

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA POLITÉCNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA

MARIANA SCHINCARIOL PAES

**Desidratação do cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.): efeito do pré-tratamento osmótico sobre a secagem convectiva**

**São Paulo**

**2021**



MARIANA SCHINCARIOL PAES

**Desidratação do cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.): efeito do pré-tratamento osmótico sobre a secagem convectiva**

**Versão Corrigida**

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo pra a obtenção do título de Doutor em Ciências.

Área de concentração: Engenharia Química

Orientadora: Profa. Dra. Carmen Cecília Tadini

São Paulo

2021

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 25 de março de 2021



Autora: Mariana Schincariol Paes



Orientadora: Carmen Cecília Tadini

### Catlogação-na-publicação

Paes, Mariana Schincariol

Desidratação do cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg): efeito do pré tratamento sobre a secagem convectiva / M. S. Paes -- versão corr. -- São Paulo, 2021.

145 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Química.

1.Cambuci 2.Secagem 3.Isoterma 4.Sorbitol 5.Osmose I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Química II.t.

Nome: PAES, Mariana Schincariol

Título: Desidratação do cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.): efeito do pré-tratamento osmótico sobre a secagem convectiva.

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Doutor em Ciência.

Aprovado em: 09/03/2021

Banca examinadora

Profa. Dra. Camen Cecília Tadini

Instituição: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Julgamento: Aprovada

Prof. Dr. Pedro de Alcântara Pessoa Filho

Instituição: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Julgamento: Aprovada

Profa. Dra. Vânia Regina Nicoletti Telis

Instituição: Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho

Julgamento: Aprovada

Profa. Dra. Louise Emy Kurozawa

Instituição: Universidade Estadual de Campinas

Julgamento: Aprovada

Profa. Dra. Lívia Chaguri e Carvalho

Instituição: Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo

Julgamento: Aprovada



*Dedico o presente trabalho  
a minha filha, Gabriela, por toda  
a alegria, amor e transformação  
que trouxe à minha vida.*



## AGRADECIMENTOS

À professora Carmen pela oportunidade, orientação, compreensão e paciência.

Aos professores Pedro de Alcântara Pessôa Filho, José Luís de Paiva e Cristina Chiyoda Koshima pelas sugestões apresentadas na banca de qualificação, que foram importantes ao desenvolvimento do trabalho.

À Carla Ivonne La Fuente Arias e Bianca Cristine Marques pelas explicações e auxílios com o uso dos equipamentos (secador convectivo e VSA).

À professora Tatiana Matuda pela compreensão e flexibilidade nos agendamentos do VSA.

Aos alunos de graduação João Pedro Ferreira Del Pintor, Valentine Pocino Astigarraga e Ariane Sutecas da Costa pela importante participação na parte experimental, energia e vontade de aprender e, principalmente, por terem despertado em mim o interesse pela docência.

Aos funcionários da Labmaq Luciana, Cássio, Fábio e Eduardo pelo suporte com o secador.

Ao Gabriel Menezes do Instituto Auá pelo auxílio com o fornecimento de cambucis e doações.

À Ingredion e Corbion pelas doações de amostras de sorbitol e de lactato de cálcio.

À FAPESP e ao FoRC pelo suporte financeiro com o secador convectivo, banho termostático, VSA e DSC (Processos 2011/23599-0 e 2013/07914-8) e bolsa de iniciação científica (Processo 2016/18328-0).

Ao CNPq pela bolsa concedida (Processo: 141613/2016-5).

Ao professor Jorge, colegas e funcionários do LEA e do FoRC pelo companheirismo, conversas e ajuda.

Às amigas e lembranças maravilhosas que levarei comigo com muito carinho.

Aos meus pais que investiram em minha educação desde a infância e sempre me incentivaram a chegar mais longe dando todo o suporte possível.

Ao meu esposo que sempre me apoiou em minhas escolhas profissionais e me deu suporte e esteve presente com muita força.

À minha sogra por toda a ajuda com a Gabriela que viabilizou minha presença no laboratório em momentos mais difíceis.

À Deus por todas as bênçãos que colocou em minha vida e por ter iluminado minha mente para conseguir encontrar minha vocação: a pesquisa!



“Para ser grande, sê inteiro: nada  
Teu exagera ou exclui.  
Sê todo em cada coisa. Põe quanto és  
No mínimo que fazes.  
Assim em cada lago a lua toda  
Brilha, porque alta vive.”  
(PESSOA, 2011)



## RESUMO

PAES, Mariana Schincariol. Desidratação do cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.): efeito do pré-tratamento osmótico sobre a secagem convectiva. 2021. Tese (Doutorado em Ciências) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.

Neste trabalho, foi estudada a desidratação de cambuci, fruto nativo da Mata Atlântica rico em compostos bioativos e altamente perecível. Os frutos foram descascados, fatiados e submetidos ao pré-tratamento durante 6 h a 25 °C em soluções osmóticas binárias com sorbitol nas concentrações de (40, 50 e 60) g/100 g e ternárias com sorbitol e lactato de cálcio (LC) na concentração de 2 g/100 g. O tempo de desidratação e a concentração de sorbitol influenciaram significativamente todos os parâmetros físico-químicos avaliados e a adição de LC aumentou significativamente o pH ( $p < 0,05$ ). As maiores alterações ocorreram durante as duas primeiras horas e, após esse tempo, as fatias obtidas em solução binária com maior concentração de sorbitol apresentaram umidade de  $(0,888 \pm 0,116)$  g/g b.s., teor de sólidos solúveis de  $(47,6 \pm 1,5)$  °Brix, acidez titulável de  $(1,43 \pm 0,15)$  g/100 g, atividade de água ( $a_w$ ) de  $(0,887 \pm 0,011)$  e de pH  $(3,07 \pm 0,15)$ . O modelo de Peleg descreveu adequadamente a cinética de perda de umidade ( $NMC$ ) e o teor de sólidos solúveis ( $NSS$ ) normalizados. A difusividade efetiva da água ( $D_{eff}$ ) variou entre  $(1,00$  e  $1,42) \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s e não houve diferença significativa entre as condições estudadas ( $p > 0,05$ ). Com base nesses resultados, o pré-tratamento em solução osmótica com sorbitol a 60 g/100 g durante duas horas foi adotado para a etapa subsequente. Isotermas de sorção de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas foram obtidas a (40, 50 e 60) °C pelo método dinâmico (DDI) apresentaram histerese entre  $a_w$  0,3 e 0,9 e foram classificadas como tipo III. Houve efeito significativo da temperatura, pré-tratamento e umidade relativa ( $UR$ ) sobre a umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) obtida experimentalmente para valores de  $a_w$  de 0,2, 0,3 e 0,4 ( $p < 0,05$ ). Os modelos matemáticos BET, GAB e  $\zeta$  descreveram adequadamente os resultados. As curvas de secagem foram obtidas em um secador convectivo a (40, 50 e 60) °C com velocidade do ar a 4 m/s e 20 % de  $UR$ . Os modelos empíricos de Page, Henderson & Pabis, Midilli e Logarítmico descreveram adequadamente a cinética e foi identificada a predominância de mecanismos difusionais. Os valores de  $D_{eff}$  variaram entre  $(3,140$  e  $15,80) \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s e o pré-tratamento reduziu significativamente seu valor somente a 60 °C.

Palavras-chave: Cambuci. Secagem. Isoterma. Sorbitol. Osmose.



## ABSTRACT

PAES, Mariana Schincariol. Cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.) dehydration: osmotic pre-treatment effect on convective dehydration. 2021. Tese (Doutorado em Ciências) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.

In this work, the dehydration of cambuci, a native fruit from Brazilian Atlantic Forest that is rich in bioactive compounds and perishable, was studied. The fruits were peeled, sliced and submitted to a pre-treatment during 6 h at 25 °C in binary osmotic solution at three different concentrations, viz. (40, 50 e 60) g/100 g of sorbitol and ternary solutions with sorbitol and calcium lactate (CL) at 2 g/100 g. The physical-chemical parameters were significantly influenced by sorbitol concentration and dehydration time and the CL addition significantly increased the pH ( $p < 0.05$ ). The modifications were greater during the first two hours and the use of the binary osmotic solution at the highest concentration resulted in slices with moisture of  $(0.888 \pm 0.116)$  g/g d.b., soluble solids of  $(47.6 \pm 1.5)$  °Brix, titratable acidity of  $(1.43 \pm 0.15)$  g/100 g, water activity of  $(0.887 \pm 0.011)$  and pH of  $(3.07 \pm 0.15)$ . Peleg mathematical model adequately fitted the normalized moisture content (NMC) and soluble solids (NSS) kinetics. The water effective diffusion coefficient ( $D_{\text{eff}}$ ) ranged between  $(1.00 \text{ and } 1.42) \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s and no significant difference among the studied conditions was verified ( $p > 0.05$ ). Based on these results, the pre-treatment using osmotic solution with 60 g/100 g of sorbitol was select to the next steps. Sorption isotherms of *in natura* and pre-treated cambuci slices obtained at (40, 50 e 60) °C using dynamic method (DDI) and were classified as type III and presented hysteresis at water activity ( $a_w$ ) between 0.3 and 0.9. The equilibrium moisture content ( $X_{\text{eq}}$ ) was significantly affected by temperature, pre-treatment and relative humidity (RH) at  $a_w$  of 0.2, 0.3 and 0.4 ( $p < 0.05$ ). BET, GAB and  $\zeta$  mathematical models adequately fitted the data. The drying curves were obtained using a convective dryer at (40, 50 e 60) °C, air velocity of 4 m/s and RH of 20 %. Page, Henderson & Pabis, Midillu and Logaritmico mathematical models adequately fitted the curves and diffusional mechanisms were predominant. The  $D_{\text{eff}}$  ranged between  $(3.140 \text{ and } 15.80) \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>/s and the pre-treatment significantly reduced this value only at 60 °C.

Keywords: Cambuci. Dehydration. Isotherm. Sorbitol. Osmosis.



## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 3.1 - Cambuci ( <i>Campomanesia phaea</i> O. Berg.).....	31
Figura 3.2 – Tipos de isothermas descritos por Brunauer et al. (1940).....	52
Figura 4.1 – Montagem experimental do estudo preliminar da cinética de desidratação osmótica. .....	61
Figura 4.2 – Equipamento VSA (Vapor Sorption Analyser) utilizado para a produção de isothermas de sorção.....	66
Figura 4.3 – Amostra de cambuci inserida na cápsula antes do processo de sorção.....	67
Figura 4.4 – Equipamento de secagem convectiva Labmaq. ....	69
Figura 4.5 – Dispositivos do secador Labmaq. ....	70
Figura 4.6 – Disposição das fatias de cambuci na bandeja do secador. ....	71
Figura 4.7 – Representação da fatia de cambuci para determinação das condições de contorno. .....	72
Figura 5.1 - Interação significativa de dois fatores ( $p<0,05$ ) entre tempo ( $t$ ) e concentração de sorbitol observada para a umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h. ....	79
Figura 5.2 – Interações significativas ( $p<0,05$ ) entre dois fatores observadas para o teor de sólidos solúveis ( $SS$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h: (a) concentração de sorbitol e tempo ( $t$ ); (b) e entre agitação mecânica e concentração de sorbitol.....	80
Figura 5.3 – Variações de massa total ( $\Delta M_t^0$ ) em função das variações de sólidos totais ( $\Delta M_t^{st}$ ) e de água ( $\Delta M_t^w$ ), calculadas de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica em soluções com três diferentes concentrações de sorbitol e enriquecidas com lactato de cálcio (LC) ao longo de 6 h.....	81
Figura 5.4 - Interações observadas na umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p<0,05$ ). ....	90
Figura 5.5 - Interações observadas na atividade de água ( $a_w$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato	

de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).....	91
Figura 5.6 - Interações observadas no teor de sólidos solúveis (SS) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).....	92
Figura 5.7 - Interações observadas na acidez titulável (AT) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).....	93
Figura 5.8 - Interações observadas no pH de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).....	94
Figura 5.9 – Dados cinéticos e respectivas curvas obtidas do ajuste do modelo de Peleg para a umidade normalizada (NMC) (a) e para o teor de sólidos solúveis normalizado (NSS) (b) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica em soluções com três diferentes concentrações de sorbitol e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h. Diagramas de paridade em detalhe.....	95
Figura 5.10 – Dados cinéticos e respectivas curvas obtidas do ajuste do modelo difusivo de Fick para a perda de umidade (ML) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica em soluções com três diferentes concentrações de sorbitol e enriquecidas com LC ao longo de 6 h. Diagrama de paridade em detalhe. ....	98
Figura 5.11 – Isotermas de sorção de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g) obtidas pelo método DDI em diferentes temperaturas: (a) 40 °C; (b) 50 °C e (c) 60 °C.....	100
Figura 5.12 – Ampliação das isotermas de dessorção de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas em soluções osmóticas com sorbitol (60 g/100 g) obtidas pelo método DDI nas faixas de $a_w$ entre 0,6 e 0,9 para as seguintes temperaturas: (40, 50 e 60) °C.....	101
Figura 5.13 – Isotermas de sorção obtidas a 50 °C de fatias de cambuci pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g) pelos métodos DVS, que aguarda as condições de equilíbrio, e DDI, que é o método dinâmico. ....	103

Figura 5.14 – Interação significativa entre temperatura e pré-tratamento observada nos valores de $X_{eq}$ obtidos das isotermas de dessorção dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C de amostras de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g).....	104
Figura 5.15 – Isotermas de dessorção de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas obtidas em diferentes temperaturas pelo método DDI e respectivas curvas ajustadas pelos modelos BET, GAB e $\zeta$ : (a) <i>In natura</i> e T = 40 °C; (b) Pré-tratada e T = 40 °C; (c) <i>In natura</i> e T = 50 °C; (d) Pré-tratada e T = 50 °C; (e) <i>In natura</i> e T = 60 °C e (f) Pré-tratada e T = 60 °C.....	108
Figura 5.16 – Calor de sorção ( $\Delta H_s$ ) obtido para valores de $X_{eq}$ constante para amostras de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol.....	109
Figura 5.17 – Curvas de cinética de secagem de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol (60 g/100 g) submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m s <sup>-1</sup> e 20 % de UR.....	110
Figura 5.18 – Taxa de secagem ( $dX/dt$ ) de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m s <sup>-1</sup> e 20 % de UR.....	111
Figura 5.19 – Curvas obtidas do ajuste dos modelos matemáticos testados para descrever as cinéticas de secagem de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol: (a) <i>in natura</i> a T = 40 °C; (b) pré-tratadas a T = 40 °C; (c) <i>in natura</i> a T = 50 °C; (d) pré-tratadas a T = 50 °C; (e) <i>in natura</i> a T = 60 °C e (f) pré-tratadas a T = 60 °C.....	114
Figura 5.20 – Ilustração do procedimento adotado para separação dos dois períodos de taxas decrescentes observados em fatias de cambuci <i>in natura</i> desidratadas em secador convectivo a 40 °C, 20 % de UR e $v = 4$ m s <sup>-1</sup> .....	116
Figura 5.21 – Curvas obtidas do ajuste do modelo difusivo de Fick a partir dos dados experimentais de secagem de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, submetidas à secagem convectiva (4 m s <sup>-1</sup> e UR de 20 %) nas três temperaturas estudadas: (a) primeiro período da taxa decrescente de fatias <i>in natura</i> e (b) segundo período de taxa decrescente de fatias <i>in natura</i> e pré-tratadas. ....	118
Figura 5.22 – Termogramas DSC obtidos de amostras de cambuci <i>in natura</i> com umidade de (5,836 ± 0,171) g/ g (b.s.): (a) Termogramas completos das replicatas e (b) Ampliação da região da faixa de temperatura estudo para visualização da transição vítrea. ....	121
Figura A.1 – Distribuição dos resíduos obtida após a análise de variância aplicada aos resultados da (a) umidade (X) e (b) sólidos solúveis (SS) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica, ao longo de 6 h. ....	137

Figura B.1 – Distribuição dos resíduos obtida após a análise de variância aplicada aos resultados de análises físico-químicas de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio, ao longo de 6 h: (a) umidade ( $X$ ), (b) atividade de água ( $a_w$ ), (c) sólidos solúveis ( $SS$ ), (d) acidez titulável ( $AT$ ); (e) pH. .... 139

Figura C.1 – Distribuição dos resíduos determinada após a análise de variância dos resultados de umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) de fatias de fatias cambuci obtidas a partir de curvas de dessorção de isothermas dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C e em três diferentes umidades relativas (UR) com amostras *in natura* e pré-tratadas em soluções osmóticas com sorbitol (60 g/100 g).... 143

