das respostas IAA (Figuras 7 e 19 – Apêndice A) e ISA (Figuras 8 e 20 – Apêndice A).

A diminuição inicial do IAA com o aumento da temperatura (até 190°C) (Figura 19 – Apêndice A) pode ser explicado pelo aumento do grau de cristalinidade dos grânulos de amido, com a temperatura, as quais fornecem a estabilidade estrutural e tornam os grânulos mais resistentes ao inchamento. Entretanto, à medida que a temperatura se eleva drasticamente, em excesso de água, a estrutura cristalina é rompida e as moléculas de água formam pontes de hidrogênio entre a amilose e a amilopectina, expondo seus grupos hidroxil, o que permite o inchamento dos grânulos e o aumento no IAA (SINGH et al., 2003). Além disso, o aumento da temperatura prova a formação de uma camada seca mais rígida, na superfície das partículas do pó, o que facilita a difusão das moléculas de água através das partículas, aumentando a molhabilidade e a dissolução, o que justificou a elevação do ISA (Figuras 8 e 20 – Apêndice A) (CHEGINI; GHOBADIAN, 2005).

O aumento do IAA e do ISA com a vazão de alimentação pode ser atribuído à formação de grupos hidrofílicos constituídos de amido-proteína, provocados por desdobramento e afrouxamento das estruturas em contato com a água, o que contribuiu para uma maior disponibilidade e facilidade de penetração das moléculas de água na estrutura das partículas (SINGH et al., 2003; MARZEC; LEWICKI, 2006).

Tabela 10. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o IAA do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	P
(1)T(°C)(L)	0,001	1	0,007	0,940
T (°C)(Q)	12,71	1	60,38	0,016
(2)V (mL/min)(L)	0,061	1	0,290	0,644
V(mL/min)(Q)	5,94	1	28,24	0,033
(3)C (%) (L)	1,68	1	7,97	0,106
C (%) (Q)	7,13	1	33,88	0,028
1L x 2L	1,45	1	6,90	0,119
1L x 3L	5,93	1	28,18	0,033
2L x 3L	3,52	1	16,73	0,055
Falta de Ajuste	1,68	5	1,60	0,428
Erro Puro	0,421	2		
Total SS	31,69	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

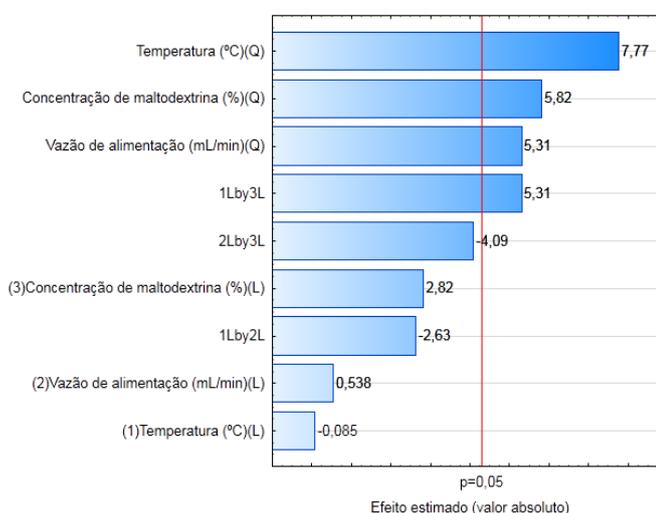


Figura 7. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o IAA do tucupi em pó.

O aumento do IAA com a concentração de maltodextrina pode ser explicado em função da estrutura química da maltodextrina com dextrose equivalente 20

utilizada nos experimentos. Este tipo de carreador apresenta um grande número de ramificações com grupos hidrofílicos que absorvem facilmente a água (TONON; BRABET; HUBINGER, 2009). Por outro lado, o aumento do ISA provocado pelo aumento da concentração de maltodextrina se deve à alta solubilidade do agente carreador (CANO-CHAUCA et al., 2005; CHEGINI; GHOBADIAN, 2005).

Tabela 11. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o ISA do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	P
(1)T(°C)(L)	0,134	1	0,098	0,784
T (°C)(Q)	73,07	1	53,42	0,018
(2)V (mL/min)(L)	2,058	1	1,50	0,345
V(mL/min)(Q)	89,26	1	65,25	0,015
(3)C (%) (L)	77,15	1	56,40	0,017
C (%) (Q)	78,41	1	57,32	0,017
1L x 2L	6,67	1	4,88	0,158
1L x 3L	12,38	1	9,05	0,095
2L x 3L	4,66	1	3,40	0,206
Falta de Ajuste	8,73	5	1,28	0,494
Erro Puro	2,74	2		
Total SS	267,94	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

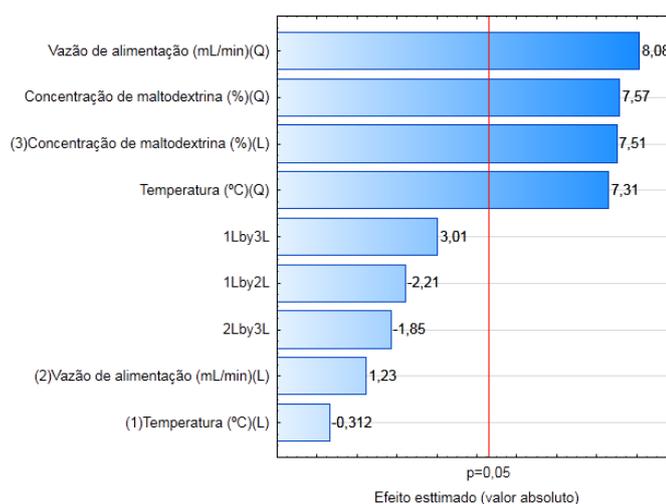


Figura 8. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o ISA do tucupi em pó.

Higroscopicidade

O efeito linear (T), o efeito quadrático (V) e de interação (TC e VC) definidos pelo modelo proposto (Equação 18) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta higroscopicidade (Tabela 12 e Figura 9). Mais uma vez, a temperatura foi o fator que apresentou a maior influência sobre a resposta.

Tabela 12. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a higroscopicidade do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	P
(1)T(°C)(L)	59,16	1	64,42	0,015
T(°C)(Q)	3,87	1	4,22	0,176
(2)V (mL/min)(L)	10,51	1	11,45	0,077
V(mL/min)(Q)	21,21	1	23,10	0,041
(3)C (%) (L)	15,16	1	16,51	0,056
C (%) (Q)	13,41	1	14,60	0,062
1L x 2L	16,45	1	17,92	0,052
1L x 3L	19,36	1	21,08	0,044
2L x 3L	32,82	1	35,75	0,027
Falta de Ajuste	17,94	5	3,91	0,216
Erro Puro	1,84	2		
Total SS	217,05	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

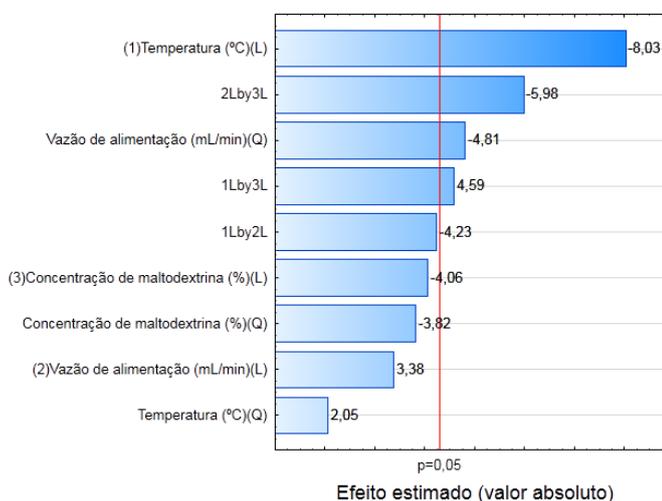


Figura 9. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a higroscopicidade do tucupi em pó.

A higroscopicidade diminuiu com o aumento da temperatura e da concentração de maltodextrina, e com redução da vazão de alimentação (Figuras 9

e 21 – Apêndice A). O comportamento observado para a resposta pode ser explicado pelo possível aumento da temperatura de transição vítrea (T_g) do produto, visto que com o aumento da umidade (menor temperatura), a temperatura de transição vítrea é reduzida e as características dos materiais em pó podem ser alteradas, o que fez com que os pós apresentassem maior higroscopicidade. O aumento da temperatura fez com que aumentasse a T_g , produzindo partículas mais estáveis durante o processamento, devido à diminuição da higroscopicidade (BERISTAIN; AZUARA; VERNON-CARTER, 2002; BHANDARI; HARTEAL, 2005).

A redução da higroscopicidade com o aumento da concentração de maltodextrina no produto está relacionada com a própria característica do agente carreador utilizado, o qual apresenta baixa higroscopicidade. Este comportamento reforça o potencial uso da maltodextrina como agente carreador para o tucupi em pó obtido em spray dryer, conferindo maior proteção contra a adsorção de umidade pelo produto (YOUSEFI; EMAM-DJOMEH; MOUSAVI, 2011).

Valor de croma

Os efeitos lineares (T, V e C), os efeitos quadráticos (V e C) e de interação (TV) definidos pelo modelo proposto (Equação 19) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta valor de croma (C^*) (Tabela 13 e Figura 10). Sobre esta resposta a concentração de maltodextrina foi o fator que apresentou maior influência, na secagem do tucupi em *spray dryer*.

Tabela 13. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor C^* do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	P
(1)T(°C)(L)	31,46	1	49,91	0,019
T (°C)(Q)	1,31	1	2,07	0,287
(2)V (mL/min)(L)	11,69	1	18,55	0,050
V(mL/min)(Q)	31,44	1	49,88	0,019
(3)C (%) (L)	117,31	1	186,09	0,005
C (%) (Q)	19,82	1	31,45	0,030
1L x 2L	13,57	1	21,53	0,043
1L x 3L	0,021	1	0,034	0,871
2L x 3L	0,009	1	0,015	0,914
Falta de Ajuste	19,91	5	6,32	0,142
Erro Puro	1,26	2		
Total SS	248,62	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

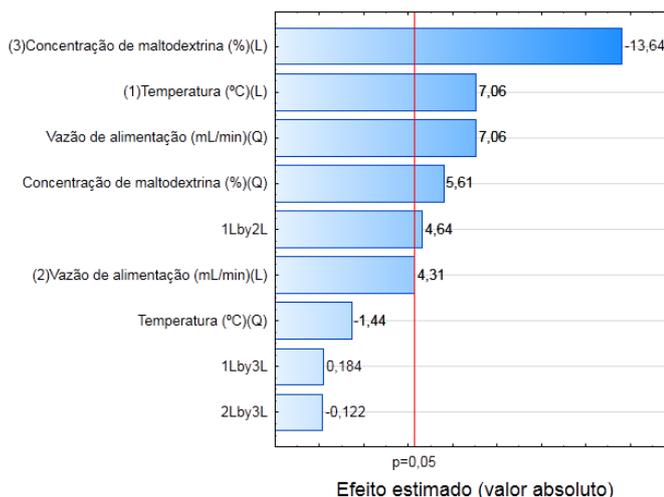


Figura 10. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor C* do tucupi em pó.

O aumento da resposta C* com a temperatura (Figuras 10 e 22 – Apêndice A) foi possivelmente ocasionado pelo escurecimento dos pós, provocado pelas reações de Maillard e/ou de caramelização, quando maiores temperaturas de entrada foram utilizadas (NELSON; COX, 2002). O aumento da vazão de alimentação até 11 mL/min elevou o valor de C*, devido à intensificação da cor amarela do produto, causado pela aglomeração das partículas formadas (QUEK; CHOK; SWEDLUND, 2007). A elevação da concentração de maltodextrina provocou uma redução na resposta, que pode ser explicada pela coloração branca e opaca da maltodextrina, que provocou a perda de brilho e de intensificação da cor amarela (ALEXANDER, 1992).

Ângulo de tonalidade

Os efeitos lineares (T, V e C), os efeitos quadráticos (V e C) e de interação (TC e VC) definidos pelo modelo proposto (Equação 20) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta ângulo de tonalidade (h°) (Tabela 14 e Figura 11), onde a concentração de maltodextrina foi o fator que apresentou maior efeito sobre o h° .

A redução no valor do h° com o aumento da temperatura (Figuras 11 e 23 – Apêndice A) pode ser atribuída a ocorrência de reações sensíveis ao calor, envolvendo a degradação de pigmentos responsáveis pela coloração amarela do produto. A elevação da vazão de alimentação provocou o aumento da resposta

ocasionada pelo escurecimento dos pós obtidos nessas condições. O aumento do parâmetro h° com a elevação da concentração de maltodextrina foi também observado por Grabowski, Truong e Daubert (2006), para batata doce em pó, obtida em *spray drying*, o que sugere a eficácia da proteção dos pigmentos do produto provocada pela maltodextrina.

Tabela 14. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor h° do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	p
(1)T(°C)(L)	39,35	1	132,69	0,007
T (°C)(Q)	0,965	1	3,25	0,213
(2)V (mL/min)(L)	15,73	1	53,06	0,018
V(mL/min)(Q)	7,46	1	25,15	0,038
(3)C (%) (L)	94,76	1	319,54	0,003
C (%) (Q)	48,95	1	165,06	0,006
1L x 2L	3,92	1	13,22	0,068
1L x 3L	5,69	1	19,19	0,048
2L x 3L	15,55	1	52,44	0,019
Falta de Ajuste	12,98	5	8,76	0,106
Erro Puro	0,593	2		
Total SS	239,71	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

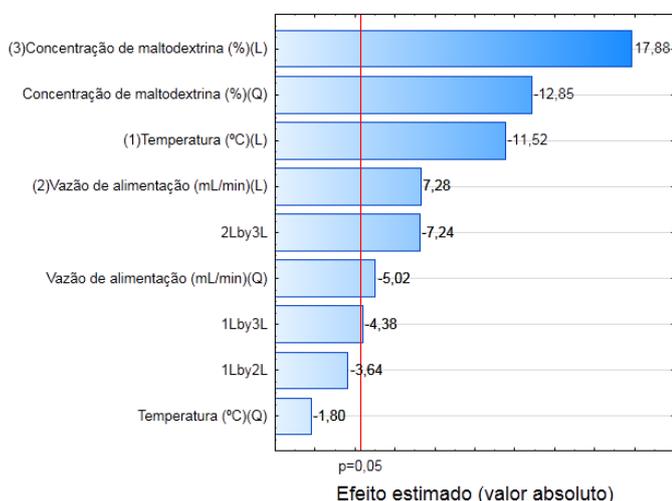


Figura 11. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o parâmetro de cor h° do tucupi em pó.

Diferença total de cor

Os efeitos lineares (T, V e C), o efeito quadrático (V) e de interação (TC) definidos pelo modelo proposto (Equação 21) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta diferença total de cor (ΔE^*) (Tabela 15 e Figura 12). Também sobre esta resposta a concentração de maltodextrina foi o fator que apresentou maior efeito.

Tabela 15. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a diferença total de cor (ΔE^*) do tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	p
(1)T(°C)(L)	36,91	1	40,90	0,024
T (°C)(Q)	0,248	1	0,275	0,652
(2)V (mL/min)(L)	55,34	1	61,31	0,016
V(mL/min)(Q)	34,15	1	37,83	0,025
(3)C (%) (L)	146,05	1	161,82	0,006
C (%) (Q)	1,58	1	1,75	0,317
1L x 2L	0,003	1	0,004	0,958
1L x 3L	19,60	1	21,71	0,043
2L x 3L	0,642	1	0,711	0,488
Falta de Ajuste	29,66	5	6,57	0,137
Erro Puro	1,81	2		
Total SS	325,69	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

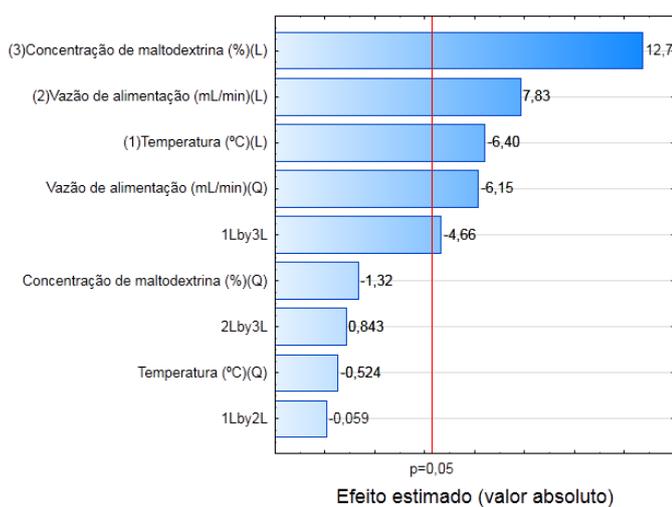


Figura 12. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre a diferença total de cor (ΔE^*) do tucupi em pó.

Na Figura 24 (Apêndice A) pode ser observada uma elevação da resposta ΔE^* com o aumento da temperatura, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina, a qual pode ser atribuída às modificações das propriedades do produto. Nessas condições foram produzidos pós com cores mais intensas (amarela), provocadas pelas altas temperaturas e vazões de alimentação, e mais opacos, pela adição de maltodextrina.

Teor de β -caroteno

O efeito linear (C), os efeitos quadráticos (T, V e C) e de interação (TC) definidos pelo modelo proposto (Equação 22) foram estatisticamente significativos ($p < 0,05$) para a resposta teor de β -caroteno (Tabela 16 e Figura 13), sendo a temperatura o fator que apresentou o maior efeito sobre a resposta.

Tabela 16. ANOVA para o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina sobre o teor de β -caroteno no tucupi em pó.

Fator	SS	df	F	p
(1)T(°C)(L)	1,14	1	13,32	0,068
T (°C)(Q)	45,33	1	531,42	0,002
(2)V (mL/min)(L)	0,891	1	10,45	0,084
V(mL/min)(Q)	27,99	1	328,12	0,003
(3)C (%) (L)	14,79	1	173,37	0,006
C (%) (Q)	21,68	1	254,21	0,004
1L x 2L	0,652	1	7,65	0,110
1L x 3L	3,04	1	35,67	0,027
2L x 3L	0,071	1	0,828	0,459
Falta de Ajuste	7,81	5	18,31	0,053
Erro Puro	0,171	2		
Total SS	90,71	16		

SS – soma quadrática; df – grau de liberdade.

O aumento da temperatura ($> 190^{\circ}\text{C}$) e da vazão de alimentação (> 10 mL/min) provocou um aumento no teor de β -caroteno (Figuras 13 e 25 – Apêndice A). Este comportamento pode ser atribuído ao fato de temperaturas e vazões de alimentação mais elevadas terem aumentado a taxa de formação de película na superfície das partículas do pó, formando uma crosta que limita a migração do material do núcleo para a superfície da partícula (RASCÓN et al., 2011). O aumento no teor de β -caroteno com a concentração de maltodextrina (a partir de 25%), também foi observado por Grabowski, Truong e Daubert (2006), para batata doce

em pó, obtida em *spray dryer*, o que confirma a eficiência da maltodextrina na prevenção da degradação de pigmentos.

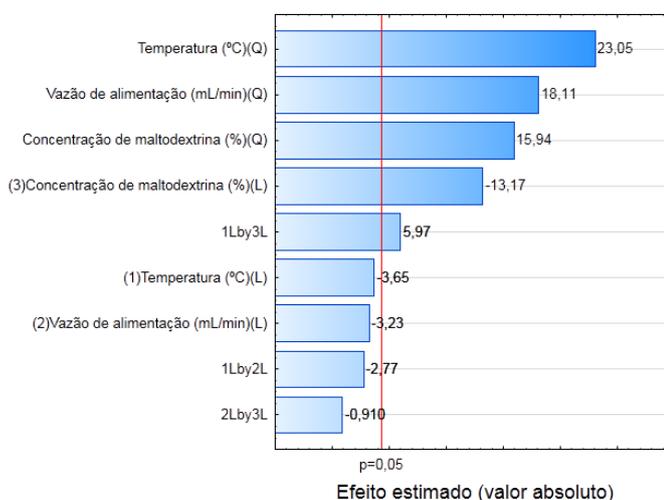


Figura 13. Gráfico de Pareto indicando o efeito da temperatura do ar de entrada, da vazão de alimentação e da concentração de maltodextrina o teor de β -caroteno no tucupi em pó.

5.3 MORFOLOGIA DOS PÓS

A Figura 14 apresenta as eletromicrografias evidenciando as partículas do tucupi em pó obtido em *spray dryer*, produzido nas diferentes condições experimentais. De um modo geral, as partículas apresentaram formato esférico, de diversos tamanhos, o que é característico das partículas produzidas pelo processo em *spray dryer*. As superfícies das partículas foram predominantemente rugosas, embora algumas tenham apresentado superfície completamente lisa; sendo todas classificadas como amorfas. Comportamento similar foi observado por Marques et al. (2014) para milho em pó e por Ahmed, Akter e Eun (2010) para batata doce roxa em pó, ambos obtidos em *spray dryer*, utilizando maltodextrina como agente carreador.

A formação de partículas amorfas pode ser atribuída, de acordo com Jaya e Das (2009), ao curto tempo de secagem em *spray dryer*, o que faz com que sólidos cristalinos como açúcares e ácidos presentes no produto tornam-se amorfos; um estado definido pela falta de organização das moléculas.

Na Figura 14 pode ser observado que a diminuição da concentração de maltodextrina (corridas 1, 3, 5, 7 e 13) e o aumento da vazão de alimentação (corrida 12) promoveu a formação de pós com partículas mais rugosas, empilhadas,

apresentando uma forte aderência (pegajosidade) e atração entre si, provocado pela adsorção de umidade, que causa aglomeração e pegajosidade do material produzido nessas condições (GOULA; ADAMAPOULOS, 2010).

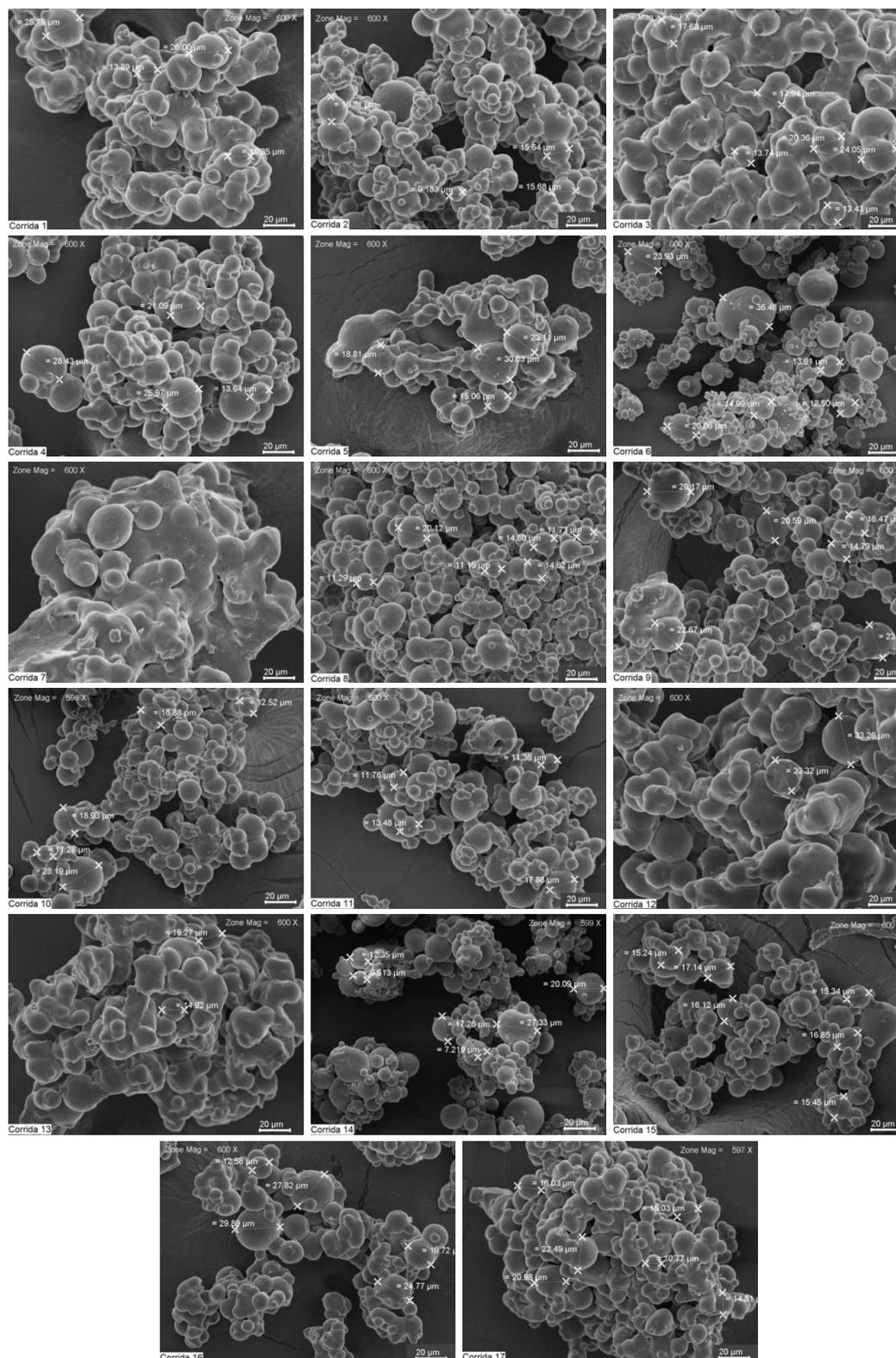


Figura 14. Eletromicrografias do tucupi em pó obtido nas diferentes condições de secagem em *spray dryer*.