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Características físicas dos frutos do cambucizeiro.....	32
Tabela 3.2 – Valores de pH, teor de sólidos solúveis ( <i>SS</i> ), acidez titulável ( <i>AT</i> ) e <i>ratio</i> obtidos de cambucis nativos de Natividade da Serra-SP. ....	33
Tabela 3.3 - Composição centesimal do cambuci. ....	33
Tabela 3.4 – Quantificação de ácido ascórbico, açúcares solúveis e pectinas totais e solúveis em frutos de cambucizeiro.....	34
Tabela 3.5 - Composição mineral do fruto sem casca e maduro do cambucizeiro. ....	34
Tabela 3.6 - Compostos bioativos identificados em polpa de cambuci.....	35
Tabela 3.7 – Modelos empíricos utilizados para modelagem matemática da cinética de secagem convectiva.....	48
Tabela 4.1. Condições experimentais e identificação dos tratamentos empregados no estudo preliminar de desidratação osmótica de fatias de cambuci.....	62
Tabela 5.1 – Umidade ( <i>X</i> ), teor de sólidos solúveis ( <i>SS</i> ), pH, acidez titulável ( <i>AT</i> ) expressa como ácido cítrico e <i>ratio</i> ( <i>SS/AT</i> ) dos diferentes lotes de cambuci utilizados, de acordo com a safra.....	75
Tabela 5.2 – Umidade ( <i>X</i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h..	77
Tabela 5.3 – Sólidos solúveis ( <i>SS</i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h.....	78
Tabela 5.4 - Umidade ( <i>X</i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ( <i>LC</i> ) ao longo de 6 h.	82
Tabela 5.5 – Atividade de água ( <i>a<sub>w</sub></i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ( <i>LC</i> ) ao longo de 6 h. ....	83
Tabela 5.6 – Sólidos solúveis ( <i>SS</i> ) de fatias de cambuci submetidas à diferentes tratamentos de desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h. ....	84
Tabela 5.7 – Acidez titulável ( <i>AT</i> ) de fatias de cambuci submetidas à diferentes tratamentos de desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h. ....	86

Tabela 5.8 – pH de fatias de cambuci submetidas a diferentes tratamentos de desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h.....	87
Tabela 5.9 – pH das soluções osmóticas obtidas pela desidratação de fatias de cambuci submetidas a diferentes tratamentos com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h.....	88
Tabela 5.10 – Parâmetros do modelo de Peleg (1988) obtidos do ajuste dos dados experimentais da umidade normalizada ( <i>NMC</i> ) e do teor de sólidos solúveis normalizado ( <i>NSS</i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações e enriquecidas com lactato de cálcio (LC) ao longo de 6 h. ....	96
Tabela 5.11 - Difusividade efetiva da água ( $D_{eff}$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, calculada conforme Equação 4.13.....	97
Tabela 5.12 – Umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g), determinadas a partir de curvas de isothermas de dessorção dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C e em três diferentes umidades relativas ( <i>UR</i> ). .....	104
Tabela 5.13 – Parâmetros dos modelos ajustados de dados experimentais de isothermas de dessorção de cambuci (método DDI).....	106
Tabela 5.14 - Parâmetros obtidos do ajuste dos modelos empíricos testados para descrever a cinética de secagem de fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m s <sup>-1</sup> e 20 % de <i>UR</i> . .....	113
Tabela 5.15 – Difusividades efetivas da água ( $D_{eff}$ ) calculadas a partir do modelo difusivo de Fick com dados de cinética de secagem de fatias de cambuci <i>in natura</i> submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m/s e 20 % de <i>UR</i> . ....	117
Tabela 5.16– Estimativa do tempo de secagem com o modelo de Page para fatias de cambuci <i>in natura</i> e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol submetidas à diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m s <sup>-1</sup> e 20 % de <i>UR</i> .....	119
Tabela A.1 - Análise de variância aplicada aos valores da umidade ( <i>X</i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica, ao longo de 6 h.....	138

Tabela A.2 - Análise de variância aplicada aos valores de sólidos solúveis ( <i>SS</i> ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica, ao longo de 6 h.....	138
Tabela B.1 - Análise de variância aplicada aos valores de umidade ( <i>X</i> ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.....	140
Tabela B.2 - Análise de variância aplicada aos valores de atividade de água ( <i>a<sub>w</sub></i> ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h. ....	140
Tabela B.3 - Análise de variância aplicada aos valores de sólidos solúveis ( <i>SS</i> ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.....	141
Tabela B.4 - Análise de variância aplicada aos valores de acidez titulável ( <i>AT</i> ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.....	141
Tabela B.5 - Análise de variância aplicada aos valores de atividade de água ( <i>pH</i> ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h. ....	142
Tabela C.1 - Análise de variância feita para a comparação entre as umidades de equilíbrio ( <i>X<sub>eq</sub></i> ) de fatias de fatias cambuci obtidas a partir de curvas de dessecção de isoterma dinâmicas ( <i>DDI</i> ) a (40, 50 e 60) °C e em três diferentes umidades relativas ( <i>UR</i> ) com amostras <i>in natura</i> e pré-tratadas em soluções osmóticas com sorbitol (60 g/100).....	143



## LISTA DE SÍMBOLOS

$M$ = massa	[g]
$t$ = tempo	[h ou min]
$k_1$ = parâmetro de Peleg relacionado à taxa inicial de transferência de massa	[h(g/g)]
$k_2$ = parâmetro de Peleg relacionado às condições de equilíbrio	[g/g]
$i$ = número do termo da série expandida	[-]
$D_{\text{eff}}$ = difusividade efetiva da água	[m <sup>2</sup> /s]
$l$ = metade da espessura da fatia do fruto	[m]
$y$ = fração mássica na fase líquida (FLP)	[-]
$m$ = fração mássica	[-]
$MR$ = razão da umidade	[-]
$k$ = constante dos modelos de Page, Henderson & Pabis, Midilli e Logarítmico	[min <sup>-1</sup> ]
$n$ = constante dos modelos de Page e Midilli	[-]
$a$ = constante dos modelos de Henderson & Pabis, Midilli e Logarítmico	[-]
$b$ = constante do modelo de Midilli	[-]
$c$ = constante do modelo Logarítmico	[-]
$X$ = umidade (base seca)	[g/g]
$a_w$ = atividade de água	[-]
$C$ = constante de Guggenheim	[-]
$K$ = constante do modelo GAB	[-]
$z$ = constante do modelo $\zeta$	[-]
$AT$ = acidez titulável	[g/100 g]
pH = potencial hidrogeniônico	[-]
$NMC$ = umidade normalizada	[-]
$NSS$ = massa de sólidos solúveis normalizada	[-]
$F_0$ = taxa inicial de transferência de massa	[g/g h]
$SS$ = sólidos solúveis	[° Brix]
$x$ = posição da fatia do fruto	[m]
$ML$ = perda de água na fase líquida	[-]
$T$ = temperatura	[°C ou K]
$R$ = constante dos gases ideais	[J/mol K]
$Q_s$ = entalpia total	[J/mol]

$UR$  = umidade relativa [ % ]

### **Subscritos**

$t$  = tempo [ h ou min ]

$0$  = inicial [-]

eq = condições de equilíbrio [-]

$m$  = monocamada [-]

### **Sobrescritos**

$c$  = componente [-]

$w$  = água [-]

$ss$  = sólidos solúveis [-]

$st$  = sólidos totais [-]

$0$  = total [-]

### **Letras gregas**

$\zeta$  = constante de modelo de isoterma  $\zeta$  [-]

$\Delta H_S$  = calor isostérico de sorção [ J/mol ]

$\Delta_{\text{vap}}H$  = entalpia de vaporização da água [ J/mol ]

$\Delta M$  = variação de massa [ g ]

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	27
2. OBJETIVO .....	29
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	31
3.1. O Cambuci.....	31
3.2. Contexto econômico e desafios .....	36
3.3. Desidratação .....	37
3.3.1. Desidratação osmótica.....	39
3.3.1.1 Solução osmótica.....	40
3.3.1.2. Outras variáveis .....	42
3.3.1.3. Modelagem matemática.....	43
3.3.2. Secagem convectiva .....	46
3.3.2.1. Modelagem matemática.....	47
3.4. Isotermas de sorção .....	50
3.4.1. Modelagem matemática.....	53
3.5. Avaliação da qualidade.....	56
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	59
4.1. Cambuci.....	59
4.2. Análises físico-químicas.....	59
4.2.1. Umidade .....	59
4.2.2. pH e acidez titulável .....	60
4.2.3. Teor de sólidos solúveis .....	60
4.2.4. Atividade de água .....	60
4.3. Desidratação osmótica.....	60
4.3.1. Estudo preliminar .....	61
4.3.2. Enriquecimento da solução osmótica com lactato de cálcio .....	62
4.3.2.1. Balanços de massa.....	63
4.3.2.2. Modelagem matemática.....	64
4.4. Secagem convectiva .....	66
4.4.1. Isotermas de sorção .....	66
4.4.1.1. Modelagem matemática.....	68
4.4.2. Curvas de secagem .....	68
4.4.2.1. Modelagem matemática.....	71

4.3. Transição vítrea.....	72
4.4. Análise estatística dos resultados .....	73
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	75
5.1. Caracterização dos lotes de cambuci .....	75
5.2. Desidratação osmótica .....	76
5.2.1. Estudo preliminar .....	76
5.2.2. Enriquecimento da solução osmótica com lactato de cálcio.....	80
5.2.2.1. Análises físico-químicas .....	81
5.2.2.2. Modelagem matemática .....	94
5.3. Secagem convectiva.....	98
5.3.1. Isotermas de sorção.....	99
5.3.1.1. Umidade de equilíbrio.....	102
5.3.1.2. Modelagem matemática .....	105
5.3.2. Curvas de secagem.....	110
5.3.2.1. Modelagem matemática .....	112
5.3.2.2. Estimativa do tempo de secagem .....	119
5.4. Transição vítrea.....	120
6. CONCLUSÕES .....	123
7. CONTINUIDADE DO TRABALHO.....	124
REFERÊNCIAS.....	126
APÊNDICE A - Estudo preliminar de desidratação osmótica de fatias de cambuci.....	137
APÊNDICE B - Estudo de desidratação osmótica de fatias de cambuci - enriquecimento da solução osmótica com lactato de cálcio. ....	139
APÊNDICE C – Isotermas de sorção .....	143

## 1. INTRODUÇÃO

O Brasil possui seis biomas ricos em frutas e vegetais cujo potencial bioativo ainda é pouco conhecido. Um dos biomas é a Mata Atlântica, que engloba cerca de 35 % das espécies vegetais brasileiras (BRASIL, [s.d.]) com frutas nativas ricas em sabores e em nutrientes. Apesar do seu potencial de agregar valor à alimentação e à economia local de modo sustentável (CASTELUCCI, 2015), a exploração comercial é ainda restrita. Uma das espécies pertencentes a esse bioma é a *Campomanesia phae* O. Berg, popularmente conhecida como cambuci e que já esteve sob risco de extinção. Essa situação foi controlada com técnicas de cultivo agroecológico familiar organizado pela Rota do Cambuci, que é coordenada pela ONG Instituto Auá, e representa um modelo para outros vegetais que também possam estar sob a mesma situação de risco. O fruto de cambuci é utilizado para a produção de sucos, sorvetes, geleias e, devido ao seu sabor exótico e elevada acidez, também é utilizado para enriquecer o aroma de cachaças. Além de todo o potencial econômico, social e de recuperação da vegetação local, alguns estudos destacaram que os frutos de cambuci são ricos em compostos bioativos responsáveis pelo controle do nível glicêmico (GONÇALVES; LAJOLO; GENOVESE, 2010) e que também ajudam a regular os níveis de colesterol (DONADO-PESTANA et al., 2015).

Apesar de todo o cenário positivo apresentado, os frutos de cambuci são pouco conhecidos, uma vez que sua comercialização é restrita a locais próximos às áreas de cultivo. A maior dificuldade encontrada para sua comercialização é a sua perecibilidade que é resultado do alto teor de umidade em torno de 88,8 g/100 g (VALLILO et al., 2005). Dessa forma, torna-se necessário o congelamento do produto para que seja viável a comercialização onerando a cadeia logística.

Com base no cenário apresentado, foi visualizada a oportunidade da utilização de rotas tecnológicas alternativas que permitam obter frutos de cambuci com maior vida de prateleira. A desidratação é uma técnica a ser considerada, uma vez que, ao reduzir o teor de umidade, permite o aumento da vida de prateleira, a redução do volume, transporte e estocagem em temperatura ambiente. Porém, na desidratação o emprego de altas temperaturas pode resultar em perdas significativas das características nutricionais e sensoriais do fruto.

A desidratação osmótica é uma técnica interessante nesse sentido, pois consiste em imergir os produtos em soluções ricas em solutos que conferem um gradiente de potencial químico entre os frutos e a sua vizinhança e, com isso, a água pode ser removida em temperatura ambiente, e conseqüentemente com redução do consumo de energia. A escolha da solução osmótica utilizada é importante, pois as características químicas das moléculas influenciam a

eficiência do processo, bem como a incorporação do soluto na matriz sólida dos frutos influencia a qualidade final do produto. No caso dos frutos de cambuci, é importante que seja considerada a escolha de solutos que possam ser consumidos por portadores de *diabetes mellitus* devido a todo o potencial nutricional já mencionado.

A desidratação osmótica é considerada um pré-tratamento, uma vez que permite a remoção de cerca de (40 a 70) g de água para cada 100 g de produto inicial (RAOULT-WACK, 1994), o que não é suficiente para a obtenção de produtos com estabilidade desejável. Por isso, torna-se necessária a utilização de sua combinação com outras técnicas de desidratação, tal como a secagem convectiva.

Além do uso de temperatura branda, a desidratação osmótica tem como vantagem causar alterações físicas e químicas na fruta que permitem adotar condições amenas e redução do consumo energético na próxima etapa de processamento. A incorporação de solutos pode também trazer benefícios sensoriais e aumento de estabilidade e, conseqüentemente, melhor qualidade ao produto desidratado final.

A proposta desse trabalho foi aplicar técnicas de desidratação osmótica e convectiva em fatias de frutos de cambuci de forma a compreender o impacto do pré-tratamento na etapa de secagem convectiva.

## 2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi aplicar técnicas de desidratação osmótica e convectiva em fatias de frutos de cambuci como alternativa à obtenção de um produto mais estável, que permita o aumento da vida de prateleira e também o transporte e armazenamento a temperatura ambiente. Para atingir o objetivo, os seguintes estudos foram realizados:

- ✓ Desidratação osmótica de fatias de frutos de cambuci com solutos não-calóricos que possam ser consumidos por portadores de *diabetes mellitus*. Foram estudados diferentes solutos em diferentes concentrações e as condições de equilíbrio termodinâmico foram definidas por modelagem matemática. Foram levantadas curvas de cinética de perda de umidade, atividade de água, teor de sólidos solúveis, acidez titulável e pH;
- ✓ Estudo das isotermas de sorção (dessorção e adsorção) de fatias de cambuci *in natura* e previamente tratadas com o soluto que resultou em melhor desempenho em termos de remoção de água, com o objetivo de auxiliar na determinação das variáveis de estudo adotadas na secagem convectiva;
- ✓ Secagem convectiva de fatias de frutos de cambuci *in natura* e previamente tratadas em processo de desidratação osmótica com o soluto que resultou em melhor desempenho em termos de remoção de água. Nessa etapa foram estudadas diferentes condições de temperatura e mantidas constantes a UR e velocidade do ar de secagem.



### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Serão apresentadas nas próximas seções informações obtidas na literatura científica sobre o fruto cambuci, assim como desidratação osmótica, isotermas, secagem convectiva e modelagem matemática dos processos.

#### 3.1. O Cambuci

O cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.) é uma das espécies vegetais nativas da Mata Atlântica pertencente à família Myrtacea. A árvore de cambuci, ou cambucizeiro, é uma planta que pode chegar a até 10 m de altura. Suas folhas apresentam o formato elíptico oblongo e lanceolado e variam entre (4 e 10) cm de comprimento e entre (2,0 e 3,3) cm de largura. A floração do cambucizeiro ocorre entre os meses de setembro e fevereiro e a frutificação ocorre entre os meses de fevereiro e abril. Apresenta frutos comestíveis de coloração verde e formato ovóide-romboidal (Figura 3.1), que podem variar entre (4 e 6) cm de diâmetro e entre (3,5 e 4,5) cm de comprimento. Cada fruto pode apresentar entre (1 e 4) sementes com 8 mm de comprimento (KAWASAKI; LANDRUM, 1997).

Figura 3.1 - Cambuci (*Campomanesia phaea* O. Berg.)



Fonte: Bagetti (2014).

Azevedo et al. (2016) classificaram os frutos em três tamanhos: pequenos, médios e grandes e as características físicas dos frutos médios estão apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Características físicas dos frutos do cambucizeiro.

<b>Características</b>	<b>Valores médios</b>
Massa [g]	50,7 ± 7,9
Altura [mm]	42 ± 4,0
Diâmetro [mm]	60 ± 6
Firmeza [kgf cm <sup>-2</sup> ]	0,4 ± 0,2

\*Número total de frutos avaliados: 20

Fonte: Azevedo et al. (2016)

Os frutos maduros são carnosos, suculentos e de coloração verde. Devido à ausência de mudança de coloração durante o processo de amadurecimento, os produtores realizam a colheita após a abscisão natural. A firmeza dos frutos reduz à medida que o fruto amadurece e os melhores parâmetros para avaliar a maturação são a firmeza e o arredondamento das quinás. A razão entre sólidos solúveis e acidez (*ratio*) pode ser utilizada para definir diferentes estágios de maturação. Há indícios de que se trata de um fruto não-climatérico, porém são necessários mais estudos para ser feita essa definição (AZEVEDO et al., 2016).