À medida em que aumentou a concentração de maltodextrina, partículas mais lisas foram formadas e a pegajosidade dos pós foi reduzida (corridas 2, 4, 8, 9, 11, 15, 16 e 17). Entretanto, as partículas que apresentaram um maior grau de uniformidade em relação à forma e uma melhor distribuição das partículas (superfícies lisas e intactas), mostrando vários tamanhos, foram obtidas com as maiores temperaturas do ar de secagem (190°C a 220°C), menores vazões de alimentação (7 a 10 mL/min) e maiores concentrações de maltodextrina (25 a 40%) (corridas 6, 10 e 14). Comportamento semelhante foi observado por Marques et al. (2014), segundo os quais, o aumento da temperatura e a diminuição da vazão de alimentação promovem a rápida evaporação da água, evitando o encolhimento das partículas e proporcionando uma estrutura uniforme das partículas.

5.4 OTIMIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE SECAGEM E VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA UTILIZADA

Os valores estabelecidos da função desejabilidade para cada resposta estão apresentados na Tabela 17.

O diagrama da função desejabilidade para a descrição das condições otimizadas de obtenção do tucupi em pó em *spray dryer* está apresentado na Figura 15. As linhas tracejadas verticais (em vermelho) sinalizam as condições de máxima desejabilidade global que, para a secagem do tucupi em *spray dryer*, alcançou 0,995. Dessa forma, com base na otimização estatística e dentro das condições estabelecidas, os valores ótimos para as variáveis de processo, apontados pela função desejabilidade, foram: temperatura do ar de secagem em um nível alto (220°C), vazão de alimentação próximo ao nível mínimo (7 mL/min) e concentração de maltodextrina próximo ao ponto central (28%); dentro do domínio experimental.

Tabela 17. Parâmetros utilizados na otimização das respostas do processo de secagem do tucupi em *spray dryer*.

RESPOSTAS	Limite inferior	Valor mediano	Limite Superior
Umidade	10,08 (1)	11,67 (0,5)	13,26 (0)
Atividade de água	0,09 (1)	0,14 (0,5)	0,19 (0)
Higroscopicidade	34,75 (1)	41,64 (0,5)	48,53 (0)
IAA	4,07 (0)	6,57 (0,5)	9,07 (1)
ISA	78,32 (0)	84,85 (0,5)	91,38 (1)
ΔE^*	9,77 (1)	17,94 (0,5)	26,12 (0)
β -caroteno	5,82 (0)	9,98 (0,5)	14,13 (1)

(): desejabilidade.

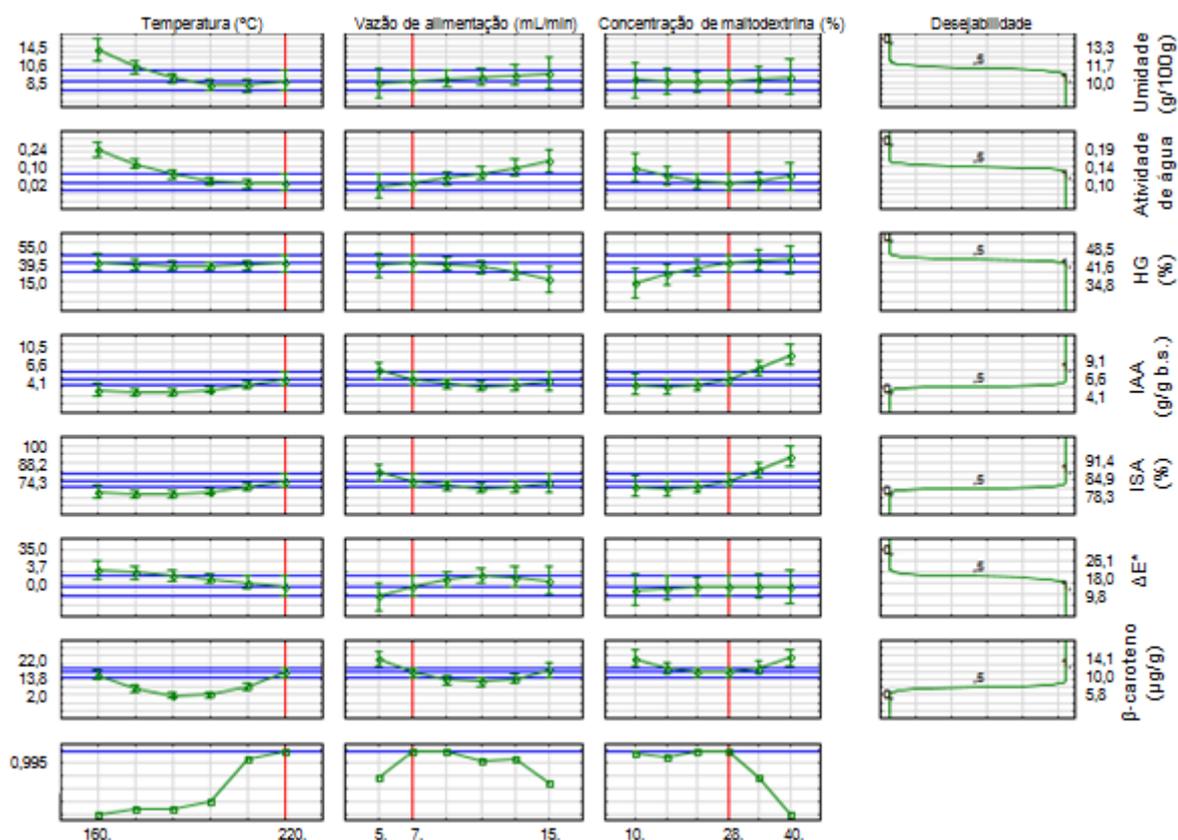


Figura 15. Perfis para os valores preditos e a função desejabilidade.

Os valores das desejabilidades individuais preditas, juntamente com a caracterização realizada no produto obtido na condição otimizada estão apresentados na Tabela 18.

Tabela 18. Desejabilidades individuais preditas e características do tucupi em pó obtido na condição otimizada para a secagem em *spray dryer*.

Propriedade	Desejabilidade predita	Características do tucupi em pó
Umidade (g/100g)	10,6	10,4 ± 0,22
Atividade de água	0,10	0,10 ± <0,01
Higroscopicidade (%)	39,5	40,9 ± 0,03
IAA (g/g m.s.)	6,6	6,4 ± 0,13
ISA (%)	88,2	87,0 ± 0,46
ΔE*	13,7	10,0 ± 0,57
β-caroteno (μg/g)	13,8	15,1 ± 0,61

De acordo com a Tabela 18, os resultados de IAA (6,4 g/ g m.s.) e de ISA (87 %) indicam a excelente reconstituição do tucupi em pó obtido em *spray dryer*, na condição ótima de processo, onde a convergência entre os valores preditos pela função desejabilidade e os valores experimentais de todas as respostas validam a

metodologia estatística empregada na otimização do processo de secagem do tucupi em *spray dryer*, para o domínio experimental estudado.

5.5 ISOTERMA DE SORÇÃO DO TUCUPI EM PÓ

Os valores obtidos experimentalmente para a umidade e a atividade de água (a_w), nos ensaios de sorção umidade do tucupi em pó a 25°C, são apresentados na Tabela 19. As isotermas de adsorção e dessorção de umidade obtidas através da correlação entre estas duas variáveis são apresentadas graficamente na Figura 16.

Tabela 19. Dados de adsorção e dessorção para a o tucupi em pó a 25°C.

Adsorção		Dessorção	
a_w	m^*	a_w	m^*
0,10	10,94	0,90	98,82
0,15	11,09	0,85	70,48
0,21	11,21	0,80	51,73
0,25	11,36	0,75	38,92
0,30	12,90	0,70	30,53
0,35	14,13	0,65	25,40
0,40	15,91	0,60	22,22
0,45	17,31	0,55	20,42
0,50	18,62	0,50	19,23
0,55	20,46	0,45	18,42
0,60	21,34	0,40	18,05
0,65	24,25	0,35	17,43
0,70	28,91	0,30	17,06
0,75	35,70	0,25	16,69
0,80	47,45	0,20	16,61
0,85	64,10	0,16	16,32
0,90	98,82	0,10	16,22

*Umidade (g H₂O/100 g b.s.); os valores são médias de várias determinações.

De acordo com a classificação proposta por Yanniotis e Blahovec (2009), as isotermas de adsorção e dessorção do produto são classificadas como tipo II, com tendência ao tipo III. Porém a isoterma de adsorção apresenta forte tendência ao tipo III, enquanto para a isoterma de dessorção esta tendência é mínima. O comportamento observado é atribuído ao fato do produto apresentar em sua composição, amido e proteínas, que geram isotermas do tipo II e sólidos solúveis, aos quais é atribuído o tipo III (SALWIN, 1963).

Isotermas tipo II levam em conta a existência de camadas múltiplas na superfície interna do produto e podem ser interpretadas como uma sobreposição da monocamada localizada na superfície do material interno com a diluição de uma

fração dos sólidos em solução (VAN DEN BERG, 1984). Por outro lado, as isotermas tipo III são caracterizadas pelo aumento gradativo da umidade com a a_w , e são observadas para produtos que apresentam sólidos solúveis, como a maltodextrina (ADAMSON, 1976).

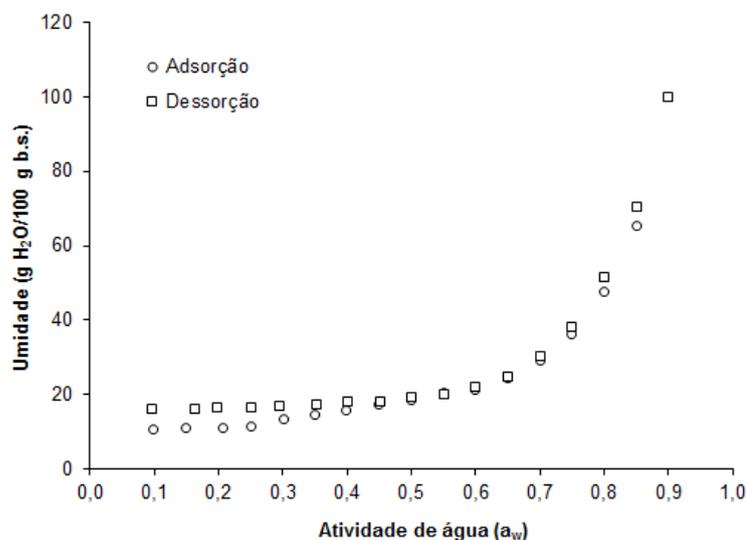


Figura 16. Isotermas de adsorção e dessorção de umidade do tucupi em pó a 25°C.

Com base na isoterma de adsorção é possível afirmar que o tucupi em pó terá estabilidade microbiológica ($a_w < 0,6$) (SALWIN, 1963; ROCKLAND; NISHI, 1980), quando armazenado à temperatura ambiente, se apresentar umidade inferior a 21,0 g H₂O/100 g b.s. Entretanto, o valor da monocamada (m_o) para a adsorção de 8,25 g H₂O/100 g b.s. ($R^2 = 0,993$) indica que este é o nível de maior estabilidade do produto, na qual além da estabilidade microbiológica é possível evitar o escurecimento enzimático e não-enzimático do produto, e outras reações degradativas (ROCKLAND, 1969). Por outro lado, o valor da monocamada para a dessorção indica que a secagem do produto não deve se estender a umidades inferiores a 10,70 g H₂O/100 g b.s. ($R^2 = 0,993$), para evitar gasto desnecessário de energia, visto que nestas condições a água se encontrará firmemente ligada aos solutos.