Do ponto de vista organoléptico, os frutos são tão ácidos quanto limões (DONADO-PESTANA et al., 2018) e apresentam considerável adstringência (KAWASAKI; LANDRUM, 1997) decorrente do elevado teor de taninos (AZEVEDO et al., 2016), o que dificulta seu consumo *in natura* e, por isso, são muito utilizados pela população local para a produção de sucos, geléias, sorvetes e licores devido seu aroma agradável (VALLILO et al., 2005).

Tokairin et al. (2018) quantificaram alguns parâmetros físico-químicos de 59 acessos de cambucis de uma mesma colheita, nativos de Natividade da Serra-SP, cujos resultados estão apresentados na Tabela 3.2. Dentre os parâmetros analisados, o pH apresentou menor variação (CV) e os valores obtidos estão entre 2,39 e 2,83. Por outro lado, foram observadas grandes variações de sólidos solúveis e acidez titulável, cujos valores estão entre (5,1 e 11,0) °Brix e (1,29 e 2,90) g ácido cítrico/100 g, respectivamente. Essas variações impactam o valor do *ratio* que é um indicativo do nível de dulçor e, em algumas frutas, está relacionado à sua maturação. Os autores concluíram que há grandes variações dos parâmetros físico-químicos mesmo dentro de uma mesma colheita, uma vez que o cultivo de cambuci ainda não foi tecnificado.

Tabela 3.2 – Valores de pH, teor de sólidos solúveis (SS), acidez titulável (AT) e *ratio* obtidos de cambucis nativos de Natividade da Serra-SP.

	<b>pH</b>	<b>SS [°Brix]</b>	<b>AT [g/100 g]</b>	<b><i>ratio</i></b>
<b>Média</b>	2,54	8,60	1,93	4,62
<b>Desvio-Padrão</b>	0,09	1,35	0,37	1,10
<b>CV [%]</b>	3,73	15,68	19,02	23,94

Fonte: Tokairin et al. (2018).

Azevedo et al. (2016) mostraram que há variação do pH e da acidez do fruto em função do tamanho, sendo que frutos menores apresentaram menor acidez do que os grandes e médios.

A composição centesimal do cambuci está na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Composição centesimal do cambuci.

<b>Componentes</b>	<b>Concentração [g/100 g]</b>
Umidade	88,8 ± 0,2
Carboidratos totais*	5,00 ± 0,03
Fibras	4,00 ± 0,08
Lipídios	1,53 ± 0,09
Proteínas	0,44 ± 0,04
Cinzas	0,23 ± 0,01

\*Calculado por diferença.

Fonte: Vallilo et al. (2005).

Conforme pode ser verificado na Tabela 3.3, a água é o componente majoritário do cambuci, sendo que esse valor corresponde a 7,93 g/g (base seca), seguida pelos carboidratos totais e fibras.

Os componentes ácido ascórbico, açúcares solúveis, pectinas totais e pectinas solúveis foram quantificados por Tokairin (2017) em frutos oriundos de Salesópolis nas safras de 2014 e 2015 e estão apresentados na Tabela 3.4. Conforme pode ser observado, os teores de ácido ascórbico obtidos são maiores do que observado por Vallilo et al. (2005): (33 ± 1) mg/100 g. Azevedo et al. (2016) não conseguiram identificar esse componente e afirmaram que isso foi decorrente do método utilizado (HPLC), uma vez que os picos observados se sobrepuseram com os de outros ácidos orgânicos. Também é possível observar expressivos valores de açúcares solúveis e de pectina.

Tabela 3.4 – Quantificação de ácido ascórbico, açúcares solúveis e pectinas totais e solúveis em frutos de cambucizeiro.

<b>Componentes</b>	<b>2014</b>	<b>2015</b>
Ácido ascórbico [mg/100 g]	47,74 ± 1,86	64,98 ± 11,44
Açúcares solúveis [g glicose/100 g]	4,79 ± 0,87	5,88 ± 0,22
Pectinas totais [mg ác. galacturônico/100 g]	620,12 ± 20,95	1058,17 ± 45,03
Pectinas solúveis [mg ác. galacturônico/100 g]	190,86 ± 12,15	263,35 ± 42,79

Fonte: Tokairin (2017).

Azevedo et al. (2016) verificaram grande variação da composição mineral de frutos de cambucizeiros oriundos de diferentes regiões, como mostrada na Tabela 3.5. De forma geral, os minerais presentes em maior abundância nos frutos foram sódio, ferro, potássio, zinco e manganês.

Tabela 3.5 - Composição mineral do fruto sem casca e maduro do cambucizeiro.

<b>Minerais</b>	<b>Concentração [µg/g]</b>
Sódio (Na)	252 - 609
Ferro (Fe)	190 - 320
Potássio (K)	82 - 114
Zinco (Zn)	70 - 100
Boro (B)	57 - 87
Manganês (Mn)	20 - 130
Cobre (Cu)	20 - 50
Nitrogênio (N)	10 - 37
Magnésio (Mn)	6 - 10
Fósforo (P)	5 - 8
Enxofre (S)	5 - 7
Cálcio (Ca)	1 - 5

Fonte: Azevedo et al. (2016).

Os frutos de cambucizeiros apresentam grande potencial de fornecimento de compostos bioativos e sua capacidade antioxidante é maior do que a do morango, amora, goiaba e romã (AZEVEDO et al., 2016). Segundo Donado-Pestana et al. (2015), os frutos são ricos em compostos fenólicos dos grupos de elagitaninos e proantocianidinas que apresentam ação anti-inflamatória.

Produtos de origem natural apresentam grande variabilidade no teor dos compostos fenólicos em função da localização da plantação, estado de maturação, tipo de solo e manejo durante o cultivo. Azevedo et al. (2016) estudaram frutos oriundos de Mogi das Cruzes,

Paraibuna, Paranapiacaba e Rio Grande da Serra e observaram que há grande variabilidade dos frutos colhidos. Ao avaliarem seis diferentes estágios de maturação, concluíram que o conteúdo de compostos fenólicos e, conseqüentemente, a capacidade antioxidante, são reduzidos conforme o fruto amadurece. Por isso é difícil comparar a composição dos compostos bioativos de diferentes estudos.

Gonçalves, Lajolo e Genovese (2010) identificaram e quantificaram os compostos bioativos de polpas congeladas de cambuci adquiridas do Sítio do Bello em Paraibuna-SP. Os resultados estão apresentados na Tabela 3.6.

Tabela 3.6 - Compostos bioativos identificados em polpa de cambuci.

Grupo	Compostos bioativos	Concentração [mg/100 g]
Flavonóis	Quercetina	21,6 ± 0,3
	Kaempferol	0,4 ± 0,1
Antocianinas	Ácido elágico livre	2,5 ± 0,1
	Ácido elágico total	240 ± 15

Fonte: Gonçalves, Lajolo e Genovese (2010).

Conforme pode ser observado, o composto kaempferol apresentou baixa concentração assim como o ácido elágico livre. É esperado que em frutos haja baixa concentração de ácido elágico livre, sendo que sua detecção é feita em decorrência da quebra dos elagitaninos após a hidrólise ácida dos extratos. Os autores também realizaram estudos *in vitro* e verificaram alta eficiência de compostos fenólicos para as atividades inibitórias de  $\alpha$ -amilase e  $\alpha$ -glucosidase, que são enzimas que atuam na hidrólise de carboidratos. A inibição dessas enzimas resulta no controle glicêmico ao reduzir picos de glicose pós-prandial e, por isso, o consumo de cambuci pode trazer benefícios ao controle de *diabetes mellitus* tipo 2 (DONADO-PESTANA et al., 2015). Também observaram alta atividade antioxidante pelo método DPPH.

Donado-Pestana et al. (2015) estudaram o uso de extrato com compostos fenólicos do cambuci em ensaios *in vivo* na dieta de cobaias e seu efeito sobre a proteção contra doenças decorrentes de uma alimentação rica em açúcares e gorduras. Para isso, foram testados extratos com duas diferentes dosagens de compostos fenólicos do cambuci. Verificou-se que o extrato de maior dosagem aumentou os níveis de HDL no plasma sanguíneo e reduziu o LDL. Além disso, também foi observado que os fenólicos do cambuci protegeram as cobaias de intolerância à glicose e de inflamações do tecido adiposo.

Cerca de 347 milhões de pessoas sofrem de diabetes ao redor do mundo, sendo que o tipo 2 é o mais comum e abrange cerca de 90 % dos casos. Trata-se de uma doença silenciosa

que causa diversas complicações à saúde, tais como cegueira, necessidade de amputações e também falência renal. Há previsão de que próximo a 2030 a sétima maior causa de mortes no mundo seja em decorrência do diabetes (WHO, 2016) e a alimentação é um fator importante para o controle de diabetes tipo 2. Com isso, os frutos de cambucizeiros são produtos interessantes que podem trazer benefícios ao controle dessa doença.

### **3.2. Contexto econômico e desafios**

A produção anual de cambuci é de, aproximadamente, 300 tons (AZEVEDO et al., 2016) e o cultivo e a comercialização do cambuci no estado de São Paulo são incentivados pela Rota do Cambuci, cujo principal objetivo é a conservação da planta aliada ao desenvolvimento local sustentável conforme princípios agroecológicos. Essa iniciativa é de extrema importância, uma vez que o cambuci está na lista internacional de espécies ameaçadas de extinção e tal modelo de conservação pode ser uma referência para resgatar outras frutas da Mata Atlântica (SEMINÁRIO AGROECOLÓGICO DA CULTURA DO CAMBUCI, 2015).

O cambuci é cultivado por pequenos produtores e o arranjo produtivo coordenado pela Rota do Cambuci busca uni-los em núcleos de processamento e de comercialização do fruto. Estão mapeados 149 produtores distribuídos em 13 municípios, sendo que, em 2016, apenas cerca de 20 estavam associados ao arranjo produtivo e, em 2015, foram adquiridos desses produtores aproximadamente 8,6 toneladas da fruta, o que mostra um grande potencial de ampliação da comercialização com os demais produtores. Algumas dificuldades são enfrentadas pelos produtores de cambuci, tais como questões relacionadas à irrigação, à produção de mudas, à adubação, à polinização, aos aspectos fitossanitários, ao aproveitamento da safra devido à falta de planejamento e falta de local de armazenamento.

Outros desafios enfrentados pelos produtores estão relacionados ao beneficiamento e à ampliação da capacidade de estocagem do fruto, uma vez que sua vida de prateleira é curta (SEMINÁRIO AGROECOLÓGICO DA CULTURA DO CAMBUCI, 2015). Tokairin (2017) estudou o armazenamento dos frutos de cambucizeiros a (5, 10 e 22) °C e concluiu que, após 4 dias, os frutos armazenados a 22 °C sofreram deterioração e os frutos armazenados nas temperaturas mais baixas resistiram no máximo 9 dias. Por isso é necessário que os frutos, assim que colhidos, sejam selecionados, higienizados e congelados a – 20 °C para que haja condições de comercialização.

O estudo de rotas tecnológicas que permitam o aumento da vida de prateleira do cambuci sem a necessidade do uso de refrigeração podem tornar o produto mais interessante comercialmente, já que a cadeia logística de produtos congelados é mais complexa e onerosa.

Com o objetivo de aumentar a vida de prateleira pós-colheita, Castelucci (2015) estudou o efeito da radiação gama e da pasteurização sobre as propriedades bioativas de algumas polpas de frutas brasileiras, dentre elas a de cambuci. As polpas foram submetidas a diferentes níveis de radiação gama e também foram pasteurizadas. Foi verificado que os níveis de radiação gama utilizados não evitaram a perda de compostos bioativos.

Poucos estudos foram realizados com o objetivo de aumentar a vida de prateleira do cambuci de maneira a manter seus compostos bioativos presentes e, por isso, há oportunidade de viabilizar processos que garantam maior estabilidade ao produto.

Frutas e vegetais contêm em torno de 80 g/100 g de água, o que lhes confere alta perecibilidade e torna necessário a aplicação de técnicas de conservação com o intuito de mitigar perdas do produto por deterioração. Além disso, o uso de técnicas para a melhor conservação das frutas aumenta a conveniência deste tipo de produto, uma vez que seu consumo não estará mais restrito somente aos períodos de safra e também poderá alcançar mais pessoas que terão a dieta enriquecida (DAS GUPTA; JAYARAMAN, 2006).

Apesar de toda a abundância e da riqueza nutricional de frutas nativas brasileiras, há dificuldade em agregar valor a esses produtos de forma a tornar o seu consumo mais acessível à população que não está em contato direto com a fruta *in natura*.

### **3.3. Desidratação**

A desidratação é um dos processos mais antigos utilizados para o aumento da estabilidade de alimentos (RATTI, 2019). Seu princípio é baseado na remoção de água com a aplicação de uma força motriz que permite a redução da atividade de água do produto e, consequentemente, reduz as taxas de reações de degradação e desenvolvimento microbológico (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010).

A desidratação dos alimentos permite redução do volume, armazenamento em condições de temperatura ambiente e minimização dos custos com transporte, embalagem e estocagem (DAS GUPTA; JAYARAMAN, 2006 e OKOS et al., 2006) . Quando corretamente embalados, produtos desidratados podem ter a vida de prateleira aumentada em até um ano (RATTI; MUJUMDAR, 2004).

As frutas são alimentos com alto teor de umidade inicial, sensíveis a altos níveis de temperatura que podem ocasionar perda de sabor, textura, cor e valor nutricional devido às perdas de vitaminas, minerais e de outros compostos bioativos (JAYARAMAN; DAS GUPTA, 2006).

Além de modificações relacionadas à qualidade nutricional e sensorial, a remoção de água em tecidos vegetais pode causar danos estruturais tais como desnaturação de proteínas e perda de turgor e fluidez de membranas (AGUILERA; CHIRALT; FITO, 2003).

Uma vez que processos de desidratação apresentam uma forte contribuição ao consumo energético da indústria e representam 15 % do total gasto (KHAN et al., 2017), torna-se necessário buscar tecnologias que permitam obter a melhor relação custo/benefício e um dos maiores desafios é promover o aumento da taxa de secagem (AGUILERA; CHIRALT; FITO, 2003).

A secagem solar é o método mais tradicional e ainda utilizado para a secagem de grãos, por exemplo. Há também inúmeras outras tecnologias já consolidadas que podem ser aplicadas na desidratação de frutas. Dentre elas tem-se equipamentos para produzir particulados como atomizadores, mais conhecidos como “spray dryers” e leitos fluidizados (OKOS et al., 2006). Produtos em pedaços podem ser obtidos por secadores em bandejas que podem utilizar vácuo e liofilizadores, por exemplo. Também há secadores do tipo tambor que são geralmente utilizados para secar purês (RATTI; MUJUMDAR, 2004).

Algumas tecnologias podem ser associadas aos tradicionais processos de secagem de forma a aumentar as taxas de secagem no processo subsequente e também promover melhorias na qualidade do produto final. Reações indesejáveis como escurecimento enzimático e redução de compostos bioativos podem também ser minimizados com o emprego dessas tecnologias.

Tecnologias emergentes como aquecimento ôhmico, micro-ondas, ultrassom e radio frequência têm sido estudadas como alternativas ao tradicional branqueamento que utiliza vapor ou água aquecida.

A desidratação osmótica é um processo empregado como pré-tratamento e destaca-se pela possibilidade de incorporar ao produto solutos que permitem melhorar a qualidade ou que podem até mesmo facilitar os processos que serão adotados na sequência. É o pré-tratamento mais utilizado antes da secagem por micro-ondas, pois a remoção da água e incorporação de solutos altera as propriedades dielétricas (SUN; ZHANG; MUJUMDAR, 2019).

### 3.3.1. Desidratação osmótica

O processo de desidratação osmótica consiste na remoção de água de alimentos inteiros ou em pedaços devido à diferença de potencial químico entre a fase líquida da amostra e a solução osmótica. É possível retirar cerca de (40 a 70) g de água a cada 100 g de produto inicial. Por não envolver mudança de fase, há economia de recursos energéticos. Também é possível obter produtos com melhores características sensoriais, já que o uso de baixas temperaturas permite reduzir alguns danos tais como perda de nutrientes, de sabor e de cor (LEWICKI; LENART, 2014).

Em termos práticos, o processo consiste em imergir o alimento em uma solução hipertônica e, assim, são criados três fluxos de transferência de massa: remoção da água do alimento para a solução osmótica, transferência do soluto da solução osmótica para o alimento e também perda de alguns componentes solúveis do alimento para a solução osmótica, tais como sais minerais, vitaminas, ácidos orgânicos e açúcares. O terceiro fluxo ocorre em pequena quantidade quando comparado ao primeiro e ao segundo (RAOULT-WACK, 1994).

Além de ajudar a aumentar a estabilidade, a transferência de solutos da solução osmótica para o alimento permite desenvolver produtos com características diferenciadas em termos sensoriais e nutricionais (LEWICKI; LENART, 2014).

Do ponto de vista termodinâmico, a diferença de pressão osmótica entre o alimento e a solução é a força motriz necessária para o processo de osmose (AHMED; QAZI; JAMAL, 2016). Em condições isotérmicas, o potencial químico é determinado em função da concentração e da pressão, sendo que o aumento da concentração da solução reduz o potencial químico do solvente, que também pode ser representado em termos de atividade de água (LEWICKI; LENART, 2014). O sistema entra em equilíbrio quando os potenciais químicos se igualam e, em condições isotérmicas, poderá ser alcançado tanto com mudanças de concentração quanto de pressão (SANDLER, 2006).