Os parâmetros dos modelos matemáticos ajustados aos dados experimentais de sorção de umidade do tucupi em pó são apresentados na Tabela 20. Com exceção do modelo de Oswin, os demais modelos testados obtiveram altos coeficientes de determinação ($R^2 > 0,92$) e variados desvios médios relativos ($P <$

18), porém o modelo de Kuhn foi o que melhor descreveu as isotermas de sorção do produto, pois apresentou valores de $R^2 > 0,96$ e valores de $P < 12\%$.

Tabela 20. Parâmetros dos modelos ajustados aos dados de adsorção e dessorção de umidade do tucupi em pó a 25°C.

Equação	Adsorção		Dessorção	
	R^2	P (%)	R^2	P (%)
Kuhn	0,9956	6,0	0,9611	11,5
Oswin	0,9684	21,4	0,8604	22,6
Halsey	0,9876	13,1	0,9175	17,7
Mizrahi	0,9890	8,1	0,9551	13,1
GAB	0,9895	13,0	0,9336	16,5

6 CONCLUSÃO

No estudo foi observado que todas as respostas foram significativamente afetadas pela temperatura do ar de entrada, vazão de alimentação e concentração de maltodextrina, sendo obtidas partículas com menor aderência nos pós produzidos nas maiores temperaturas do ar de secagem (190°C a 220°C), nas menores vazões de alimentação (7 a 10 mL/min) e maiores concentrações de maltodextrina (25 a 40%).

A metodologia de superfície de resposta e a função desejabilidade foram eficientes na otimização do processo de obtenção do tucupi em pó em *spray dryer*, sendo definidas como condições ótimas para o processo: 220°C para a temperatura do ar de secagem, 7 mL/min para a vazão de alimentação e 28% para a concentração de maltodextrina, no domínio experimental analisado.

As isotermas de sorção indicaram como condição de maior estabilidade para o tucupi em pó a umidade de 8,25 g H₂O/100 g b.s., no entanto o produto já se mostrou microbiologicamente estável com 21,0 g H₂O/100 g b.s. de umidade. O modelo de Kuhn mostrou-se eficiente na predição das isotermas de sorção de umidade do produto.

As características físico-químicas do produto e a sua excelente solubilidade em água permitem afirmar que a produção do tucupi em pó em *spray dryer* é uma alternativa promissora de conservação e comercialização para o produto.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADAMSON, A. W. **Physical Chemistry of Surfaces**. 3 ed. New York: John Wiley & Sons, 1976.
- ADEPARÁ. Instrução Normativa N.º 001/2008, de 24 de junho de 2008 da Agência de Defesa Agropecuária do Estado do Pará (ADEPARÁ). Aprova Norma de Identidade, Qualidade, Acondicionamento e Rotulagem do Tucupi. **Diário oficial do Estado do Pará**, Poder Executivo, Belém-PA, 24 jun 2008.
- ADEPARÁ. Lei N.º 7.565/2011, de 25 de outubro de 2011 da Agência de Defesa Agropecuária do Estado do Pará (ADEPARÁ). Dispõe sobre normas sobre normas para licenciamento de estabelecimentos processadores, registro e comercialização de produtos artesanais comestíveis de origem animal e vegetal no Estado do Pará, e dá outras providências. **Diário oficial do Estado do Pará**, Poder Executivo, Belém-PA, 25 out 2011.
- ADHIKARI, B.; HOWES, T.; BHANDARI, B. R.; TROUNG, V. Effect of addition of maltodextrin on drying kinetics and stickiness of sugar and acid-rich foods during convective drying: experiments and modelling. **Journal of Food Engineering**, v. 62, p. 53–68, 2004.
- AHMED, M.; AKTER, M. S.; EUN, J. Impact of α -amylase and maltodextrin on physicochemical, functional and antioxidant capacity of spray-dried purple sweet potato flour. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 90, p. 494–502, 2010.
- ALEXANDER, R. J. Maltodextrins: production, properties, and applications. In: SCHENCK, F. W.; HEBEDA, R. E. (Ed.). **Starch hydrolysis products: worldwide technology, production and applications**. New York: VCH Publishers, 1992.
- ANDERSON, R. A.; CONWAY, H. F.; PFEIFER, V. F.; GRIFFIN JR. E. L. Gelatinization of corn grits by roll-and extrusion-cooking. **Cereal Science Today**, v. 14, n. 1, p. 4-12, 1969.
- AOAC. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Washington: Ig W. Horwitz, 16ª ed., v. 2. 1997.
- AUGUSTO-RUIZ, W.; BONATO, S.; ARRIECHE, L.; RISSO, F. Caracterização da farinha pré- gelatinizada de arroz integral produzida a partir de grãos quebrados. **Revista de Ciências Exatas e Engenharias**, v. 13, n. 8, p. 12, 2003.
- AZEREDO, H. M. C.; PINTO, G. A. S.; BRITO, E. D.; AZEREDO, R. M. C. Alterações microbiológicas durante a estocagem. In: Azeredo, H. M. C. **Fundamentos de estabilidade de alimentos**. Fortaleza: Embrapa Agroindustrial Tropical, 2004. cap. 1, p.19-35.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). **Encapsulated and powdered foods**. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005. cap. 3, p. 39-71.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Planejamento e otimização de experimentos**. 2 ed. Campinas: Ed. UNICAMP, 1995.
- BEAUDRY, C., RAGHAVAN, G. S. V., RATTI, C., RENNIE, T. J. Effect of four drying methods on the quality of osmotically dehydrated cranberries. **Drying Technology**, v. 22, n. 3, p. 521-539, 2004.

- BELEIA, A.; BUTARELO, S. S.; SILVA, R. S. F. Modeling of starch gelatinization during cooking of cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Food Science and Technology**, v. 39, n. 4, p. 400-405, 2006.
- BERISTAIN, C. I., AZUARA, E., & VERNON-CARTER, E. J. Effect of water activity on the stability to oxidation of spray-dried encapsulated orange peel oil using mesquite gum (*Prosopis juliflora*) as wall material. **Journal of Food Science**, v. 67, p. 206–211, 2002.
- BHANDARI, B. R.; DATTA, N.; HOWES, T. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. **Drying Technology**, v. 15, n. 2, p. 671-684, 1997.
- BHANDARI, B. R.; HARTEL, R. W. **Phase transitions during food powder production and powder stability**. In: ONWULTAT, C. (Ed.). Encapsulated and powdered foods. Boca Raton: Taylor & Francis, 2005.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria Colegiada - RDC n.272, de 22 de setembro de 2005. Dispõe sobre o "Regulamento técnico para produtos de vegetais, produtos de frutas e cogumelos comestíveis". **Diário Oficial da União**, Brasília, 2005. 374p.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Atenção à Saúde. Departamento de Atenção Básica. Alimentos regionais brasileiros / Ministério da Saúde, Secretaria de Atenção à Saúde, Departamento de Atenção Básica. – 2. ed. **Ministério da Saúde**, Brasília, 2015. 484p.
- BRUNAUER, S.; EMMET, P.H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v.60, n.2, p.309-319, 1938.
- BÜCHI LABORTECHNIK AG. **Operation Manual Mini Spray Dryer B-290**. Version G, 2009.
- BUCK, R. P.; RONDININI, S.; COVINGTON, A. K.; BAUCKE, F. G. K.; BRETT, C. M. A.; CAMÕES, M. F.; MILTON, M. J. T.; MUSSINI, T.; NAUMANN, R.; PRATT, K. W.; SPITZER, P.; WILSON, G. S. Measurement of pH: Definition, Standards and Procedures, **Pure and Applied Chemistry**, v. 74, n. 11, p. 2169-2200, 2002.
- CAGNON, J. R.; CEREDA, M. P.; PANTAROTTO, S. In: Cd-rom. **Série: Cultura de tuberosas amiláceas latino-americanas**. v. 2. Cultura de tuberosas amiláceas latino-americanas. Fundação Cargill, São Paulo, Brasil, Ago/2002.
- CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420 – 428, 2005.
- 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, n. 1, p.135-148, 2012.
- CARLOS, L. A.; RESENDE, J. V.; CAL-VIDAL, J. Redução da higroscopicidade de pós liofilizados pela indução de cristalização em soluções: modelo de açúcares constituintes de frutas. **Brazilian Journal Food Technology**, Campinas, v. 8, n. 2, p. 163-173, 2005.
- CARVALHO, L. J. C. B.; ALMEIDA, J. D.; ANDERSON, J. V.; VIEIRA, E. A.; CHEN, S.; SOUZA, C. R. B.; FUHRMANN, E.; SILVA, J. P. Studies on variation of carotenoid-proteins content in cassava (*Manihot esculenta* Crantz) storage root

- reveal implications for breeding and the use of induced mutations. **Plant Mutation Reports**, v. 3, n. 1, p. 25-36, 2013.
- CHEGINI, R. G.; GHOBADIAN, B. Effect of spray-drying conditions on physical properties of orange juice powder. **Drying Technology**, v. 23, n. 3, p. 657-668, 2005.
- CHEGINI, R. G.; GHOBADIAN, B. Spray dryer parameters for fruit juice drying. **World Journal of Agricultural Science**, v. 3, n. 2, p. 230-236, 2007.
- CHEGINI, R. G.; KHAZAEI, J.; GHOBADIAN, B.; GOUDARZI, A. M. Prediction of process and product parameters in an orange juice spray dryer using artificial neural networks. **Journal of Food Engineering**, v. 84, n. 4, p. 534-543, 2008.
- CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H. A. Equations for fitting water sorption isotherms of foods: Part 1 - A review. **Journal of Food Technology**, v.13, n. 3, p.159-174, 1978.
- CHISTÉ, R. C.; COHEN, K. O.; OLIVEIRA, S. S. Estudo das propriedades físico-químicas do tucupi. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 3, p. 437-440, 2007.
- CHISTE, R.C.; COHEN, K. O. Teor de cianeto total e livre nas etapas de processamento do tucupi. **Revista Instituto Adolfo Lutz**, v. 70, n. 1, p. 41-46, 2011.
- CHIWONA-KARLTUN, L.; NYIRENDA, D.; MWANSA, C. N.; KONGOR, J. E.; BRIMER, L.; HAGGBLADE, S.; AFOAKWA, E. O. Farmer Preference, Utilization, and Biochemical Composition of Improved Cassava (*Manihot esculenta* Crantz) Varieties in Southeastern Africa. **Economic Botany**, v. 69, n. 1, p. 42-56, 2015.
- COELHO, G. L. V. Effects of high hydrostatic pressure on foods: physical chemistry features. **Revista universidade rural - Série ciências exatas e da terra**, v. 21, n. 1, p. 105-110, 2002.
- COHEN, K. O. **Quantificação de teores de compostos cianogênicos totais em produtos elaborados com raízes de mandioca/** por Kelly de Oliveira Cohen, Suzi Sarzi Oliveira e Renan Campos Chisté. – Belém, PA: Embrapa Amazônia Oriental, 2007. 23p.: il.; 21 cm. (Embrapa Amazônia Oriental. Documentos, 290).
- CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento/SGAS. Sistema de Informações Agropecuárias e de Abastecimento – Siagro/Conab. **Câmara Setorial da Cadeia Produtiva da Mandioca e Derivados: Conjuntura sobre Raiz, Farinha e Fécula de Mandioca**. Brasília – DF, julho de 2014.
- DAIUTO, E. R.; CEREDA, M. P. **Amido como suporte na desidratação por atomização e em microencapsulamento**. In: CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. (Cord). *Tecnologia, Usos e Potencialidades de Tuberosas Amiláceas Sul Americanas*. São Paulo: Fundação Cargill, v. 3, cap. 168, p. 449-473, 2003.
- DECAGON DEVICES. **Vapor Sorption Analyser: Operator's Manual**. Washington: Decagon Devices, 2015. 95p.
- DERRINGER, G; SUICH, R. Simultaneous optimization of several response variables. **Journal of Quality Technology**, v. 12, p. 214-219, 1980.
- DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients, **Drying Technology Journal**, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.
- DITTMANN, F. W.; COOK, E. M. Establishing the parameters for a Spray Drier. **Chemical Engineering**, v. 84, n. 2, p. 108-112, 1977.
- EMBRAPA. **Mandioca: A raiz do Brasil**. Embrapa Mandioca e Fruticultura. Cruz das Almas-BA, 2013.

FAO. **Cassava processing**. Prepared by Mr Grace. FAO Plant Production and Protection Series No. 3. Disponível em <<http://www.fao.org/docrep/x5032e/x5032E00.htm#Contents>>. Acesso em 03/04/2014.

FENNEMA, O.R. **Food chemistry**. 3° Ed., Marcel Dekker, Inc.: New York 1996.

FILKOVÁ, I.; MUJUMDAR, A. S. **Industrial spray drying systems**. In: Handbook of Industrial Drying. New York: Marcel Dekker, 1995.

FINNEY, J.; BUFFO, R.; REINECCIUS, G. A. Effect of type of atomization and processing temperatures on the physical properties and stability of spray-dried flavors. **Journal of Food Science**, v. 67, n. 3, p. 1108-1114, 2002.

FRANCK, H.; CHRISTIAN, M.; NOËL, A.; BRIGITTE, P.; HOUNHOUGAN, D.; JOSEPH, H. D.; CORNET, D.; NAGO C.; MATHURIN, N. C. Effects of cultivar and harvesting conditions (age, season) on the texture and taste of boiled cassava roots. **Food Chemistry**, v. 126, n.1, p.127-133, 2011.

FURUTA, T.; HAYASHI, H.; OHASHI, T. Some criterion of spray drier design for food liquid. **Drying Technology**, v. 12, n. 2, p. 151-177, 1994.

GEANKOPLIS, C. J. **Transport Processes and Unit Operations**. 3rd Ed. PTR – Prentice Hall, 1993.

GHARASALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; VOILLEY, C.O.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9, p. 1107-1121, 2007.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science and Technology**, v. 15, n. 7-8, p. 330-347, 2004.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G.; KAZAKIS, N. A. Influence of spray drying conditions on tomato powder properties. **Drying Technology**, v. 22, n. 5, p. 1129–1151, 2004.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Effect of maltodextrin addition during spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. Powder properties. **Drying Technology**, v. 26, n. 6, p. 726-737, 2008.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. A new technique for spray drying Orange juice concentrate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, n. 1, p. 342-351, 2010.

GRABOWSKI, J. A.; TRUONG, V. D.; DAUBERT, D. R. Spray drying of amylase hydrolyzed sweetpotato puree and physicochemical properties of powder. **Journal of Food Science**, v. 71, n. 5, p. E209–E217, 2006.

GROXKO, M. **Mandiocultura - Análise da Conjuntura Agropecuária**. DERAL - Departamento de Economia Rural. SEAB – Secretaria de Estado da Agricultura e do Abastecimento, 2012.

GUILLOIN, F.; CHAMP, M. Structural and physical properties of dietary fibres, and consequences of processing on human physiology. **Food Research International**, v. 33, n. 3-4, p. 233-245, 2000.

HELDMAN, D. R.; HARTEL, R. W. **Principles of Food Processing**. Chapman & Hall, p. 1-218, 2000.

HELDMAN, D. R.; LUND, D. B. **Handbook of Food Engineering**. 2nd ed. New York, USA. CRC Press. 2007.

- IBGE. Estatística da Produção Agrícola. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Produção Agrícola**, Belém-PA: IBGE, v. 26, n. 3, p. 1-86, 2015.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4 ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.
- JAMALI, A.; KOUHILA, M.; MOHAMED, L. A.; IDLIMAM, A.; LAMHARRAR, A. Moisture adsorption-desorption isotherms of citrus reticulata leaves at three temperatures. **Journal of Food Engineering**, v.77, p.71-78, 2006.
- JAYA, S.; DAS, H. A vacuum drying model for mango pulp. **Drying Technology**, v. 21, n. 7, p. 1215-1234, 2003.
- JAYA, S.; DAS, H. Glass transition and sticky point temperature and stability/ mobility diagram of fruits powder. **Food and Bioprocess Technology**, v. 2, n. 1, p. 1-7, 2009.
- JITTANIT, W.; NITI-ATT, S.; TECHANUNTACHIKUL, O. Study of spray drying of pineapple juice using maltodextrin as an adjunct. **Journal of Science**, v. 37, n. 3, p. 498-506, 2010.
- KHA, T. C.; NGUYEN, M. H.; ROACH, P. D. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. **Journal of Food Engineering**, v. 98, n. 3, p. 385-392, 2010.
- KOKSAL, T.; DIKBAS, F. Color stability of different materials against various staining agents. **Dent Materials Journal**, v.27, n. 1, p.139-144, 2008.
- KOMPANY, E.; BENCHIMOL, J.; ALLAF, K.; AINSEBA, B.; BOUVIER, J.M. Carrot dehydration for instant rehydration: dehydration kinetics and modeling. **Drying Technology**, v. 11, n. 3, p. 451-470, 1993.
- KHURI, A. I.; CORNELL, J. A. **Response surfaces: designs and analyses**, 2nd ed. New York: Marcel Dekker, 1996.
- LAWLESS, H. T.; HEYMANN, H. **Sensory Evaluation of Food**. Gaithersburg, Maryland: Aspen Publishers, 1999.
- LEÓN, K.; MERY, D.; PEDRESCHI, F.; LEÓN, J. Color measurement in L* a* b* units from RGB digital images. **Food Research International**, v. 39, p. 1084-1091, 2006.
- LUNA, A. T.; RODRIGUES, F. F. G.; COSTA, J. G. M.; PEREIRA, A. O. B. Estudo físico-químico, bromatológico e microbiológico de *Manihot esculenta* Crantz (mandioca). **Revista Interfaces: Saúde, Humanas e Tecnologia**, v. 1, n. 2, 2013.
- MAK, S. Y.; WONG, K. Y. The measurement of the surface tension by the method of direct pull. **American Journal Physics**, v. 58, n. 8, p. 791-792, 1990.
- MAROULIS, Z.B.; TSAMI, E.; MARINOSKOURIS, D. Application of the GAB model to the sorption isotherms for dried fruits. **Journal of Food Engineering**, v.7, n.1, p.63-70, 1988.
- MARQUES, G. R.; BORGES, S. V.; MENDONÇA, K. S.; FERNANDES, R. V. B.; MENEZES, E. G. T. Application of maltodextrin in green corn extract powder production. **Powder Technology**, v. 263, p. 89-95, 2014.
- MARZEC, A.; LEWICKI, P. P. Antiplasticization of cereal-based products by water. Part I. Extruded flat bread. **Journal. Food Engineering**, v. 73, p. 1-8, 2006.
- MASTERS, K. **Spray Drying Handbook**, 5th ed. Longman Group: Harlow, Essex, 1991.

- MESTRY, A. P.; MUJAMDAR, A. S.; THORAT, B. N. Optimization of Spray Drying of an Innovative Functional Food: Fermented Mixed Juice of Carrot and Watermelon. **Drying Technology**, v. 29, n. 10, p. 1-11, 2011.
- MEZZETE, T. F.; CARVALHO, C. R. L.; MORGANO, M. A.; DA SILVA, M. G.; PARRA, E. S. B.; GALERA, J. M. S. V.; VALLE, T. L. Seleção de clones-elite de mandioca de mesa visando as características agrônômicas, tecnológicas e químicas. **Bragantia**, v. 63, n. 3, p. 601-605, 2009.
- MINOLTA. **Precise color communication: color control from perception to instrumentation**. Japan: Minolta Co. Ltda, 1998.
- MÜHLEN, G. S.; MARTINS, P. S.; ANDO, A. Variabilidade genética de ecotipos de mandioca, avaliada por marcadores de DNA. **Scientia Agrícola**, v. 57, n. 02, p. 319-328, 2000.
- MURUGESAN, R.; ORSAT, V. Spray Drying for the Production of Nutraceutical Ingredients - A Review. **Food Bioprocess Technology**, v. 8, n. 5, p. 1-12, 2011.
- NATH, S.; SAPTHY, G. R. A systematic approach for investigation of spray drying processes. **Drying Technology**, v. 16, n. 6, p. 1173-1193, 1998.
- NELSON, D. L.; COX, M. **Lehninger – Princípios de Bioquímica**. 3ed. São Paulo: Sarvier, 2002.
- NUNES, L. S.; DUARTE, M. E. M.; MATA, M. E. R. M. C. Avaliação do comportamento higroscópico de amido de inhame. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 11, n. 2, p. 149-158, 2009.
- OBON, J. M.; CASTELLAR, M. R.; ALACID, M.; FERNÁNDEZ-LÓPEZ, J. A. Production of a red-purple food colorant from *Opuntia stricta* fruits by spray drying and its application in food model systems. **Journal of Food Engineering**, v. 90, n. 4, p. 471-479, 2009.
- OI, R. K.; MORAES JÚNIOR, D.; TAMBOURGI, E. B. Estudo de viabilidade para produção da farinha de banana verde em spray dryer. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 14, n. 4, p. 317-322, 2012.
- OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior and degree of caking of grugru palm (*Acrocomia aculeata*) powder. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 10, p. 2783-2789, 2012.
- PARAMITA, V.; IIDA, K.; YOSHII, H.; FURUTA, T. Effect of additives on the morphology of spray-dryer powder. **Drying Technology**, v. 28, n. 3, p. 323-329, 2010.
- PARTELLI, F. L.; RAMOS, J. G. A.; TAKEUCHI, K. P.; VIEIRA, H. D. **Cultivo da Mandioca no Cerrado Goiano**. Editora Vieira, Goiânia, 2010.
- PATEL, R. P.; PATEL, P. M.; SUTHAR, M. A. Spray drying technology: an overview. **Journal of Science and Technology**, v. 10, n. 2, p. 44-47, 2009.
- QUEK, Y. S.; CHOK, N. K.; SWEDLUND, P. The physicochemical properties of spray-dried watermelon powders. **Chemical Engineering and Processing**, v. 46, n. 5, p. 386-392, 2007.
- RASCON, M. P.; BERISTAIN, C.; GARCIA, H.; SALGADO, M. Carotenoid retention and storage stability of spray-dried encapsulated paprika oleoresin using gum Arabic and Soy protein isolate as wall materials. **Food Science and Technology**, v. 44, p. 549-557, 2011.

- ROCKLAND, L.B. Water activity and storage stability. **Food Technology**, v. 23, p.1241-51, 1969.
- ROCKLAND, L. B.; NISHI, S. K. Influence of water activity on food product quality and stability. **Food technology**, v. 59, p. 42144-46, 1980.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. **A guide to carotenoid analysis in food**. ILSI Press, Washington, 1999.
- RODRIGUEZ-AMAYA, D. B.;KIMURA, M. **Harvestplus Handbook for Carotenoid Analysis**. HarvestPlus Technical Monograph 2. Washington, DC and Cali: International Food Policy Research Institute (IFPRI) and International Center for Tropical Agriculture (CIAT), 2004.
- ROUSTAPOUR, O. R.; HOSSEINALIPOUR, M.; GHOBADIAN, B.; MOHAGHEGH, F.; AZAD, N. M. A proposed numerical-experimental method for drying kinetics in a spray dryer. **Journal of Food Engineering**, v. 90, n. 1, p. 20-26, 2009.
- SALWIN, H. Moisture levels required for stability in dehydrated foods. **Food Technology**, v.17, n.9, p.1114-1121, 1963.
- SCHER, C. F.; RIOS, A. O.; NOREÑA, C. P. Z. Hot air drying of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) and its effect on sugar concentrations. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 44, n. 11, p. 2169-2175, 2009.
- SHRESTHA, A. K.; UA-ARAK, T.; ADHIKARI, B. R.; HOWES, T.; BHANDARI, B. R. Glass transition behavior of spray dried orange juice powder measures by differential scanning calorimetry (DSC) and thermal mechanical compression test (TMCT). **International Journal of Food Properties**, v. 10, n. 3, p. 661–673, 2007.
- SINGH, H. B.; TABAZADEH, A.; EVANS, M. J.; FIELD, B. D.; JACOB, D. J.; SACHSE, G.; CRAWFORD, J. H.; SHETTER, R.; BRUNE, W. H. Oxygenated volatile organic chemicals in the oceans: Inferences and implications based on atmospheric observations and air-sea exchange models. **Geophysical Research Letters**, v. 30, n. 16, p. 1862, 2003.
- STATSOFT, INC. **STATISTICA for Windows [Computer program manual]**. Tulsa, OK 2004.
- TEUNOU, E., FITZPATRICK, J. J., SYNOTT, E. C. Characterisation of food powder flowability. **Journal of Food Engineering**, v. 39, n. 1, p. 31-37, 1999.
- TONELI, J. T. C. L.; PARK, K. J.; MURR, F. E. X.; NEGREIROS, A. A. Efeito da umidade sobre a microestrutura da inulina em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 1, p. 122-131, 2008.
- TONON, V. R.; BRABET, C.; HUBINGER, M. Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p. 411-418, 2008.
- TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 2, p. 444-450, 2009.
- TONON, V. R.; BRABET, C.; HUBINGER, M. Spray drying of acai juice: Effect of inlet temperature and type of carrier agent. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 35, n. 5, p. 691-700, 2011.