A pressão osmótica está relacionada à massa molar do soluto, sendo que quanto menor a massa molar, maior será a pressão osmótica. Eletrólitos apresentam maior pressão osmótica do que não-eletrólitos, uma vez que cada íon influencia o potencial químico do solvente (LEWICKI; LENART, 2014).

Porém, um dos maiores desafios da utilização da desidratação osmótica em escala industrial é a utilização de grandes volumes da solução osmótica e a necessidade de manejo do seu resíduo (CIURZYNSKA et al., 2016), sendo a sua reutilização uma das alternativas para solucionar essa questão. Entretanto, é necessário garantir a segurança microbiológica com a

adoção de práticas de APPCC (Análise de Perigos e de Pontos Críticos de Controle) (DALLA; GIROUX, 2001).

Apesar de todos os benefícios apresentados anteriormente, o processo de osmose não é suficiente para reduzir a atividade de água dos alimentos para níveis que inibam a proliferação de micro-organismos, o que torna necessário utilizá-lo junto com outros processos, tais como congelamento, pasteurização ou secagem convectiva (LEWICKI; LENART, 2014) e, para obter maior eficiência, é importante garantir que as condições utilizadas proporcionem os efeitos desejados aos produto final.

Dessa forma, torna-se necessário estudar com cuidado as variáveis envolvidas sendo que, por ser responsável pela força motriz do processo, a escolha adequada da solução osmótica é de grande relevância.

### **3.3.1.1 Solução osmótica**

Os solutos utilizados para compor a solução osmótica de alimentos devem ter grau alimentício e boa aceitação sensorial, serem inertes aos demais componentes do produto e apresentar alta capacidade como agente osmótico, alta solubilidade em água e baixo custo (DIONELLO et al., 2007; LEWICKI; LENART, 2014).

Há diversos solutos que podem ser selecionados, sendo que a escolha dependerá daquilo que se deseja obter como produto final. Dentre os possíveis solutos, destacam-se: glicose, xarope de milho, cloreto de sódio, frutose e sacarose (AHMED; QAZI; JAMAL, 2016). Entretanto, quando deseja-se desenvolver produtos que possam ser consumidos por diabéticos, a escolha do soluto torna-se ainda mais criteriosa.

Os polióis, por exemplo, são carboidratos que passaram por processo de redução química e são utilizados pela indústria como componentes de produtos com apelo não-cariogênico e como substitutos de açúcar em produtos consumidos por diabéticos. Ao desenvolver produtos que contenham polióis na formulação, deve-se ter o cuidado com as dosagens, uma vez que quando consumidos em altas quantidades apresentam efeito laxativo (SOMOGYI, 2004). Polióis de baixo peso molecular são melhores redutores de atividade de água do que os de maior peso molecular. Já a temperatura tem pequena influência na mudança da atividade de água desses compostos (NINNI; CAMARGO; MEIRELLES, 2000).

Cichowska et al. (2018) estudaram a desidratação osmótica de maçãs com diferentes soluções de polióis e verificaram que o eritritol e o xilitol foram mais eficientes do que a sacarose. Soluções osmóticas mais concentradas e com solutos de menores massas moleculares

resultaram em maiores perdas de água devido ao aumento do gradiente de pressão osmótica. As principais mudanças em relação ao teor de água ocorreram durante as primeiras 3 h.

O sorbitol ( $C_6H_{14}O_6$ ) é um poliol que pode ser encontrado naturalmente em algumas frutas, tais como pêssegos, peras, cerejas, maçãs e ameixas (SOMOGYI, 2004) e é classificado como um aditivo alimentar pelo Codex Alimentarius (FAO, 2019). Apresenta valor energético de 10,9 kJ/g e é utilizado em frutas para reter as características originais durante o envelhecimento que ocorre até chegar ao consumidor final ou para conferir textura e outros atributos interessantes ao produto (SOMOGYI, 2004). A massa molar do sorbitol é 182,17 g mol<sup>-1</sup> e a atividade de água da solução aquosa a 25 °C medida experimentalmente foi 0,997, 0,897 e 0,843 para concentrações de (5, 50 e 60) g/100 g, respectivamente (NINNI; CAMARGO; MEIRELLES, 2000).

Alguns estudos utilizaram sorbitol como soluto em processos de desidratação osmótica. Brochier, Marczak e Noreña (2015) estudaram a desidratação osmótica de yacón, uma raiz típica da região dos Andes, utilizando os seguintes solutos: glicerol, sorbitol, maltodextrina e polidextrose. O glicerol e o sorbitol possibilitaram maior incorporação de solutos no produto e remoção de água, que ocorreu principalmente nas primeiras duas horas de processo. Dentre os solutos estudados, somente a maltodextrina não conferiu resultados satisfatórios tanto na remoção de água quando na incorporação de solutos ao produto.

O uso de soluções osmóticas com maiores concentrações de sorbitol (60 g/100 g) resultaram em maior remoção de água e ganho de sólidos em bananas verdes (CHAGURI et al., 2016), nectarinas (RODRÍGUEZ et al., 2012) e ameixas (RODRÍGUEZ et al., 2017) devido ao maior gradiente de pressão conferido em relação às soluções de menores concentrações: (40 e 50) g/100 g. Nos três trabalhos os autores observaram que essas variações foram maiores no início do processo, sendo que, no caso da banana verde, o equilíbrio foi estabelecido após 4 h. Os coeficientes de difusividade efetivo da água calculados pela Lei de Fick variaram entre (1,61 a 5,43)×10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>/s, (0,13 a 13,7)×10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>/s e (1,13 a 4,71)×10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>/s para banana verde, nectarina e ameixa, respectivamente.

Sais de cálcio podem ser adicionados à solução osmótica com o objetivo de enriquecer nutricionalmente o produto, aumentar a firmeza e reduzir danos estruturais causados ao longo do processo de desidratação osmótica. A adição de lactato de cálcio à solução osmótica permitiu o aumento da firmeza de melão (FERRARI et al., 2010), maçã (ALANDES et al., 2006) e goiaba (PEREIRA et al., 2007). As propriedades de transporte também são alteradas pela adição de sais de cálcio e foi observado aumento da taxa inicial de remoção de água na

desidratação osmótica de maçã com solução de sacarose adicionada de lactato de cálcio (TAPPI et al., 2017).

Silva, Fernandes e Mauro (2014) verificaram que a adição de lactato de cálcio em soluções de sacarose aumentou significativamente a perda de água durante o processo de desidratação osmótica de abacaxi e o efeito oposto foi observado em relação à incorporação de sólidos solúveis. Os autores também observaram que houve perda de massa durante todo o processo e atribuíram esse fato à maior taxa de remoção de água em relação à incorporação de sólidos solúveis, o que ocorre em tecidos que apresentam as membranas preservadas devido à permeabilidade seletiva de moléculas menores como a água. A redução da incorporação de sacarose devido à adição de lactato de cálcio foi atribuída à formação de pectato de cálcio que ocorre em decorrência de reações entre as enzimas e a pectina presente na fruta quando entram em contato com íons cálcio e reforçam as paredes celulares.

Mauro et al. (2016) também observaram que a adição de lactato de cálcio em solução de sacarose permite aumentar a eficiência da desidratação osmótica de maçãs. devido ao aumento da remoção de água e restrição da incorporação de sólidos solúveis.

### **3.3.1.2. Outras variáveis**

Apesar de contribuírem com o aumento da força motriz, soluções osmóticas com altas concentrações de solutos podem dificultar o processo de transferência de massa por apresentarem alta viscosidade e formarem um filme ao redor da fruta. Como forma de mitigar essa questão pode ser necessário o uso de agitação. Entretanto, deve ser tomado cuidado para não ocorrerem danos às amostras (RAMYA; JAIN, 2016).

Por outro lado, o uso de agitação também pode ser importante em soluções com baixas concentrações de soluto. Um estudo sobre desidratação osmótica de castanhas mostrou que o uso de agitação em soluções de glicerol de menor concentração (25 g/100 g) permite remover mais água das amostras do que o mesmo processo realizado em condições estáticas devido ao efeito hidrodinâmico que passa a ter maior influência do que a força motriz proporcionada pela solução osmótica (MOREIRA et al., 2007).

Pacheco-Angulo et al. (2016) estudaram o efeito da agitação da solução osmótica a 190 rpm durante a desidratação de cenouras em solução osmótica com 10 g/100 g de NaCl a 40 °C. Os autores concluíram que as taxas de transferência de massa em condições de convecção natural ou com agitação são praticamente iguais e, por isso, o efeito da agitação foi considerado desprezível.

Além da composição e agitação da solução osmótica, outros fatores como tamanho e geometria da amostra, razão entre fruta e solução osmótica (F/S), tempo, pressão e temperatura de processo também influenciam o processo de transferência de massa.

A transferência de massa está relacionada à área disponível da fruta e, por isso, pedaços menores resultam em maior eficiência do processo. No caso da temperatura, quanto maior o seu valor, menor será a viscosidade da solução osmótica e as propriedades de transporte melhoram devido à redução da resistência externa à transferência de massa na superfície do produto. Entretanto, não é interessante utilizar valores altos pois há maior consumo energético e possível degradação de componentes da fruta. Já a razão F/S é importante, pois é necessário garantir que não ocorra a diluição da solução osmótica à medida em que a água é removida da fruta e, assim, é mantido o gradiente de potencial químico necessário. Valores adequados da razão F/S variam entre 1:10 e 1:60 (RAMYA; JAIN, 2016).

O congelamento e descongelamento de frutos foram estudados como pré-tratamento de desidratação osmótica para carambola (FALADE; ADELAKUN, 2007), maçã (LAZARIDES; MAVROUDIS, 1995) e morango (TAIWO et al., 2003). Os autores concluíram que esse pré-tratamento resultou em aumento da taxa de incorporação de sólidos solúveis devido aos colapsos das estruturas físicas dos vegetais causados pela formação de cristais de gelo. Taiwo et al. (2003) também observaram que houve redução da perda de água e esse fenômeno foi atribuído ao aumento da resistência interna causada pela incorporação de sólidos solúveis.

No caso do cambuci, o pré-tratamento em soluções osmóticas com solutos que possibilitem o aumento do dulçor pode ser uma rota tecnológica benéfica em termos sensoriais de forma a possibilitar até mesmo o consumo dessa fruta em pedaços e torna-se uma opção nutritiva e saudável de alimento de fácil consumo. Não há na literatura nenhum estudo nesse sentido.

### **3.3.1.3. Modelagem matemática**

A fim de explicar o fenômeno de transferência de massa que ocorre em alimentos, muitos modelos matemáticos foram propostos e estão disponíveis na literatura podendo ser classificados em empíricos, mecanísticos e fenomenológicos. Modelos empíricos correlacionam as variáveis do processo com dados experimentais. Já modelos mecanísticos têm uma abordagem estrutural enquanto que modelos fenomenológicos levam em consideração os

mecanismos fenomenológicos e são utilizados em geometrias clássicas (ASSIS; MORAIS; MORAIS, 2016).

O modelo de Peleg (1988) é um modelo empírico amplamente utilizado em trabalhos de modelagem matemática de desidratação osmótica e está apresentado pela Equação 3.1. Esse modelo permite prever a cinética de remoção de água e incorporação de sólidos solúveis em alimentos e também predizer condições de equilíbrio com dados experimentais. Por ser um modelo empírico, apresenta a vantagem de permitir a descrição do processo em diferentes alimentos sem restrições em relação à geometria. Porém, os resultados são válidos somente dentro da faixa de dados experimentais estudada (OCHOA-MARTINEZ; RAMASWAMY; AYALA-APONTE, 2007 e ASSIS; MORAIS; MORAIS, 2016).

$$M_t = M_0 \pm \frac{t}{k_1 + k_2 t} \quad (3.1)$$

Em que:  $M_t$  é a massa em um determinado tempo do processo [g];  $M_0$  é a massa inicial [g];  $k_1$  é o parâmetro de Peleg relacionado à taxa inicial de transferência de massa [h(g/g)];  $k_2$  é o parâmetro de Peleg relacionado às condições de equilíbrio [g/g] e  $t$  é o tempo de processo [h].

Bialik et al. (2018) utilizaram o modelo de Peleg para ajustes dos dados de perda de massa e ganho de sólidos de kiwi em soluções osmóticas de diferentes polióis sob diferentes temperaturas. Os autores obtiveram bons ajustes pelo modelo para as soluções de xilitol e verificaram que os parâmetros  $k_1$  e  $k_2$  para os frutos desidratados a 50 °C indicaram altas taxas de remoção de água dos frutos, sendo que  $k_1$  diminuiu com o aumento da temperatura e nenhuma tendência foi observada para  $k_2$ . Dentre os solutos estudados, o xilitol resultou em maior eficiência de perda de massa.

Modelos empíricos são geralmente utilizados para descrever o processo de desidratação e prever os resultados. Entretanto, não fornecem informações sobre os mecanismos envolvidos e, por isso, não conferem significados físicos (SUN; ZHANG, 2019).

As soluções analíticas para a segunda Lei de Fick propostas por Crank (1975) resultam em um modelo fenomenológico que é amplamente utilizado no estudo de transferência de massa em alimentos. Esse modelo pode ser aplicado em diferentes geometrias e a obtenção de soluções analíticas é relativamente simples para placas planas, cilindros e esferas com a necessidade de estabelecimento das condições de contorno (OCHOA-MARTINEZ; RAMASWAMY; AYALA-APONTE, 2007).

As soluções analíticas de Crank da Lei de Fick são empregadas para determinar a difusividade efetiva da água ( $D_{\text{eff}}$ ) (CHEN, 2007).

Quando o mecanismo difusional é predominante, a difusividade efetiva da água é um parâmetro importante para o estudo de fenômenos de transferência de massa em processos de desidratação, uma vez que controla o processo com um efeito proporcional à taxa de secagem sendo que altos coeficientes de difusividade contribuem com o aumento das taxas de secagem (KHAN et al., 2017). O conhecimento do seu valor é importante para o desenvolvimento de produtos, processos e equipamentos (DADMOHAMMADI; DATTA, 2019).

Como é difícil considerar todas essas alterações físicas e mecanismos envolvidos, é adotada como medida de difusividade de massa um valor global que é, portanto, denominado difusividade efetiva ( $D_{\text{eff}}$ ) que considera todas as alterações estruturais e mecanismos concomitantes a um único parâmetro (AGUILERA; CHIRALT; FITO, 2003). Chen (2007) sugere que o coeficiente de difusividade efetiva da água seja chamado de “coeficiente de depleção de água” para que não seja confundido como uma medida exclusivamente relacionada aos mecanismos difusivos.

A solução analítica da Lei de Fick proposta por Crank (1975) para geometria de placa semi-infinita está apresentada na Equação 3.2, em que  $M$  representa a quantidade de substância difundida. Essa equação pode ser utilizada para o cálculo do coeficiente de difusividade efetiva em processos de desidratação de frutos com espessura  $2l$  nas seguintes condições de contorno: concentração inicial uniforme, concentração na superfície constante e uniformemente distribuída.

$$\frac{M_t}{M_{\text{eq}}} = 1 - \sum_{i=0}^{\infty} \frac{8}{(2i+1)^2 \pi^2} \exp\left\{- (2i+1)^2 \frac{\pi^2 D_{\text{eff}} t}{4l^2}\right\} \quad (3.2)$$

Há diferentes maneiras de calcular a quantidade de substância difundida ( $M$ ) apresentada pela Equação 3.2. Segundo Fito e Chiralt (1996), a variação na composição dos alimentos durante o processo de desidratação osmótica pode ser obtida ao considerar o alimento um sistema formado por água, solutos e inertes. Com isso, pode ser visto também como um sistema de duas fases, sendo a matriz sólida ( $SM$ ) com água adsorvida uma fase e outra fase líquida ( $FLP$ ), representada pela letra “ $y$ ”, que é composta por água ( $w$ ) e seus solutos ( $ss$ ). Cada componente ( $c$ ) da  $FLP$  pode ser quantificado conforme a Equação 3.3.

$$y_t^c = \frac{m_t^c}{m_t^w + m_t^{ss}} \quad (3.3)$$

Em que:  $m_t^c$  é a fração mássica do componente “ $c$ ” no sistema alimentar que pode ser água ( $w$ ) ou sólidos solúveis ( $ss$ ) após um tempo ( $t$ ) de processo.

Os mecanismos de transporte de massa durante a desidratação osmótica ainda não foram completamente compreendidos. Geralmente é assumido que a transferência de água é controlada por diferenças de umidade ao longo do produto e, devido à complexa microestrutura dos frutos, o processo de desidratação osmótica não é considerado um simples processo de difusão (DEROSSI et al., 2008). Rastogi, Angersbach e Knorr (2000) identificaram que há um gradiente não-uniforme de concentração dentro de sistemas biológicos sendo que existem 3 camadas celulares que apresentam diferentes coeficientes de difusividade.

Derossi et al. (2008) mostraram a existência de uma frente de desidratação que se move da superfície do fruto que está em contato com a solução osmótica em direção ao centro da fatia e que os fluxos de água da superfície para a solução osmótica e do centro para a superfície ocorrem simultaneamente. Ou seja, todos os tecidos estão envolvidos no processo de desidratação ao mesmo tempo.