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

VALLE, T. L.; CARVALHO, C. R. L.; RAMOS, M. T. B.; MÜHLEN, G. S.; VILLELA, O. V. Conteúdo cianogênico em progênies de mandioca originadas do cruzamento de variedades mansas e bravas. **Bragantia**, v. 63, n. 2, p. 221-226, 2004.

VAN DEN BERG, C. **Engineering and foods**. Description of water activity of food engineering purposes by means of the GAB model of sorption. In: McKENNA B.M. (Ed). New York: Elsevier; 1984.

VIEIRA, E. A.; FIALHO, J. F.; SILVA, M. S.; FUKUDA, W. M. G.; FILHO, M. O. S. S. Comportamento de genótipos de mandioca de mesa no Distrito Federal. **Revista Ciência Agrônômica**, v. 40, n. 1, p. 113-122, 2009.

WOLF, F. G.; SANTOS, L. O. E.; PHILIPPI, P. C. Formação e dinâmica da interface líquido-vapor simulada pelo método Lattice-Boltzmann. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 28, n. 2, p. 167-175, 2006.

YANNIOTIS, S.; BLAHOVEC J. Model analysis of sorption isotherms. **Food Science and Technology**, v. 42, p. 1688–1695, 2009.

YOUSEFI, S.; EMAM-DJOMEH, Z.; MOUSAVI, M. S. Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum* L.). **Journal of Food Science and Technology**, v. 48, n. 6, p. 677-684, 2011.

APÊNDICE

APÊNDICE A – SUPERFÍCIES DE RESPOSTA E CURVAS DE NÍVEL PARA OS RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO DO TUCUPI EM PÓ OBTIDO EM *SPRAY DRYER*.

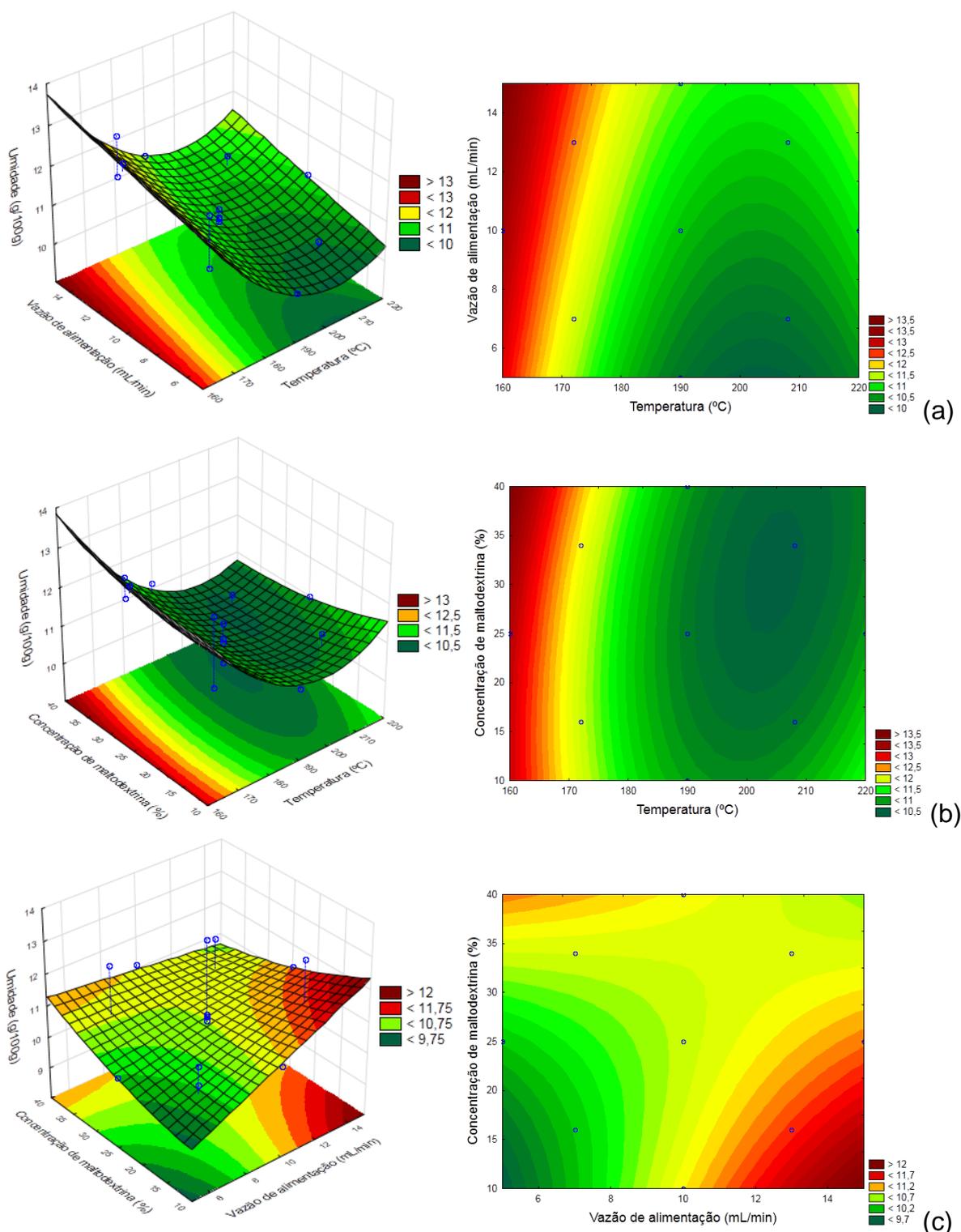


Figura 17. Superfícies de resposta e curvas de nível para a umidade do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).

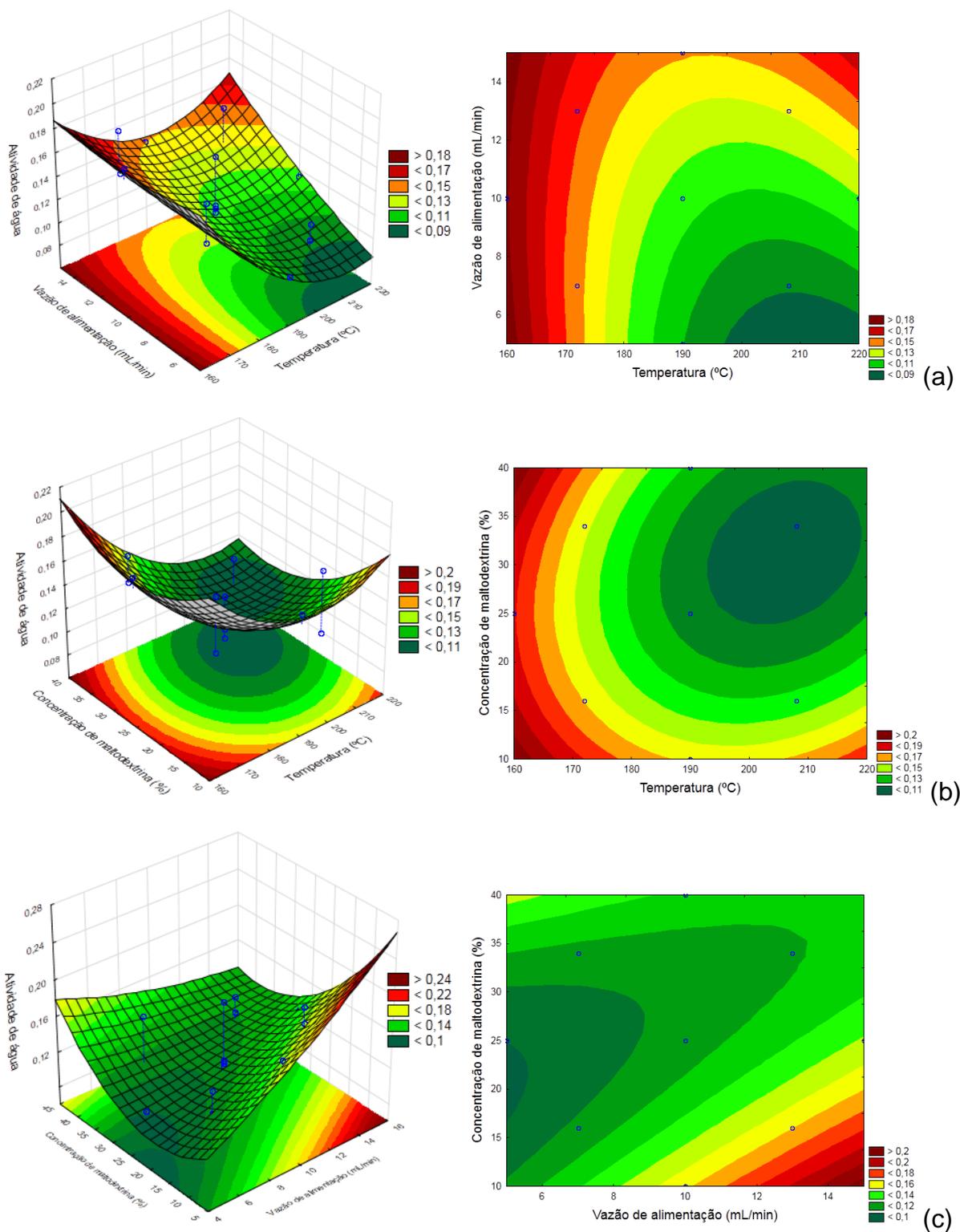


Figura 18. Superfícies de resposta e curvas de nível para a a_w do tucupi em pó, relacionando: (a) TV ($C = 25\%$), (b) TC ($V = 10 \text{ mL/min}$) e (c) VC ($T = 190^\circ\text{C}$).

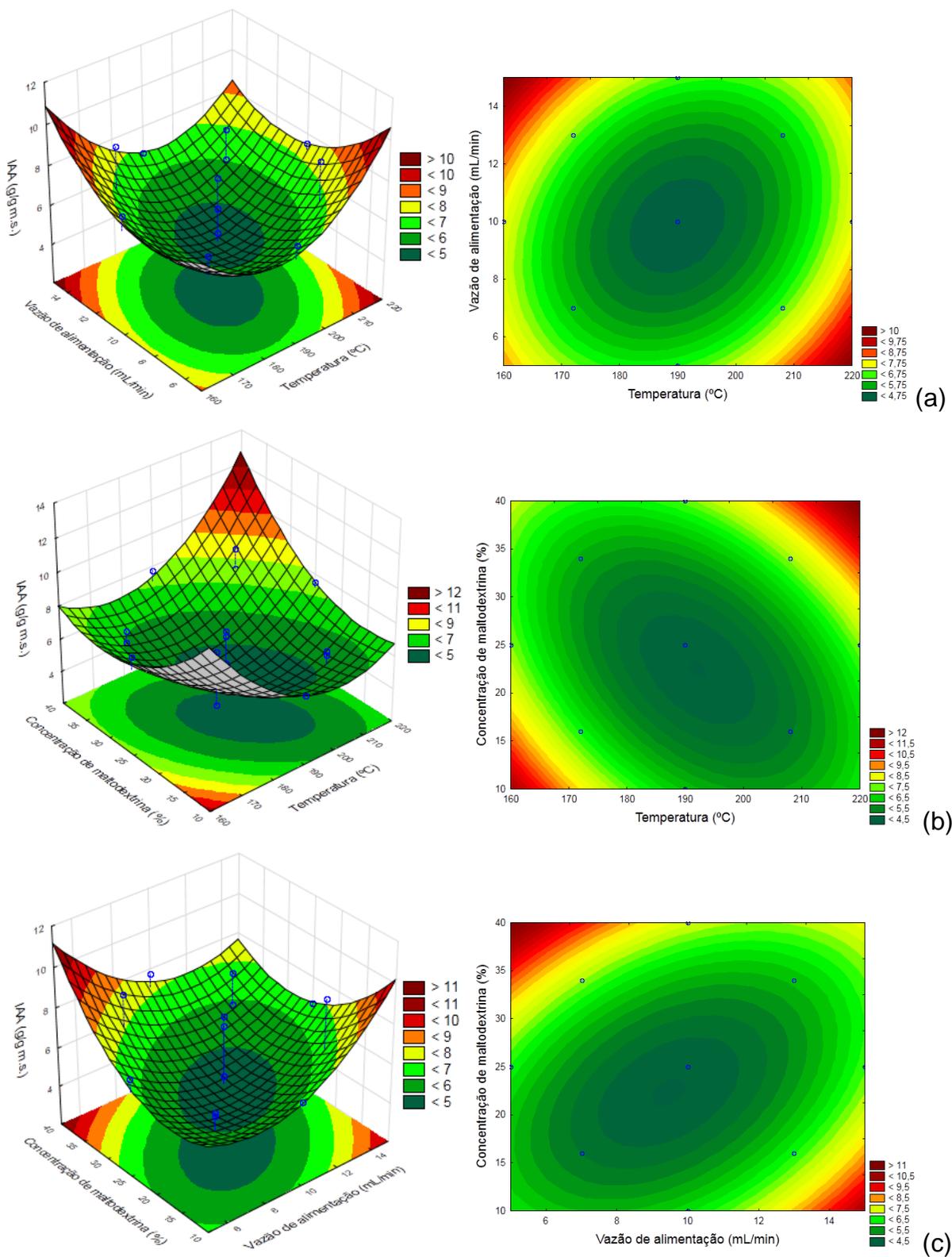


Figura 19. Superfícies de resposta e curvas de nível para o IAA do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).