Alguns autores determinaram os coeficientes de difusividade efetiva de alguns vegetais desidratados em diferentes soluções osmóticas e os valores obtidos oscilaram entre ( $10^{-10}$  e  $10^{-9}$ )  $m^2/s$  (ASSIS; MORAIS; MORAIS, 2017; CHAGURI et al., 2016; DEROSSI et al., 2008; PACHECO-ANGULO et al., 2016 )

### **3.3.2. Secagem convectiva**

A secagem convectiva é o processo de remoção de água que ocorre pela transferência simultânea de calor, massa e quantidade de movimento por uma corrente de ar quente (GENSKOW et al., 2008). Pode ser realizada por diferentes equipamentos tais como secadores de bandeja, túneis de secagem, leitos fluidizados, secadores por atomização e secadores à vácuo (RATTI, 2019).

A energia é transferida por convecção para a superfície do produto e, então, é transferida para o interior do produto por mecanismos que estão relacionados com a estrutura e composição do produto. A complexidade da estrutura e composição das frutas, a variedade de mecanismos de transporte e variabilidade inerente ao próprio material biológico tornam a secagem convectiva um processo desafiador (CASTRO; MAYORGA; MORENO, 2018).

A transferência de energia está relacionada à temperatura do ar de secagem e do alimento, do fluxo de ar e área do material exposta. A transferência interna de umidade é controlada pela natureza do alimento que inclui estrutura, composição, temperatura, pressão e umidade. A forma que a água interage com a matriz sólida está relacionada não somente com a temperatura, mas também à estrutura e composição do alimento (RATTI, 2019).

Do ponto de física estrutural, os alimentos podem ser tratados como meios porosos e higroscópicos que apresentam células que formam uma matriz sólida composta por poros que são preenchidos por água, vapor e ar. O transporte de umidade nessa matriz sólida é multifásico e ocorre tanto na fase líquida quanto na de vapor. Com isso são observados fenômenos de evaporação e condensação e cada fase apresenta diferentes forças motrizes de transporte de massa (DADMOHAMMADI; DATTA, 2019).

A cinética de secagem relaciona a quantidade de água removida com a temperatura e tempo e é necessária para determinar a quantidade de água removida, tempo de secagem e energia consumida. A taxa de secagem é calculada pela derivada da umidade em relação ao tempo (RATTI, 2019).

O transporte de umidade é afetado tanto pelas condições internas quanto externas sendo que as condições externas governam o processo durante o período de taxa constante e durante o período de taxa decrescente os mecanismos internos são predominantes (CASTRO; MAYORGA; MORENO, 2018).

É comum em alimentos que não haja período de taxa constante e que todo o processo de secagem convectiva ocorra com taxa decrescente, conforme já observado para raízes de ginseng (JU et al., 2019) e romãs (MUNDADA; SINGH; MASKE, 2010).

De maneira geral, há dois mecanismos que descrevem os períodos de taxas decrescentes: difusão de líquidos e movimento capilar nos poros de sólidos, sendo o primeiro mais comum em sólidos não-porosos (GEANKOPLIS, 1993). No início do primeiro período, a superfície do produto não está mais completamente úmida e a água move-se em direção à superfície devido à ação capilar e as camadas de água começam a retroceder à medida que o processo continua. A água removida é substituída por ar e o segundo período de taxa decrescente inicia quando toda a superfície do material está completamente seca e não há água suficiente para manter filmes nos poros e, com isso, há um decréscimo da taxa de secagem e o mecanismo predominante passa a ser a difusão de água nos poros do sólido. Geralmente, o coeficiente de difusividade efetiva da água é menor no segundo período de taxa decrescente, pois a difusão do vapor é o mecanismo predominante (RATTI, 2019).

### **3.3.2.1. Modelagem matemática**

A fim de estimar as variações de massa ao longo do tempo, inúmeros modelos empíricos estão disponíveis na literatura e podem ser utilizados para a modelagem da cinética de secagem convectiva. Alguns desses modelos estão apresentados na Tabela 3.7.

Tabela 3.7 – Modelos empíricos utilizados para modelagem matemática da cinética de secagem convectiva.

<b>Modelo</b>	<b>Equação</b>	
Page	$MR = \exp(-kt^n)$	(3.4)
Henderson & Pabis	$MR = a \exp(-kt)$	(3.5)
Midilli	$MR = a \exp(-kt^n) + bt$	(3.6)
Logarítmico	$MR = a \exp(-kt) + c$	(3.7)

Fonte: Page (1949), Henderson e Pabis (1961), Midilli, Kucuk e Yapar (2002) e Yaldiz, Ertekin e Uzun (2001).  
Em que:

$$MR = \frac{X_t - X_{eq}}{X_0 - X_{eq}} \quad (3.8)$$

Os parâmetros do modelo de Page podem apresentar significados físicos e assim o modelo pode ser passível de interpretação fenomenológica. Simpson et al. (2017) demonstraram com cálculos fracionários que é possível atribuir significados fenomenológicos aos parâmetros do modelo de Page. Os autores utilizaram uma abordagem de difusão anômala e concluíram que o parâmetro  $n$  pode ser relacionado ao tipo de difusão que ocorre no alimento, sendo que quando  $n > 1$  ocorre super-difusão e quando  $n < 1$  ocorre a sub-difusão e, dessa forma, o parâmetro  $n$  pode estar relacionado à microestrutura. Já o parâmetro  $k$  está relacionado com a temperatura. Quando o parâmetro  $n$  é praticamente constante em diferentes temperaturas,  $k$  será dependente da temperatura e se  $n$  variar independente da temperatura,  $k$  não deverá estar relacionado à temperatura e, assim, o parâmetro  $k$  do modelo não deve ser interpretado fenomenologicamente.

Rojas e Augusto (2018) estudaram a secagem convectiva de abóbora previamente desidratada em solução de etanol e avaliaram a cinética pelo modelo de Page que se ajustou adequadamente aos dados experimentais. Os autores verificaram que tanto as amostras que foram previamente submetidas ao pré-tratamento quanto *in natura* apresentaram processos super-difusionais pois  $n > 1$  e, além disso, atribuíram esse resultado aos mecanismos capilares.

Dos pontos de vistas fenomenológico e mecânico, a secagem convectiva é um processo de difícil modelagem matemática, uma vez que envolve diferentes mecanismos tais como difusão de líquidos, fluxo capilar, evaporação e condensação além de duplos e/ou triplos mecanismos de força motriz que podem ser gradientes de temperatura, umidade e pressão. Esses mecanismos podem envolver duas diferentes fases: líquido e vapor (CHEN, 2007).

O modelo difusional permite calcular o coeficiente de difusividade efetiva da água ( $D_{\text{eff}}$ ) conforme já apresentado pela Equação 3.2. Para longos períodos de secagem, o modelo difusional pode ser truncado no primeiro termo e, assim, o parâmetro  $k$  do modelo de Page pode ser relacionado ao  $D_{\text{eff}}$  obtido pelo modelo difusional (SIMPSON et al., 2017).

Deve ser destacado que as propriedades físicas dos alimentos mudam ao longo da desidratação devido, principalmente, ao encolhimento e formação de poros (GENSKOW et al., 2008) e isso impacta no valor da difusividade que não é constante ao longo do processo.

Segundo Emami et al. (2020), a secagem altera drasticamente as propriedades mecânicas e a mais significativa é a relação entre tensão e deformação que impacta diretamente o encolhimento de materiais viscoelásticos. A mudança estrutural causada pelo encolhimento cria uma resistência interna ao transporte de umidade e, por isso, o transporte de massa não segue a lei de Fick. Com isso, os autores desenvolveram um modelo matemático que considera o componente viscoelástico que relaciona a deformação com a temperatura e a concentração da umidade.

Na literatura há alguns trabalhos que estudaram a secagem convectiva de vegetais e, em alguns casos, a influência de pré-tratamento em soluções osmóticas sobre a secagem convectiva.

Ju et al. (2019) estudaram a secagem convectiva de raiz de ginseng. Os autores observaram uma redução da difusividade efetiva da água em raiz de ginseng desidratada a 60 °C devido à formação de uma camada de gel. Dentre os modelos matemáticos testados para descrever a cinética de secagem, o modelo logarítmico apresentou melhor ajuste, sendo que foram comparados os valores de  $r^2$  e o erro médio quadrático obtidos para cada modelo.

A desidratação osmótica de arilos de romãs em soluções de sacarose reduziu o tempo de secagem convectiva a 50 °C devido ao aumento da taxa de secagem e da difusividade efetiva da água decorrentes da redução da resistência da parede celular e lixiviação de alguns componentes solúveis. Entretanto, para baixos valores de umidade, a presença de sólidos solúveis incorporados pelo pré-tratamento osmótico dificultou a remoção de água. Dentre os modelos empíricos testados, o Midilli melhor se ajustou aos dados tanto das amostras com quanto sem pré-tratamento em solução osmótica (MUNDADA; SINGH; MASKE, 2010).

Sritongtae, Mahawanich e Duangmal (2011) verificaram menores taxas de secagem convectiva em amostras de melão cantaloupe previamente tratadas em solução osmótica de sorbitol em relação às amostras *in natura*, sendo que maiores concentrações do poliol intensificaram esse fenômeno.

Estudar o processo de secagem para determinar a quantidade de água que é possível remover com o uso de diferentes condições e pré-tratamentos é importante para otimizar as condições operacionais. Entretanto, conhecer a cinética, taxas e difusividades efetivas da água não é suficiente para garantir a estabilidade do alimento.

A disponibilidade da água para as reações químicas e desenvolvimento microbiológico trará as informações necessárias para a garantia da estabilidade e, por isso, o estudo das isotermas de sorção trazem informações importantes ao processo de secagem convectiva.

### **3.4. Isotermas de sorção**

A atividade de água e as propriedades de sorção são propriedades físicas de grande importância para estabelecer os parâmetros de processo, notadamente a desidratação, quanto a estabilidade de alimentos sob os aspectos bioquímico e microbiológico. Em um alimento contido em uma embalagem, ocorre um equilíbrio entre sua umidade e a umidade relativa da vizinhança a uma dada temperatura. É possível expressar a relação entre a atividade de água e a umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) de um alimento a uma temperatura constante pela isoterma de sorção, que relaciona diretamente o potencial termodinâmico (energia livre de Gibbs) da água no sistema. A isoterma de sorção é uma ferramenta útil para determinar a vida de prateleira de um alimento ou fornecer informação para processos, como secagem, mistura, condicionamento, embalagem ou armazenamento. Em um processo em que o alimento ganha umidade, a isoterma é denominada de adsorção e em que perde umidade, é conhecida como isoterma de dessorção (LABUZA, 1975).

A umidade geralmente decresce com o aumento da temperatura e pode assumir valores diferentes se é obtido por curvas de dessorção ou adsorção. A diferença entre as umidades obtidas pelas curvas de dessorção e adsorção é chamada histerese que é um fenômeno comum em materiais higroscópicos (LABUZA, 1975). Segundo Al-Muhtaseb, McMinn e Magee (2002), a magnitude da histerese está relacionada à natureza e estado dos componentes presentes. Entretanto, os autores verificaram em sua revisão da literatura que não há uma clara relação entre essa magnitude e a temperatura e que não há um mecanismo único capaz de explicar a ocorrência desse fenômeno.

Há inúmeras explicações para a ocorrência de histerese. Uma delas considera que o fenômeno ocorre devido à cristalização dos açúcares presentes no produto durante o ganho de água. As mudanças de estrutura e encolhimento dos vegetais modifica os sítios ativos que se tornam menos acessíveis para as ligações com água. Moraga, Mart e Chiralt (2004) observaram

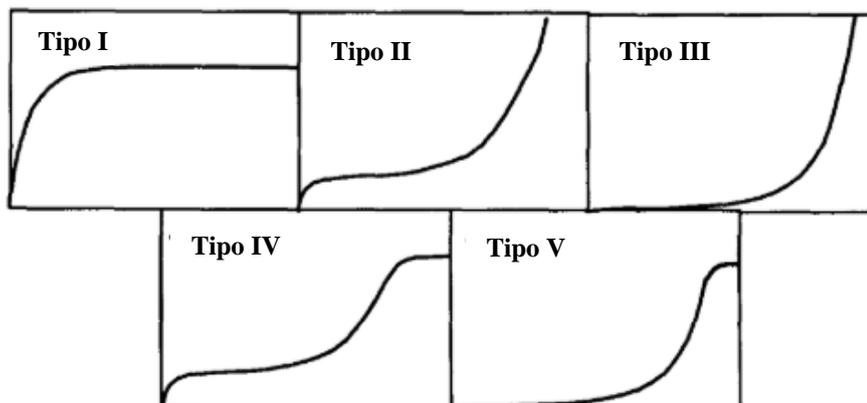
menor magnitude de histerese em tecidos de morango que não foram submetidos a liofilização e atribuíram os resultados à manutenção da estrutura do tecido das amostras úmidas que, conseqüentemente, conseguiram reter mais água. No caso do material úmido, as amostras de morango foram previamente homogeneizadas e transformadas em purês. Esse preparo causou ruptura da estrutura do vegetal e isso modificou a capacidade de sorção do material que era composto por duas fases: a matriz sólida insolúvel e a fase líquida composta pela mistura de água e solutos dissolvidos. Os autores observaram maior capacidade de retenção de água em tecidos vegetais inteiros.

Brunauer et al. (1940) identificaram 5 tipos de isotermas com formatos diferentes, conforme mostrados na Figura 3.2. Em alimentos é mais comum obter isotermas com os formatos II e III. Os formatos das curvas estão relacionados com as propriedades químicas dos componentes, estrutura física, pré-tratamento das amostras e temperatura. De modo geral, a temperatura afeta a mobilidade das moléculas de água e o equilíbrio entre as fases adsorvida e vapor (AL-MUHTASEB; MCMINN; MAGEE, 2002).

Alimentos ricos em componentes solúveis como açúcares, por exemplo, apresentam o formato tipo III devido à sua solubilidade em água (AL-MUHTASEB; MCMINN; MAGEE, 2002). Materiais que apresentam esse formato de isoterma caracterizam-se por adsorção não favorável a baixas pressões devido às características hidrofóbicas da superfície. Em pressões mais altas, a adsorção ocorre devido à condensação capilar nos mesoporos (DO, 1998). Alguns autores obtiveram isotermas com o formato tipo III para pectina (BASU; SHIVHARE; MULEY, 2013), uva sultana (LI et al., 2019), manga (LINK et al., 2018) e mamão (UDOMKUN et al., 2015).

As isotermas do tipo V resultam das interações entre a matriz sólida e o material adsorvido semelhantes a que ocorrem em isotermas do tipo III, porém com tamanhos de poros característicos de material poroso (LOWELL; SHIELDS, 1984).

Figura 3.2 – Tipos de isotermas descritos por Brunauer et al. (1940).



Fonte: Adaptado de Do (1998).

Segundo Do (1998), o princípio de adsorção é baseado em três mecanismos: estérico, cinético e de equilíbrio. O mecanismo estérico está relacionado ao tamanho dos poros, que limita a entrada das moléculas de tamanhos maiores. O mecanismo cinético está relacionado às taxas de difusão das moléculas e ao tempo necessário para que essas moléculas sejam incorporadas à matriz sólida. Já o mecanismo de equilíbrio ocorre quando a atividade de água do produto iguala-se a umidade relativa do ar que está em contato com o alimento (OKOS et al., 2006). A umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) é o resultado da interação entre a umidade do material e do ambiente sendo que um material úmido exposto a um fluxo contínuo de ar perde umidade até a atividade de água do material igualar-se à pressão parcial de vapor de água no ar úmido (MUJUMDAR, 2015). A determinação da umidade de equilíbrio é útil para prever a secagem com modelos matemáticos e também para dimensionar processos de secagem e seu valor é dependente da umidade relativa e da temperatura (ZABALAGA; LA FUENTE; TADINI, 2016).

Caballero-Cerón et al. (2018) atribuíram pequenas variações de umidades em  $a_w < 0,5$  na presença de açúcares simples em bananas, mangas e maçãs. Segundo os autores, esses açúcares interagem com as fibras e o amido da fruta e, assim, menos sítios ativos ficam disponíveis para as moléculas de água. Também atribuíram aos açúcares redutores uma menor capacidade de sorção de água da maçã em relação à manga.

Basu, Shivhare e Muley (2013) verificaram que em temperaturas mais altas, amostras de pectina apresentaram menores valores de  $X_{eq}$  em baixas atividades de água. Por outro lado, para  $a_w > 0,6$ , as curvas de sorção se sobrepuseram ou se cruzaram com o aumento da temperatura. Ou seja, a  $X_{eq}$  foi maior com o aumento da temperatura. Os autores atribuíram esse fenômeno ao aumento da solubilidade dos solutos em água em maiores temperaturas ou às

mudanças da ligação da água com a matriz sólida. Outros autores observaram fenômenos semelhantes para maçã (CABALLERO-CERÓN et al., 2018) e banana verde (ZABALAGA; LA FUENTE; TADINI, 2016). De maneira semelhante, Ratti (2019) apontou que o aumento da temperatura em altos valores de  $a_w$  ( $>0,8$ ) pode resultar em aumento da solubilidade dos açúcares em água e, com isso, ocorre o aumento da umidade com a temperatura.

O pré-tratamento das amostras afeta a estrutura e composição do produto e, com isso, mudanças nas relações entre a  $X_{eq}$  e  $a_w$  (MORAGA; MART; CHIRALT, 2004).

O pré-tratamento de mamão em solução osmótica influenciou a interação entre os sítios ativos da matriz sólida e a água e isso foi atribuído à incorporação de açúcares (UDOMKUN et al., 2015).

Os açúcares podem ser apresentar em diferentes fases: cristalinas, amorfa e dissolvido e, em cada caso, influenciam de maneira diferente o processo de sorção. A capacidade do açúcar de reter água muda conforme a razão entre sua forma cristalina e dissolvido (UDOMKUN et al., 2015).

### 3.4.1. Modelagem matemática

A teoria mais utilizada para a modelagem de dados de isotermas de sorção é a teoria de adsorção em multicamadas. Um dos primeiros modelos baseado nessa teoria foi desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller em 1938 e originou o modelo BET apresentado pela Equação 3.9.

O modelo BET considera que a superfície de adsorção é energeticamente homogênea e que não há interação entre as moléculas adsorvidas. Apresenta somente dois parâmetros e é adequado para modelar dados de isotermas do tipo I ao III para  $a_w$  entre 0,05 e 0,35 (DO, 1998).

$$X = \frac{a_w C X_m}{(1 - a_w) [1 + a_w (C - 1)]} \quad (3.9)$$

Em que:  $X$  é a umidade da amostra em base seca [g/g];  $X_m$  é a umidade da monocamada [g/g] e  $C$  é a constante energética associada à primeira camada do calor de sorção, constante de Guggenheim [-].

O parâmetro  $C$  está relacionado ao efeito da temperatura. Maiores valores de  $C$  sugerem que é necessário um maior aporte de energia para o deslocamento das moléculas de água na dessorção, uma vez que esse parâmetro está relacionado à energia de sorção da primeira camada (DO, 1998).

A umidade da monocamada ( $X_m$ ) é a umidade mínima necessária para preencher os sítios hidrofílicos da superfície do material e é utilizada para a determinação da estabilidade de materiais desidratados, uma vez que umidades abaixo desse valor garantem que não há água disponível para reações químicas, bioquímicas ou atividade biológica. Reduzir a umidade abaixo desse valor é desnecessário, uma vez que torna o processo caro.

A monocamada geralmente ocorre em valores de  $a_w$  menores do que 0,35. Abaixo da monocamada, a água está fortemente ligada e indisponível para reações químicas (LABUZA, 1975).

Para ser possível prever dados em maiores atividades de água, alguns pesquisadores propuseram modificações no modelo BET. Um dos mais conhecidos é o modelo GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) no qual um terceiro parâmetro considera o calor de adsorção da segunda camada menor do que o calor de liquefação da água (DO, 1998).

Os modelos BET e GAB têm origem do mesmo modelo estatístico e os parâmetros  $X_m$  e  $C$  têm o mesmo significado físico, mas valores diferentes. De modo geral,  $X_m$  predita pelo modelo GAB é maior do que o valor do modelo BET e  $C$  predito pelo modelo GAB é menor do que o valor predito pelo modelo BET (BASU; SHIVHARE; MUJUMDAR, 2006). Ambos os modelos têm parâmetros com significados físicos, com destaque para a umidade da monocamada ( $X_m$ ) que é uma informação importante para definir condições de processo de secagem e também de estabilidade dos alimentos.

O parâmetro  $K$  da equação GAB mede a diferença de entalpia livre das moléculas no estado líquido puro e a camada acima da monocamada e seu valor é inferior a um. Quando for igual a um, a equação GAB pode ser simplificada para a BET (BASU; SHIVHARE; MUJUMDAR, 2006).

A Equação 3.10 apresenta o modelo GAB.

$$X = \frac{a_w C X_m K}{(1 - K a_w) [1 - K a_w (C - 1)]} \quad (3.10)$$

Tanto o modelo BET quanto o GAB são amplamente utilizados para a modelagem matemática de alimentos, uma vez que a maioria das isotermas apresenta formatos dos tipos II e III.

Para descrever matematicamente isotermas de sorção dos tipos IV e V é necessário buscar modelos diferentes do BET e GAB. Dessa forma, Ward e Wu (2007) desenvolveram um modelo conhecido como modelo  $\zeta$ , apresentado pela Equação 3.11. O ponto de partida desse modelo foi a equação GAB, que permitia bons ajustes para isotermas do tipo III em altas pressões parciais (BUTTERSACK, 2019).

$$X = \frac{X_m C z \{1 - (1 + \zeta) z^\zeta + \zeta z^{\zeta+1}\}}{(1 - z) \{1 + (C - 1) z - C z^{\zeta+1}\}} \quad (3.11)$$

Em que:

$$z = K a_w \quad (3.12)$$

Nas Equações 3.11 e 3.12, os parâmetros  $X_m$ ,  $C$  e  $K$  são os mesmos parâmetros do modelo GAB.

Caballero-Cerón et al. (2018) testaram diferentes modelos para ajustar isotermas de sorção de manga, banana e maçã, sendo que o GAB resultou em melhor ajuste. Porém, segundo os autores, os valores obtidos para os parâmetros  $X_m$  não apresentaram significados físicos. A avaliação da qualidade dos ajustes dos modelos foi feita pela soma dos quadrados dos erros que foi minimizado pelo método dos mínimos quadrados e também pelo coeficiente de determinação ( $r^2$ ).

Quando o modelo descreve de maneira adequada os fenômenos observados, a análise de resíduos deve apresentar erros aleatórios e independentes com a média zero, variância constante e distribuídos em forma de uma normal (BASU; SHIVHARE; MUJUMDAR, 2006).

Basu, Shivhare e Muley (2013) fizeram a modelagem matemática de isotermas de sorção de pectina com diferentes modelos matemáticos. Os autores consideraram a análise da distribuição dos resíduos em suas avaliações da qualidade dos ajustes e concluíram que modelo GAB não se ajustou adequadamente, pois observaram distribuição não aleatória dos resíduos.

Segundo Labuza (1975), a água está associada de maneiras diferentes à matriz sólida ao longo de toda a faixa de  $a_w$  na qual uma isoterma é obtida. Com isso é bastante difícil obter um único modelo matemático capaz de descrever todos os fenômenos que ocorrem ao longo do processo de sorção.

De maneira geral, na literatura há muitos trabalhos que utilizam os modelos GAB e BET para descrever as isotermas de sorção.

Para valores constantes de umidade, a atividade de água aumenta com a temperatura e o efeito da temperatura nas isotermas segue a equação de Clausius-Clayperon (Equação 3.13) (OKOS et al., 2006).

$$\left[ \frac{\partial \ln a_w}{\partial (1/T)} \right]_x = - \frac{\Delta H_S}{R} \quad (3.13)$$

Em que:  $\Delta H_S$  é o calor isostérico de sorção calculado pela Equação 3.14 [J/mol] e  $R$  é a constante dos gases ideais [8,314 J/mol K].

$$\Delta H_s = Q_s - \Delta_{\text{vap}} H \quad (3.14)$$

Em que:  $Q_s$  é a entalpia total [J/mol] e  $\Delta_{\text{vap}} H$  é a entalpia de vaporização da água [J/mol].

Integrando-se a Equação 3.13, tem-se a entalpia de sorção (Equação 3.15).

$$\Delta H_s = \frac{RT_1 T_2}{T_2 - T_1} \ln \frac{a_{w2}}{a_{w1}} \quad (3.15)$$

E, assim, a entalpia de sorção pode ser determinada pela construção da curva  $\ln a_w$  vs  $1/T$  para diferentes umidades. Essa informação é importante para a determinação de demanda energética em processos de secagem e concentração (BASU; SHIVHARE; MULEY, 2013).

Basu, Shivhare e Muley (2013) observaram que a entalpia de sorção de pectina comercial diminui com o aumento da umidade e tende a ser igual à da água pura quando são assumidos valores mais altos de umidade. O mesmo comportamento foi observado para extrato de páprica (SHIRKOLE; MUJUMDAR; SUTAR, 2019), maracujá micro encapsulado (SILVA et al., 2018) e banana verde (ZABALAGA; LA FUENTE; TADINI, 2016). Silva et al. (2018) estudaram o comportamento higroscópico de extrato microencapsulado de maracujá e atribuíram o grande aumento da entalpia de sorção em baixas umidades à formação da monocamada e, quando a umidade está abaixo da monocamada, é necessário um alto aporte de energia para os fenômenos de sorção da água. Os valores em que ocorre esse rápido aumento da entalpia de sorção coincidiram com os valores da umidade da monocamada calculada pelo modelo GAB.

### 3.5. Avaliação da qualidade

Dentre as principais causas de degradação dos compostos bioativos, tem-se a solubilização em água e a oxidação enzimática decorrente, principalmente, do uso de altas temperaturas e da presença de oxigênio (DAS GUPTA; JAYARAMAN, 2006 e RATTI; MUJUMDAR, 2004).

As reações de escurecimento enzimático podem ser reduzidas em  $a_w$  entre 0,2 e 0,4. A secagem pode potencializar reações catalisadas por enzimas, reações não enzimáticas como a de *Maillard*, por exemplo, e a perda de nutrientes. Reações de escurecimento podem ser prevenidas com a secagem ao reduzir a  $a_w$  para a faixa entre 0,2 e 0,4. A oxidação é o principal fator que afeta a estabilidade dos compostos bioativos e é reduzida para o mínimo quando  $a_w$  alcança 0,3 (RATTI, 2019).

A estabilidade dos compostos bioativos durante o processamento está relacionada tanto às condições adotadas (tempo, temperatura, velocidade do ar de secagem, umidade relativa) quanto às características químicas e a forma como esses compostos estão ligados à matriz sólida. Por isso é importante que os estudos sejam feitos caso a caso. Uma vez que não foi encontrado na literatura nenhum estudo sobre estabilidade dos compostos bioativos presentes em *cambuci* durante o seu processamento, foi feita uma pesquisa sobre frutos que possuem compostos bioativos semelhantes ao *cambuci* e que também foram submetidos ao processo de secagem convectiva.

Carmona-Jiménez, García-Moreno e García-Barroso (2018) estudaram a desidratação do bagaço de uva em câmara climática a 40 °C e umidade relativa de 10 %. Os autores concluíram que a secagem aumentou a capacidade de extração dos compostos fenólicos e também a capacidade antioxidante ao comparar os resultados com o produto *in natura*.

Nunes et al. (2016) estudaram o efeito dos processos de desidratação de particulados de goiaba sobre a atividade antioxidante e na composição dos voláteis e fenólicos. Os autores compararam os processos de liofilização e secagem em estufa a 55 °C por 22 h e concluíram que a secagem em estufa promoveu maior liberação de flavonoides insolúveis, especialmente a quercetina, e que a capacidade antioxidante assim como os fenólicos solúveis foram reduzidos nos produtos gerados pelos dois processos. Na liofilização, maiores perdas de compostos fenólicos solúveis ocorreram em comparação a secagem em estufa: (58 e 37) %, respectivamente. Foi identificado furfural somente no particulado produzido na estufa e isso é um indicativo da degradação do ácido ascórbico. De modo geral, concluiu-se que, ao considerar fatores econômicos e também de qualidade, a secagem convectiva mostrou-se bastante adequada para produzir particulados de goiaba com potencial uso como ingrediente de alimentos através da adição de compostos fenólicos, além de agregar aroma de goiaba.

Kurozawa et al. (2014) verificaram que a degradação de ácido ascórbico em mamão é maior em amostras que ficam mais tempo expostas ao ar de secagem e que o uso de maior velocidade do ar em processos que empregam maiores temperaturas (60 e 70) °C reduz o tempo de secagem e isso promove menor degradação dos nutrientes. Os autores recomendam o uso de temperaturas menores, que no caso eram 40 e 50 °C, para qualquer velocidade do ar estudada. O ácido ascórbico é considerado um indicador da qualidade nutricional durante o processamento e armazenamento, uma vez que quando preservados, outros nutrientes também são conservados. Por isso tem-se a importância de ser estudada a degradação desse componente.



## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

Nos próximos itens serão apresentados os materiais e métodos utilizados para o estudo da desidratação do cambuci.

### 4.1. Cambuci

Os frutos de cambuci foram adquiridos de um mesmo produtor de Salesópolis-SP que é integrante da Rota do Cambuci, organizada pelo Instituto Auá. Todas as frutas foram colhidas maduras após a abscisão natural.

Após a colheita, os frutos foram higienizados, embalados em sacos de polietileno e congelados pelos próprios produtores que realizam a comercialização dos produtos, uma vez que durariam menos de uma semana caso fossem armazenados sem a etapa de congelamento.

Após a compra, os frutos foram mantidos congelados no LEA/EP/USP (Laboratório de Engenharia de Alimentos da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo) em um freezer a  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Um dia anterior ao processamento, os frutos foram transferidos para um refrigerador a  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$  para o descongelamento em temperatura controlada.

Posteriormente, os frutos foram descascados e cortados manualmente em fatias de 7 mm, aproximadamente, no sentido longitudinal da fruta.

Os lotes recebidos foram caracterizados quanto à umidade ( $X$ ), teor de sólidos solúveis ( $SS$ ), pH e acidez titulável ( $AT$ ), cujas análises estão descritas no item 0. O *ratio* foi calculado pela razão  $SS/AT$ .

### 4.2. Análises físico-químicas

Nos próximos itens serão apresentados os métodos utilizados para a realização análises físico-químicas das fatias de cambuci.

#### 4.2.1. Umidade

Alíquotas de amostras trituradas do fruto sem casca (2 a 3) g foram distribuídas uniformemente na superfície de pequenas placas de petri e pesadas em uma balança analítica (Chyo Balance Corp, modelo JK-200, Japão,  $\pm 0,001\text{ g}$ ). A remoção de água foi feita em uma estufa (MARCONI, modelo MA-030, Brasil) a  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ , com vácuo de 13,3 kPa, até obter peso

constante (ZENEBO; PASCUET; TIGLEA, 2008) e, com isso, foi quantificada a massa de sólidos secos.

#### **4.2.2. pH e acidez titulável**

A determinação do pH e da acidez titulável (expressa em ácido cítrico) foi realizada em um equipamento pH-Stat, (RADIOMETER, modelo PHM290, França) (ZENEBO; PASCUET; TIGLEA, 2008).

#### **4.2.3. Teor de sólidos solúveis**

O teor de sólidos solúveis foi determinado por medição direta em um refratômetro (CARL-ZEISS JENA, modelo 711849, Alemanha) e os valores lidos foram corrigidos conforme a temperatura (20 °C) e acidez titulável de acordo com Zenebon, Pascuet e Tiglea (2008).

#### **4.2.4. Atividade de água**

A atividade de água foi determinada por medida direta em analisador de atividade de água (Aqualab, Meter Group, USA) a 20 °C.

### **4.3. Desidratação osmótica**

O estudo de desidratação osmótica foi realizado em duas etapas. Primeiramente foi feito um estudo preliminar com o objetivo de selecionar as variáveis de maior impacto sobre a remoção de água e incorporação de sólidos solúveis em cambuci. Após a seleção dessas variáveis, foram estabelecidos diferentes tratamentos e foram levantadas as curvas de cinéticas de alguns parâmetros físico-químicos de maior relevância ao processo e à qualidade do produto.

Para garantir que não ocorresse a diluição da solução osmótica durante a desidratação, foi utilizada a razão 1:10 (F/S), ou seja, para cada grama de fruto havia 10 g de solução osmótica. A temperatura foi mantida em 25 °C de forma que fossem minimizadas perdas nutricionais e sensoriais decorrentes de altos valores de temperatura. Sendo assim, o processo foi realizado tendo como força motriz a diferença de potencial químico entre a solução osmótica e a matriz sólida da fruta. A espessura foi mantida em 7 mm (aproximadamente).

O soluto utilizado em ambas as etapas foi o sorbitol (Ingredion, Brasil, 92 g/100 g de pureza) adquirido em forma de xarope com 66 g/100 g de concentração. Para cada concentração estudada, o xarope foi diluído em água Mili-Q® e as quantidades dos componentes da mistura foram medidas em uma balança de precisão (Bel-Brasil, modelo Mark 6000, Brasil, precisão  $\pm 0,1$ ). Para melhor controle do processo, a concentração da solução osmótica foi verificada em um refratômetro (CARL-ZEISS JENA, modelo 711849, Alemanha).

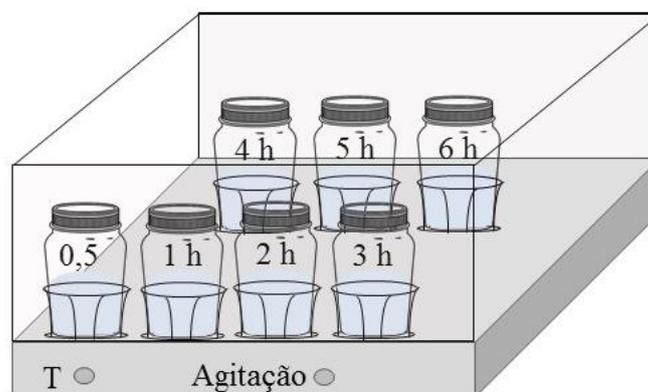
#### 4.3.1. Estudo preliminar

Conforme observado pelo estudo de Moreira et al. (2007), mudanças das características hidrodinâmicas da fase externa (solução osmótica) podem ter maior influência à resistência global de transferência de massa em soluções que apresentam menor força motriz.