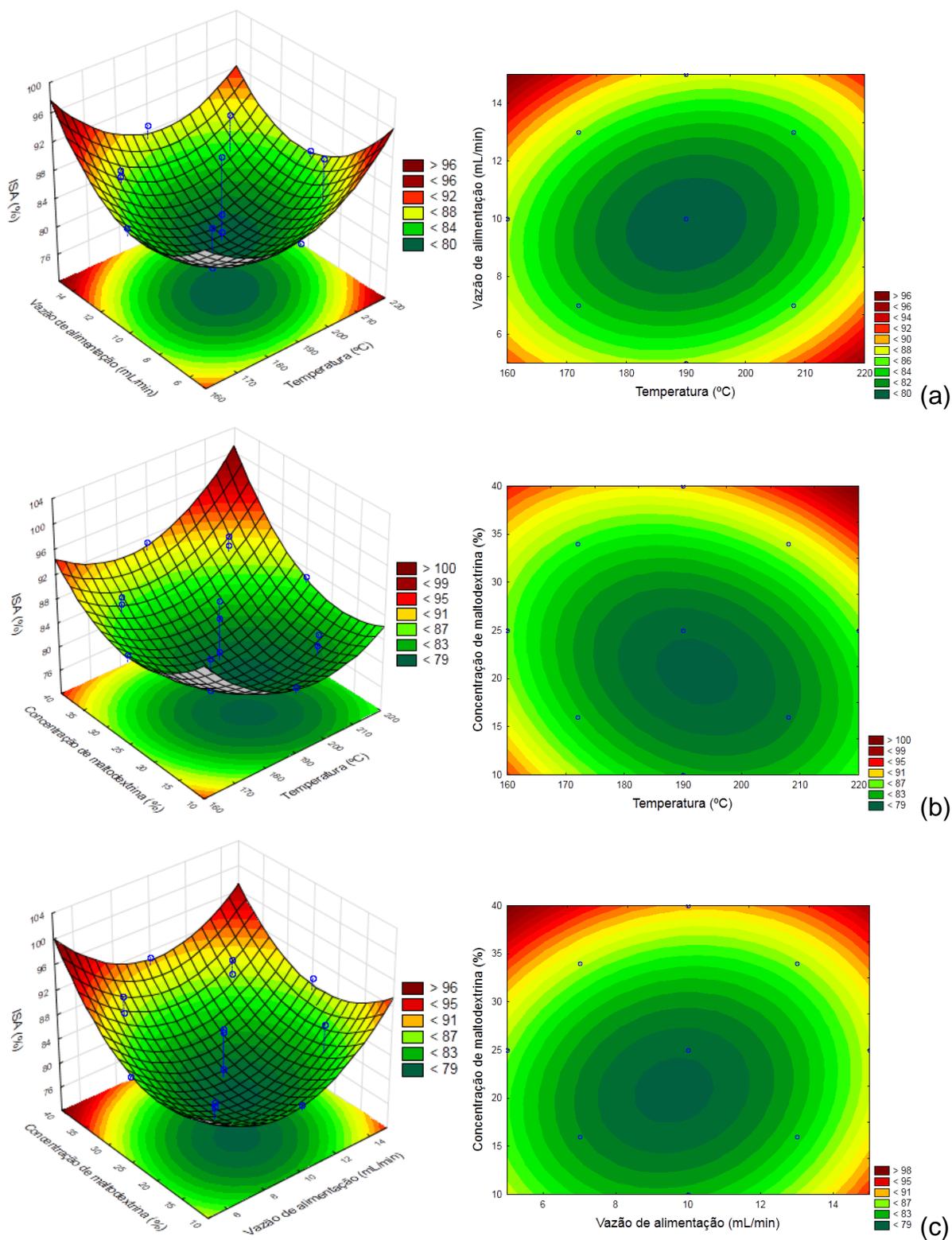


Figura 20. Superfícies de resposta e curvas de nível para o ISA do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/ min) e (c) VC (T = 190°C).

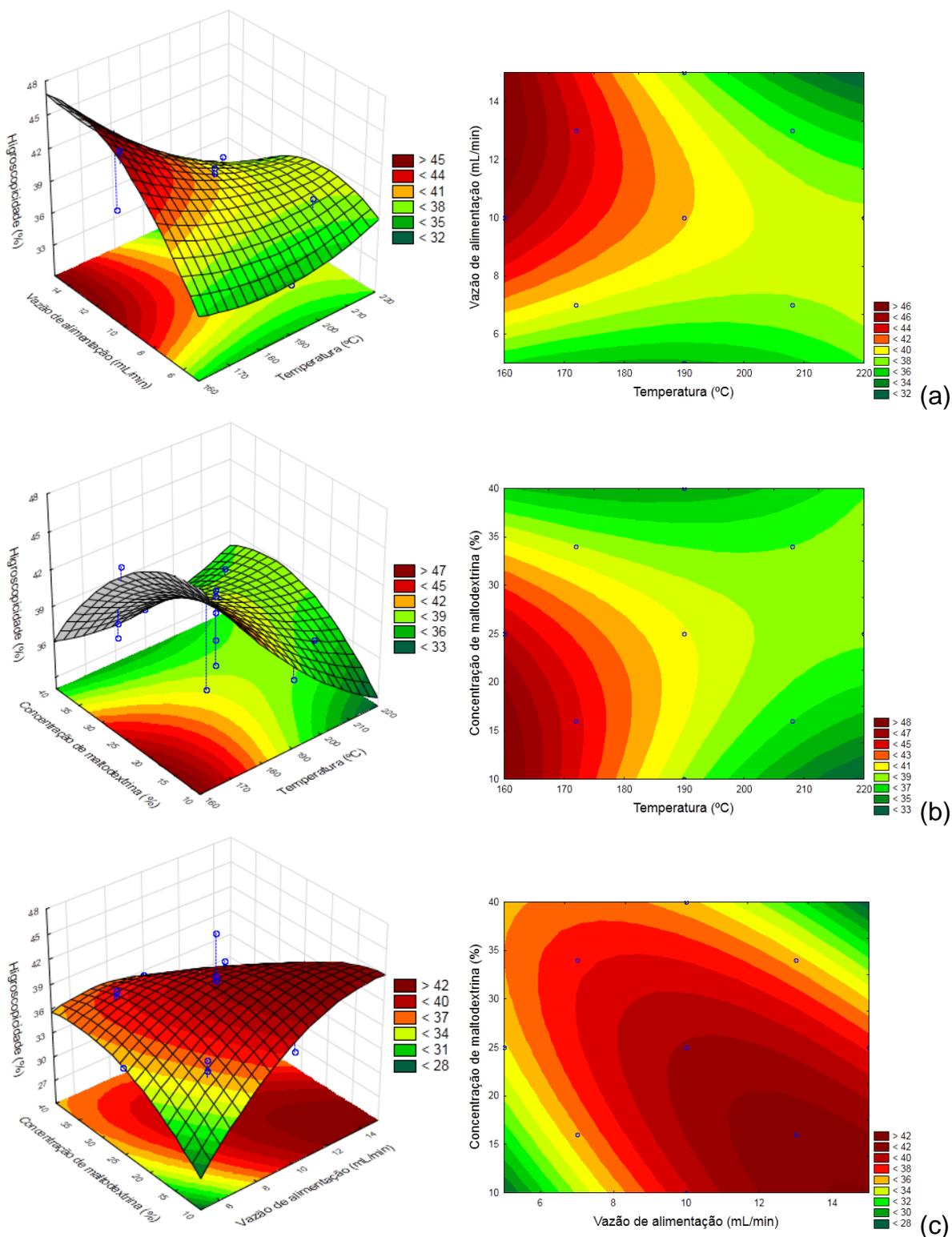


Figura 21. Superfícies de resposta e curvas de nível para higroscopicidade do tucupi em pó, relacionando: (a) TV ($C = 25\%$), (b) TC ($V = 10 \text{ mL/min}$) e (c) VC ($T = 190^\circ\text{C}$).

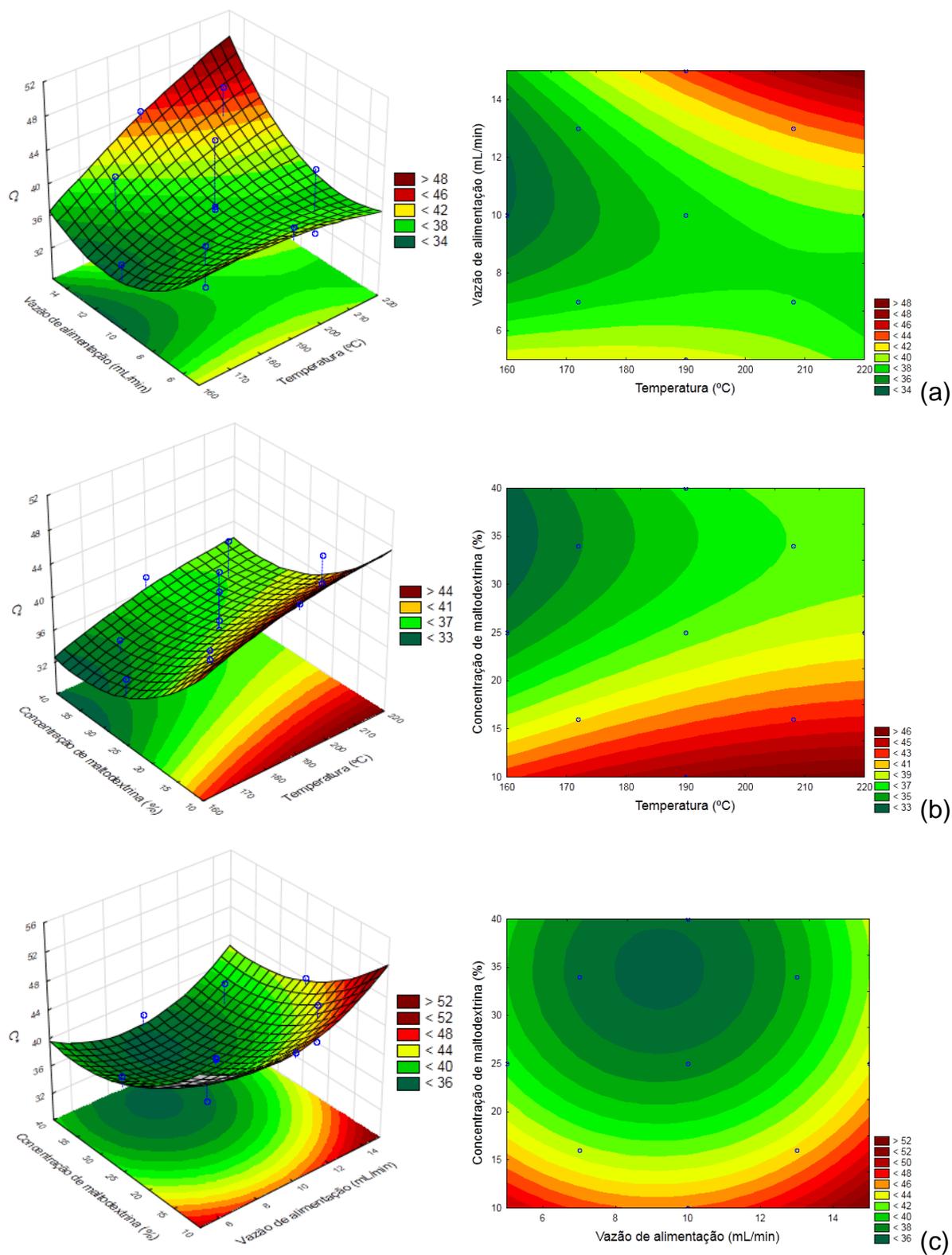


Figura 22. Superfícies de resposta e curvas de nível para o parâmetro de cor C^* do tucupi em pó, relacionando: (a) TV ($C = 25\%$), (b) TC ($V = 10$ mL/ min) e (c) VC ($T = 190^\circ\text{C}$).