Para entender se as concentrações de sorbitol utilizadas garantiriam a força motriz necessária para ser dispensada a agitação da solução osmótica, foi realizado um estudo preliminar. Nesse estudo, foram utilizadas soluções de sorbitol de concentrações de (40 e 60) g/100 g e amostras de fatias de cambuci foram inseridas em recipientes de vidro devidamente identificados para cada tempo de processo.

Cada frasco continha solução osmótica previamente pesada para obedecer a razão F/S 1:10 e era colocado em um agitador orbital com controle de temperatura (Tecnal, modelo TE-420, Brasil) conforme mostra a Figura 4.1.

Figura 4.1 – Montagem experimental do estudo preliminar da cinética de desidratação osmótica.



Fonte: O próprio autor.

Após atingir 25 °C, as fatias de cambuci eram inseridas nos frascos referentes a cada tempo de processo junto com uma peneira de poliéster para garantir que todos os pedaços de

frutas fossem submersos na solução. Os frascos foram tampados. Foram realizadas desidratações osmóticas sem agitação e a 110 rpm para cada concentração de sorbitol, o que resultou em quatro tratamentos conforme apresentado na Tabela 4.1, conduzidos em duplicata.

Tabela 4.1. Condições experimentais e identificação dos tratamentos empregados no estudo preliminar de desidratação osmótica de fatias de cambuci.

Sorbitol [g/100 g]	Agitação [rpm]
40	0
40	110
60	0
60	110

F/S = 1:10 e  $T = 25\text{ °C}$

Fonte: O próprio autor.

Amostras dos frutos foram retiradas a cada 30 min durante a primeira hora e, posteriormente, a cada 1 h até completar 6 h de processo, drenadas e o excesso de solução osmótica da superfície das fatias foi absorvido por papel.

Foram feitas análises físico-químicas de sólidos solúveis e de conteúdo de umidade (triplicatas) para o tempo inicial e para cada tempo de coleta, descritas no item 4.2.

#### 4.3.2. Enriquecimento da solução osmótica com lactato de cálcio

Após o estudo preliminar, foi conduzido um segundo em que à solução osmótica foi adicionado lactato de cálcio (LC), com o objetivo de otimizar as condições de processo.

Inicialmente, foi considerado estudar também o glicerol como soluto e alguns ensaios chegaram a ser realizados. Porém, tal soluto passou a ser controlado pela Polícia Civil e não havia licença para continuar a aquisição do material e, por esse motivo, o estudo desse soluto foi descontinuado.

As soluções osmóticas foram preparadas conforme descrito no item 4.3. O lactato de cálcio penta hidratado foi doado pela Corbion (98 % de pureza) e adicionado na concentração de 2 g/100 g, medido em balança de alta precisão (Chyo Balance Corp, modelo JK-200, Japão,  $\pm 0,001\text{ g}$ ).

A temperatura foi mantida em 25 °C por um banho ultra-termostático (Marconi, modelo MA-184, Brasil, temperatura de operação entre 10 °C e 100 °C). Para cada tempo referente à cinética foram utilizados frascos de vidro distintos e devidamente identificados que continham a solução osmótica previamente pesada. Esses frascos foram inseridos no banho e, somente

após a solução osmótica atingir a temperatura de processo, foram inseridas as fatias de cambuci de massas conhecidas de forma a garantir a razão F/S.

Para assegurar que todos os pedaços de frutos ficassem submersos, foi inserido junto a cada recipiente um utensílio de material inerte e, assim, o sistema foi fechado com uma tampa.

As amostras submetidas ao processo de osmose foram pesadas em balança de precisão (Chyo Balance Corp, modelo JK-200, Japão,  $\pm 0,001$  g) antes e depois de cada tempo da avaliação cinética do processo para ser possível verificar a variação de massa. Após coletadas as amostras de frutas, o excesso de solução osmótica na superfície foi retirado com papel absorvente e, posteriormente, foram acondicionadas na geladeira em embalagens de polietileno de baixa densidade identificadas conforme o tempo de coleta até a realização de posteriores análises.

Foram realizadas as seguintes análises físico-químicas nas fatias de frutos: umidade, pH, acidez titulável, teor de sólidos solúveis e atividade de água. Todas as análises foram realizadas em triplicatas para as frutas *in natura* e após 15 min durante os primeiros 30 min e a cada hora até completar 6 h de processo. Os métodos físico-químicos estão descritos no item 0.

Também foram armazenadas alíquotas das soluções osmóticas de cada tempo de processo para avaliação em caso de necessidade.

#### 4.3.2.1. Balanços de massa

A verificação da qualidade dos dados experimentais foi feita pela avaliação das curvas de balanços de massa de acordo com a Equação 4.1 proposta por Fito e Chiralt (1996).

$$\left(\Delta M_t^{st} + \Delta M_t^w\right) \text{ versus } \left(\Delta M_t^0\right) \quad (4.1)$$

Em que:

$$\Delta M_t^0 = \frac{M_t^0 - M_0^0}{M_0^0} \quad (4.2)$$

$$\Delta M_t^w = \frac{M_t^0 x_t^w - M_0^0 x_0^w}{M_0^0} \quad (4.3)$$

$$\Delta M_t^{st} = \frac{M_t^0 x_t^{st} - M_0^0 x_0^{st}}{M_0^0} \quad (4.4)$$

Em que:  $M$  é a massa total [g] para cada tempo  $t$ ;  $x$  é a fração mássica referente a cada tempo  $t$  e os sobrescritos 0,  $w$  e  $st$  indicam a composição total, água e sólidos totais, respectivamente.

### 4.3.2.2. Modelagem matemática

Os fenômenos de transferência de água e de sólidos solúveis foram estudados ao longo do processo com o auxílio de modelos empíricos e fenomenológicos previamente apresentados na Revisão Bibliográfica.

Para o ajuste dos dados conforme o modelo de Peleg (1988), a variação da umidade ( $NMC$ ) e de sólidos solúveis ( $NSS$ ) foi normalizada, conforme as Equações 4.5 e 4.6, respectivamente, e, assim, a Equação 3.1 foi reescrita para a umidade e sólidos solúveis normalizados (Equações 4.7 e 4.8).

$$NMC = \frac{X_t}{X_0} \quad (4.5)$$

$$NSS = \frac{M_t^{ss}}{M_0^{ss}} \quad (4.6)$$

$$NMC_t = 1 - \frac{t}{k_1^w + k_2^w t} \quad (4.7)$$

$$NSS_t = 1 + \frac{t}{k_1^{ss} + k_2^{ss} t} \quad (4.8)$$

Em que:  $X_t$  é a umidade para cada tempo do processo (base seca) [g/g];  $X_0$  é a umidade inicial (base seca) [g/g];  $M_t^{ss}$  é a massa de sólidos solúveis para cada tempo do processo [g];  $M_0^{ss}$  é a massa inicial de sólidos solúveis [g];  $t$  é o tempo [h];  $k_1^w$  e  $k_1^{ss}$  são os parâmetros do modelo de Peleg relacionados às taxas iniciais de transferência de água ( $w$ ) e sólidos solúveis ( $ss$ ), respectivamente [h(g/g)];  $k_2^w$  e  $k_2^{ss}$  são os parâmetros do modelo de Peleg relacionados às condições de equilíbrio de água ( $w$ ) e sólidos solúveis ( $ss$ ), respectivamente [g/g].

A massa de sólidos solúveis ( $M_t^{ss}$ ) foi calculada conforme a Equação (4.9). em que  $SS_t$  é a medida do teor de sólidos solúveis [°Brix] obtida conforme descrito no item 4.2.3.

$$M_t^{ss} = \frac{M_t^w \left( \frac{SS_t}{100} \right)}{1 - \left( \frac{SS_t}{100} \right)} \quad (4.9)$$

A taxa inicial de transferência de massa ( $F_0$ ) é o inverso do parâmetro  $k_1$  e os dados de equilíbrio previstos pelo modelo de Peleg (1988) são calculados quando  $t \rightarrow \infty$  nas Equações 4.7 e 4.8 e resultam nas Equações 4.10 e 4.11, respectivamente.

$$NMC_{eq} = 1 - \frac{1}{k_2^w} \quad (4.10)$$

$$NSS_{eq} = 1 + \frac{1}{k_2^{ss}} \quad (4.11)$$

A estimativa da difusividade efetiva da água ( $D_{eff}$ ) foi feita por meio de um modelo fenomenológico. Para isso foi aplicada a solução analítica da segunda Lei de Fick proposta por Crank (1975) para placa semi-infinita conforme a Equação 3.2. Foi considerado que a transferência de massa ocorre somente no sentido perpendicular ao diâmetro do pedaço de fruto cuja espessura  $2l$  da Equação 3.2 é de 7 mm. Foi assumido processo isotérmico, e que a resistência externa à transferência de massa, a transferência de outros componentes da fruta para a água e o encolhimento do fruto são desprezíveis. Também foi considerado que o coeficiente de difusividade efetiva da água é constante ao longo do processo.

Foram adotadas as seguintes condições de contorno:

$$t = 0, -l < x < l, X = X_0$$

$$t > 0, x = 0, \frac{dX}{dx} = 0$$

$$t > 0, x = l, X = X_{eq}$$

Ou seja, no início do processo a umidade da amostra ( $X$ ) está uniformemente distribuída ao longo da dimensão característica da amostra ( $x$ ) e é igual à umidade inicial ( $X_0$ ). Ao longo do processo a umidade está uniformemente distribuída ao longo da geometria da fruta (simetria) e na superfície é igual à umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) que foi determinada com isotermas.

A quantidade de substância difundida ( $M$ ), contabilizada como perda de água ( $ML$ ), foi calculada de acordo com a Equação 4.12, sendo que  $y$  representa a composição da *FLP*, calculada conforme a Equação 3.3, item 3.3.1.3.

$$\frac{ML_t}{ML_{eq}} = \frac{y_0^w - y_t^w}{y_0^w - y_{eq}^w} \quad (4.12)$$

A difusividade efetiva da água ( $D_{eff}$ ) foi calculada na fase líquida do alimento pela Equação 4.13, a qual foi truncada no quarto termo ( $i = 4$ ) após a avaliação do acréscimo de diferentes quantidades de termos.

$$\frac{ML_t}{ML_{eq}} = 1 - \sum_{i=0}^{\infty} \frac{8}{(2i+1)^2 \pi^2} \exp \left\{ - (2i+1)^2 \frac{\pi^2 D_{eff} t}{4l^2} \right\} \quad (4.13)$$

#### 4.4. Secagem convectiva

Com base nos resultados obtidos do estudo de desidratação osmótica, uma das condições foi selecionada como pré-tratamento para ser comparada com resultados obtidos pelo processamento das amostras *in natura*. Nos próximos itens serão apresentados os métodos utilizados para o estudo da influência do pré-tratamento sobre a secagem convectiva.

##### 4.4.1. Isotermas de sorção

As isotermas fornecem informações úteis ao dimensionamento do processo de secagem convectiva tais como umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) e à estabilidade do produto como, por exemplo, umidade da monocamada ( $X_m$ ).

Curvas de sorção foram obtidas em um equipamento VSA (Aqualab, Meter Group, EUA), mostrado na Figura 4.2.

Figura 4.2 – Equipamento VSA (Vapor Sorption Analyser) utilizado para a produção de isotermas de sorção.



Fonte: O próprio autor.

O equipamento dispõe de uma balança de alta precisão para medir a massa e sensor de ponto de orvalho para a determinação das atividades de água ( $a_w$ ) da amostra que é inserida em uma câmara selada. Dentro dessa câmara, a amostra é submetida a um fluxo de ar cuja temperatura e umidade relativa são controladas nas condições em que se deseja obter a isoterma. É possível produzir curvas por dois métodos: dinâmico (DDI) e estático (DVS). No método DDI, as medidas de massa e  $a_w$  são obtidas conforme a faixa e passo de  $a_w$  desejados sem que

seja esperado o equilíbrio. Já no método DVS, o equilíbrio da massa de amostra para cada  $a_w$  desejada é atingido.

A fim de garantir as condições operacionais do equipamento, frutos de cambuci foram descongelados, descascados e cortados em fatias com cerca de 5 mm de espessura e submetidos a desidratação para a redução da  $a_w$  a um valor inferior a 0,9, uma vez que o fruto *in natura* apresenta  $a_w$  superior ao limite de operação do equipamento.

No caso das amostras sem sorbitol, foi utilizado um secador de bandejas (Labmaq, modelo LM.ES-20, Brasil) a 50 °C, velocidade do ar de 4 m/s e umidade relativa (UR) de 30 %. Essas amostras foram identificadas como *in natura*. Já as amostras pré-tratadas osmoticamente, o procedimento descrito no item 4.3 foi conduzido, sendo que o tempo necessário para atingir  $a_w$  igual a 0,9 foi determinado da cinética do tratamento de desidratação osmótica.

Para garantir maior uniformidade das amostras, as sementes foram removidas e o fundo da cápsula previamente tarada do VSA foi totalmente preenchido conforme ilustrado na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Amostra de cambuci inserida na cápsula antes do processo de sorção.



Fonte: O próprio autor.

Para a determinação da umidade (base seca), a massa inicial de sólidos secos foi determinada conforme item 4.2.1 e considerada constante ao longo do processo e, com essa informação e a massa registrada em cada ponto da curva, a umidade correspondente a cada  $a_w$  foi quantificada.

As curvas de dessorção e de adsorção foram obtidas, em triplicatas, para cada tratamento. Foi utilizado o método DDI a (40, 50 e 60) °C e amostras *in natura* e osmoticamente desidratadas (pré-tratadas), o que totalizou 6 tratamentos. O fluxo de ar foi fixado em 160 mL  $\text{min}^{-1}$  e  $a_w$  variou entre 0,9 e 0,1 com passos de 0,01 com o intuito de garantir alta resolução.

Uma vez que as informações de equilíbrio são dadas pelo método DVS, curvas de sorção foram obtidas para uma das condições estudadas no método DDI, com o intuito de verificar se há sobreposição de dados DVS e DDI e, caso positivo, se essa sobreposição ocorre na dessorção

ou adsorção. Essa informação é útil para adotar modelos matemáticos baseados em dados de equilíbrio e também obter umidades de equilíbrio para a umidade relativa adotada na secagem convectiva. Sendo assim, foi obtida uma isoterma a 50 °C pelo método DVS (dessorção e adsorção) para  $a_w$  entre 0,9 a 0,1 com passo 0,1 e fluxo de ar de 160 mL/min com amostra previamente tratada com sorbitol. O equilíbrio foi considerado estabelecido quando a variação de massa foi inferior a 0,01 %.

#### **4.4.1.1. Modelagem matemática**

Os dados das curvas de sorção identificados como sendo de equilíbrio foram utilizados para a modelagem matemática.

Foram feitas regressões não-lineares dos modelos BET, GAB e  $\zeta$  apresentados pelas Equações 3.9, 3.10 e 3.11 (item 3.4.1), respectivamente. Os critérios de avaliação dos ajustes dos modelos estão descritos no item 4.5.

A entalpia de sorção foi determinada conforme a Equação 3.15.

#### **4.4.2. Curvas de secagem**

As curvas de secagem de fatias de cambuci foram obtidas em equipamento de secagem convectiva (Labmaq, modelo LM.ES-20, Brasil) de escala piloto que opera em batelada e tem capacidade para carga inicial de 4 kg. No equipamento existe um sistema de aquisição de dados que permite obter a massa em tempo real e o registro é feito a cada minuto.

Conforme pode ser observado na Figura 4.4, o equipamento é compreendido por dois módulos sendo o superior uma câmara de secagem que contém 4 bandejas com células de carga independentes que permitem acompanhar a variação de massa ao longo do processo e o inferior contém os dispositivos responsáveis pelo controle e comando do equipamento.

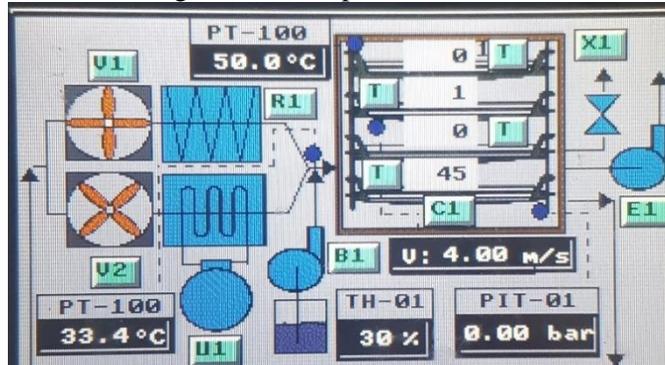
Figura 4.4 – Equipamento de secagem convectiva Labmaq.



Fonte: O próprio autor.

A Figura 4.5 mostra os dispositivos que compõem o equipamento, em que:

Figura 4.5 – Dispositivos do secador Labmaq.