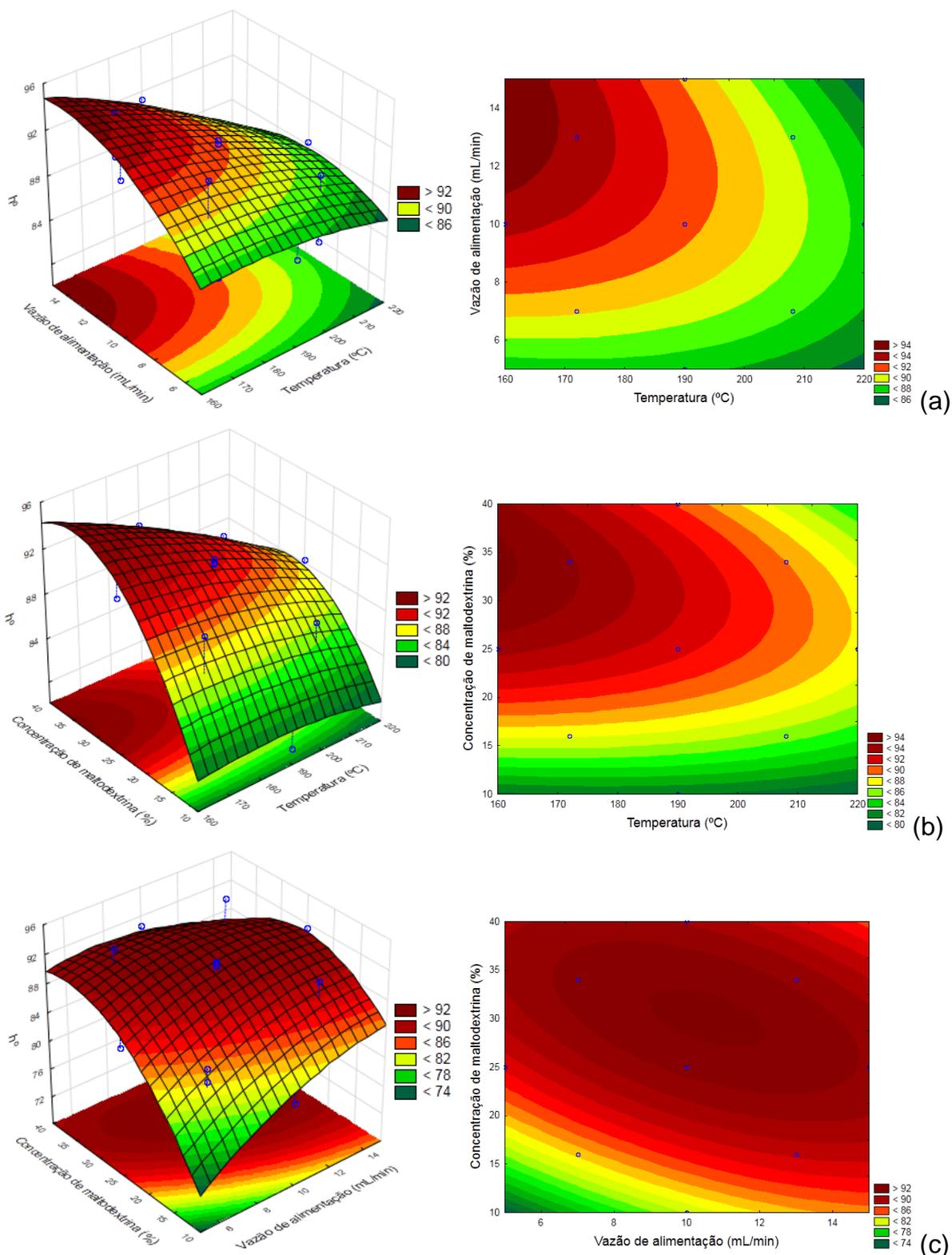


Figura 23. Superfícies de resposta e curvas de nível para o parâmetro de cor h^0 do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/min) e (c) VC (T = 190°C).

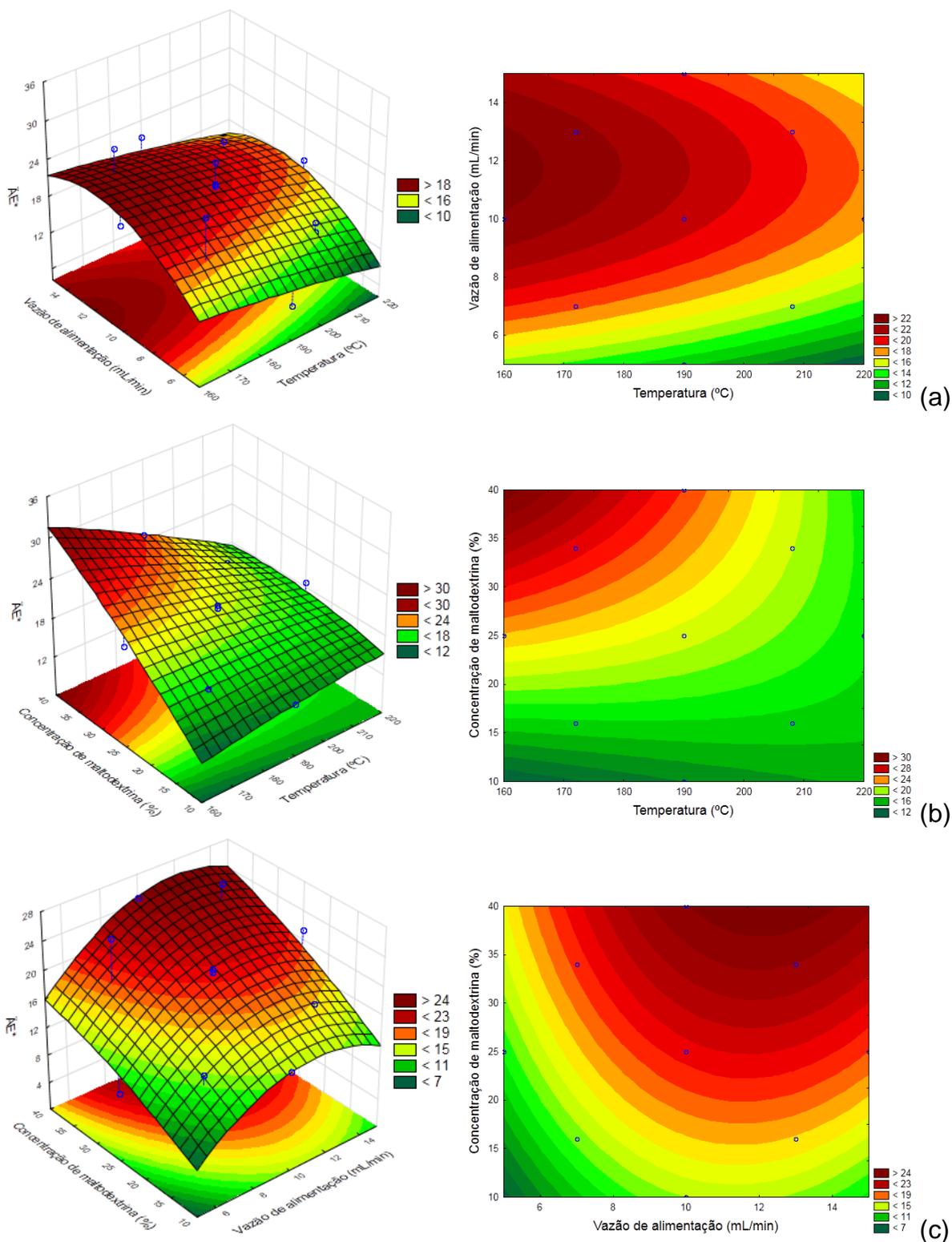


Figura 24. Superfícies de resposta e curvas de nível para o parâmetro de cor ΔE^* do tucupi em pó, relacionando: (a) TV (C = 25%), (b) TC (V = 10 mL/min) e (c) VC (T = 190°C).

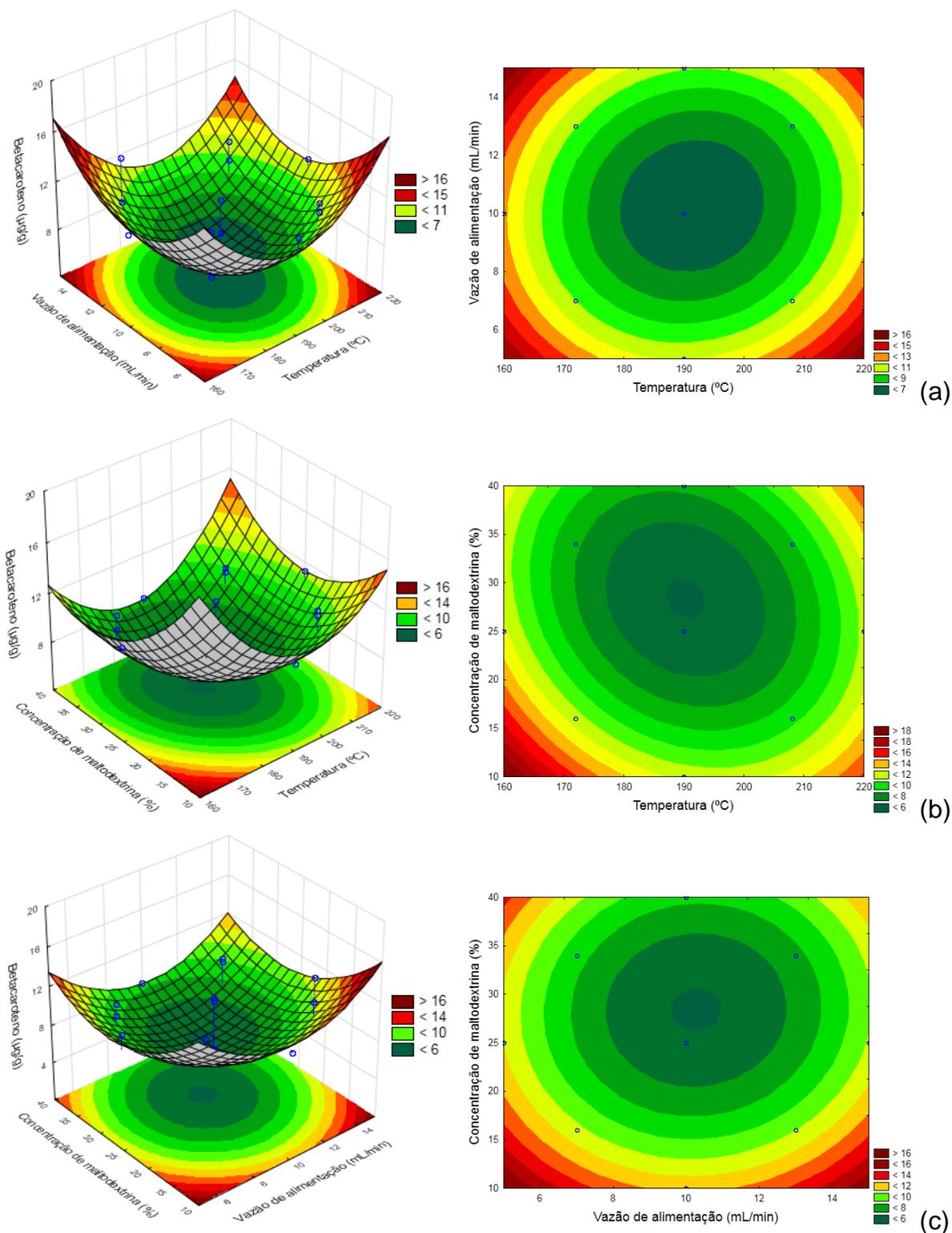


Figura 25. Superfícies de resposta e curvas de nível para o teor de β -caroteno do tucupi em pó, relacionando: (a) TV ($C = 25\%$), (b) TC ($V = 10$ mL/min) e (c) VC ($T = 190^\circ\text{C}$).