C1 = Câmara de secagem (módulo superior);

T = Células de carga acopladas a cada uma das 4 bandejas;

V1 e V2 = ventiladores de vazão de  $24,6 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ ;

PT-100 = Sensores de temperatura da câmara do módulo superior e do termo higrômetro;

R1 = Resistência de 3500 W;

U1 = Unidade de refrigeração de 186 W para a retirada de umidade;

B1 = Bomba peristáltica que atua no sistema de atomização composto também por bico atomizador que adiciona água ao sistema;

TH-01 = Termo higrômetro que atua no controle da umidade;

E1 = Bomba de vácuo com capacidade nominal de 0,6 bar;

X1 = Válvula solenóide que atua quando é acionada a formação de vácuo.

Fonte: O próprio autor.

As condições de processo adotadas foram (40, 50 e 60) °C, 20 % de UR (umidade relativa) e velocidade do ar de secagem de 4 m/s para amostras *in natura* e osmoticamente pré-tratadas com 60 g/100 g de sorbitol durante 2 h conforme descrito no item 0. Os ensaios foram realizados em duplicatas.

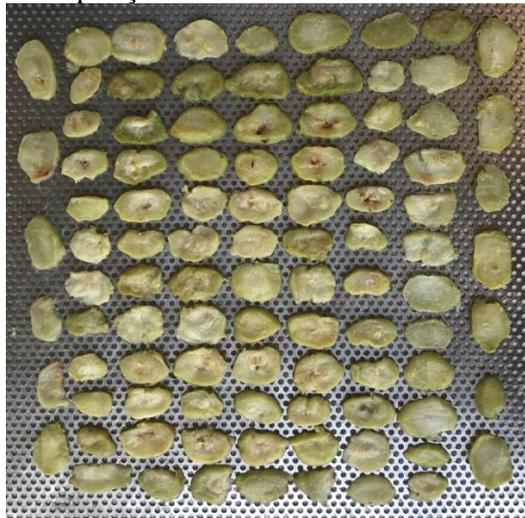
As amostras foram dispostas em uma única bandeja conforme apresentado na Figura 4.6 de modo a acomodar cerca de 1 kg de material para que fosse garantida a leitura da massa dentro da faixa de precisão da célula de carga.

A verificação da massa da bandeja junto com as amostras foi feita antes e depois de cada ensaio, em uma balança de precisão e a variação do valor em relação à balança do equipamento foi inferior a 5 %.

A determinação da umidade inicial ( $X_0$ , base seca) foi feita conforme descrito no item 4.2.1 e o valor de sólidos secos obtidos foi considerado constante para, assim, determinar a umidade para cada tempo do processo ( $X_t$ ).

Os dados de  $X_t$  e  $X_0$  foram utilizados em conjunto com os valores de  $X_{eq}$  determinados pelas isotermas de sorção para o cálculo da razão da umidade ( $MR$ ) apresentada pela Equação 3.8 para construir as curvas de cinética de secagem.

Figura 4.6 – Disposição das fatias de cambuci na bandeja do secador.



Fonte: O próprio autor.

As taxas de secagem foram calculadas pela derivada de  $X_t$  em relação ao tempo para identificar a ocorrência de períodos de taxas constante e decrescente e, com isso, avaliar trechos da curva em que é possível adotar como predominante o mecanismo difusivo para a posterior modelagem matemática.

#### 4.4.2.1. Modelagem matemática

Os dados experimentais obtidos das curvas de cinética de secagem foram usados para o ajuste dos modelos empíricos apresentados na Tabela 3.7, item 3.3.2.1.

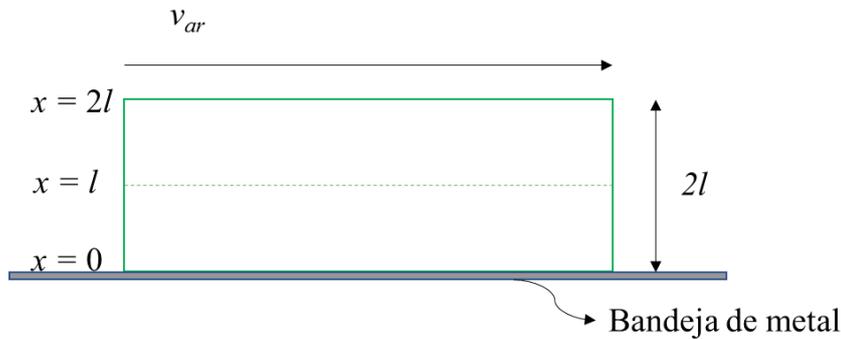
A difusividade efetiva da água ( $D_{eff}$ ) foi obtida de acordo com a solução analítica da Lei de Fick proposta por Crank (1975) para placa semi-infinita apresentada pela Equação 3.2. As condições de contorno consideradas foram: umidade inicial uniformemente distribuída, a simetria ocorre a partir da superfície ( $2l$ ) e a umidade na superfície é igual à  $X_{eq}$  (Figura 4.7).

$$t = 0, 0 < x < 2l, X = X_0$$

$$t > 0, x = 2l, \frac{dX}{dx} = 0$$

$$t > 0, x = 2l, X = X_{eq}$$

Figura 4.7 – Representação da fatia de cambuci para determinação das condições de contorno.



Fonte: O próprio autor.

Essas condições de contorno foram aplicadas à Equação 3.2, que continuou com a mesma expressão.

$$MR = \sum_{i=0}^{\infty} \frac{8}{(2i+1)^2 \pi^2} \exp \left\{ - (2i+1)^2 \frac{\pi^2 D_{eff} t}{4l^2} \right\} \quad (3.2)$$

Os ajustes dos modelos matemáticos empíricos e o cálculo da  $D_{eff}$  foram feitos por meio de regressão não-linear sendo que, no caso da Equação 3.2, foi avaliado o impacto do número de termos ( $i$ ) ao expandir a série para, assim, ser truncada sem que houvesse impacto nos cálculos.

### 4.3. Transição vítrea

Com o objetivo de determinar a transição vítrea, as análises de calorimetria foram realizadas em um calorímetro diferencial de varredura (DSC Q2000, TA Instruments, New Castle, EUA). Um cadinho de alumínio hermético (Tzero) com cerca de 20 mg de cambuci *in natura* foi inserido no equipamento que já continha outro cadinho de referência com as mesmas especificações, porém vazio. A temperatura do equipamento foi resfriada a 50 mL/min até  $-90$  °C por um sistema de refrigeração (RCS 90). O programa de temperatura empregado na amostra foi resfriamento a uma taxa de 20 °C/min até  $-90$  °C, seguido de um período de manutenção a  $-90$  °C por 5 min, e então aquecimento até 80 °C a uma taxa de 20 °C/min. As análises foram realizadas em triplicata e as temperaturas em que houve a mudança de estado foram

determinadas com o auxílio do software TA Universal Analysis (TA Instruments, New Castle, EUA).

#### **4.4. Análise estatística dos resultados**

A comparação das médias foi feita por ANOVA e o teste de Tukey foi aplicado aos pares de médias ( $p < 0,05$ ) com o auxílio do software Statgraphics Centurion XV (Statgraphics Technologies, Tulsa, EUA).

Os ajustes de regressões não lineares foram feitos pelo método dos mínimos quadrados. Os parâmetros iniciais foram inicialmente estimados no Excel através de análise gráfica e pela minimização dos erros quadráticos utilizando a ferramenta solver para, em seguida, utilizar o software Statgraphics Centurion XV (Tulsa, EUA) com algoritmo de Marquardt para minimizar os erros dos parâmetros ( $p < 0,05$ ).

As validações dos ajustes dos modelos foram feitas pela avaliação da distribuição dos resíduos, erro médio absoluto (MAE), erro padrão (EP) e coeficiente de determinação ajustado ( $r_{aj}^2$ ) que considera o número de parâmetros do modelo.



## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados da desidratação de cambuci que teve como objetivo principal avaliar o efeito do pré-tratamento sobre a secagem convectiva.

### 5.1. Caracterização dos lotes de cambuci

Na Tabela 5.1 estão apresentados os resultados das análises físico-químicas dos diferentes lotes de cambuci provenientes de diferentes safras utilizados no presente trabalho.

Conforme pode ser observado, não há diferença significativa entre os lotes estudados em relação à umidade ( $X$ ) e ao pH. Assim como foi observado por Tokairin et al. (2018), dentre os parâmetros avaliados, a acidez titulável ( $AT$ ) apresentou maior coeficiente de variação.

Entretanto, os lotes diferem-se significativamente em relação ao teor de sólidos solúveis ( $SS$ ) e acidez titulável ( $AT$ ), sendo que o lote 3 apresenta maior valor de  $SS$  e os lotes 3 e 4 são mais ácidos do que os demais ( $p < 0,05$ ). Essas diferenças refletiram nos valores de *ratio*, e, conforme pode ser observado, o lote 2 apresenta esse parâmetro significativamente maior do que os lotes 3 e 4 ( $p < 0,05$ ).

Tabela 5.1 – Umidade ( $X$ ), teor de sólidos solúveis ( $SS$ ), pH, acidez titulável ( $AT$ ) expressa como ácido cítrico e *ratio* ( $SS/AT$ ) dos diferentes lotes de cambuci utilizados, de acordo com a safra.

Lotes/ Safras	$X$ [g/g b.s.]	$SS$ [°Brix]	pH	$AT$ [g/100 g]	<i>ratio</i>
1/2016	6,944 ± 0,130 <sup>a</sup>	9,17 ± 0,35 <sup>a</sup>	2,97 ± 0,05 <sup>a</sup>	2,31 ± 0,04 <sup>a</sup>	3,97 ± 0,22 <sup>ab</sup>
2/2017	6,038 ± 0,826 <sup>a</sup>	10,0 ± 0,75 <sup>a</sup>	3,01 ± 0,15 <sup>a</sup>	2,33 ± 0,31 <sup>a</sup>	4,38 ± 0,67 <sup>b</sup>
3/2018	6,291 ± 0,923 <sup>a</sup>	11,8 ± 0,10 <sup>b</sup>	2,81 ± 0,11 <sup>a</sup>	3,65 ± 0,20 <sup>b</sup>	3,23 ± 0,18 <sup>a</sup>
4/2019	5,836 ± 0,171 <sup>a</sup>	10,0 ± 0,38 <sup>a</sup>	3,02 ± 0,22 <sup>a</sup>	3,44 ± 0,04 <sup>b</sup>	2,90 ± 0,14 <sup>a</sup>
<b>Média</b>	6,106	10,1	3,00	2,50	4,17
<b>Desvio Padrão</b>	0,800	0,85	0,15	0,52	0,76
<b>CV [%]</b>	13,10	8,41	5,14	20,6	18,3

\*Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa entre as médias ( $p > 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

Os valores de umidades de todos os lotes foram inferiores ao determinado por Vallilo et al. (2005). Esse resultado era esperado, uma vez que as análises foram realizadas em frutos previamente congelados e descongelados que tiveram sua estrutura alterada devido aos colapsos

causados pelos cristais de gelo. Além disso os frutos são provenientes de produtores e safras diferentes.

Os resultados confirmam que os frutos apresentam elevada acidez e, nos casos dos lotes 3 e 4, os valores de *AT* são superiores aos valores determinados por Tokairin et al. (2018) que variaram entre (1,29 e 2,90) g/100 g. Conforme mencionado pelos autores, é esperado que haja grande variabilidade dos parâmetros físico-químicos pois o cultivo do cambuci ainda não foi tecnificado. Além disso, os autores estudaram frutos de localidade diferente a do presente estudo e variáveis como tipo de solo, por exemplo, podem influenciar as características dos frutos.

## **5.2. Desidratação osmótica**

Os resultados do estudo de desidratação osmótica serão apresentados nas próximas seções. As tabelas de análise de variância (ANOVA) e análises de resíduos estão disponíveis nos Apêndices A e B.

### **5.2.1. Estudo preliminar**

A concentração de soluto e o tempo de desidratação osmótica foram os fatores mais significativos ( $p < 0,05$ ) para a umidade ( $X$ ) e o teor de sólidos solúveis ( $SS$ ) de fatias de cambuci desidratadas em soluções osmóticas com diferentes concentrações de sorbitol e com ou sem agitação mecânica (Tabelas 5.2 e 5.3).

Conforme pode ser observado, houve redução da umidade e aumento do teor de sólidos solúveis de forma significativa ao longo do processo em todos os tratamentos estudados ( $p < 0,05$ ), sendo que as maiores alterações ocorreram ao longo das primeiras duas horas. Isso está relacionado à maior força motriz no início do processo, uma vez que à medida em que as amostras de frutos perdem água e incorporam sólidos solúveis, a diferença de potencial químico entre a solução osmótica e a fase líquida da matriz sólida é reduzida. Esse fenômeno também foi observado por Raoult-Wack (1994) que concluiu que os fenômenos de transferência de massa ocorrem durante as duas primeiras horas de desidratação osmótica a temperatura ambiente.

É possível observar, para os mesmos tempos de processo, que soluções osmóticas com maiores concentrações de sorbitol resultaram em amostras de cambuci com menor umidade e maior teor de sólidos solúveis de maneira significativa ( $p < 0,05$ ). Outros autores observaram

resultados semelhantes para yacon (BROCHIER; MARCZAK; NOREÑA, 2014), banana verde (CHAGURI et al., 2016), nectarina e ameixa (RODRÍGUEZ et al., 2012, 2017).

Tabela 5.2 – Umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h.

Agitação [rpm]	$t$ [h]	$X$ [g/g b.s.]		DMS
		Sorbitol [g/100 g]		
		40	60	
0	0	5,936 ± 0,926 <sup>eA</sup>	5,936 ± 0,926 <sup>eA</sup>	<b>0,100</b>
	0,5	1,830 ± 0,173 <sup>dB</sup>	1,213 ± 0,320 <sup>dA</sup>	<b>0,617</b>
	1	1,654 ± 0,085 <sup>cB</sup>	0,946 ± 0,009 <sup>cA</sup>	<b>0,708</b>
	2	1,424 ± 0,187 <sup>bB</sup>	0,723 ± 0,230 <sup>bA</sup>	<b>0,700</b>
	3	1,245 ± 0,066 <sup>aB</sup>	0,737 ± 0,142 <sup>bA</sup>	<b>0,501</b>
	4	1,281 ± 0,077 <sup>aB</sup>	0,556 ± 0,050 <sup>aA</sup>	<b>0,725</b>
	5	1,185 ± 0,029 <sup>aB</sup>	0,607 ± 0,098 <sup>aA</sup>	<b>0,578</b>
	6	1,188 ± 0,031 <sup>aB</sup>	0,602 ± 0,098 <sup>aA</sup>	<b>0,586</b>
<b>DMS</b>		<b>0,142</b>	<b>0,116</b>	
110	0	5,856 ± 0,075 <sup>eA</sup>	5,856 ± 0,075 <sup>eA</sup>	<b>0,100</b>
	0,5	1,710 ± 0,493 <sup>dB</sup>	0,902 ± 0,317 <sup>dA</sup>	<b>0,808</b>
	1	1,525 ± 0,257 <sup>cB</sup>	0,913 ± 0,293 <sup>dA</sup>	<b>0,612</b>
	2	1,340 ± 0,205 <sup>bB</sup>	0,667 ± 0,177 <sup>cA</sup>	<b>0,672</b>
	3	1,332 ± 0,041 <sup>bB</sup>	0,658 ± 0,057 <sup>bcA</sup>	<b>0,674</b>
	4	1,159 ± 0,009 <sup>aB</sup>	0,590 ± 0,104 <sup>bA</sup>	<b>0,569</b>
	5	1,276 ± 0,010 <sup>bB</sup>	0,620 ± 0,107 <sup>bcA</sup>	<b>0,656</b>
	6	1,171 ± 0,034 <sup>aB</sup>	0,488 ± 0,065 <sup>aA</sup>	<b>0,683</b>
<b>DMS</b>		<b>0,104</b>	<b>0,077</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e na mesma linha (maiúsculas) indicam que não há diferença significativa ( $p > 0,05$ ).

DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Tabela 5.3 – Sólidos solúveis (SS) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h.

Agitação [rpm]	<i>t</i> [h]	SS [°Brix]		DMS
		Sorbitol [g/100 g]		
		40	60	
0	0	10,0 ± 1,1 <sup>aA</sup>	10,0 ± 0,1 <sup>aA</sup>	<b>1,00</b>
	0,5	34,5 ± 2,6 <sup>bA</sup>	43,3 ± 7,2 <sup>bB</sup>	<b>8,82</b>
	1	36,6 ± 0,8 <sup>cA</sup>	48,5 ± 6,9 <sup>cB</sup>	<b>11,9</b>
	2	38,1 ± 1,3 <sup>dA</sup>	51,0 ± 5,0 <sup>dB</sup>	<b>12,9</b>
	3	42,3 ± 3,0 <sup>eA</sup>	51,4 ± 1,8 <sup>dB</sup>	<b>10,2</b>
	4	47,4 ± 1,7 <sup>gA</sup>	57,1 ± 3,2 <sup>eB</sup>	<b>9,78</b>
	5	41,8 ± 1,5 <sup>eA</sup>	55,6 ± 1,9 <sup>eB</sup>	<b>13,8</b>
	6	44,1 ± 3,5 <sup>fA</sup>	56,8 ± 3,1 <sup>eB</sup>	<b>12,7</b>
<b>DMS</b>		<b>1,5</b>	<b>2,5</b>	
110	0	10,3 ± 0,1 <sup>aA</sup>	10,3 ± 0,1 <sup>aA</sup>	<b>1,00</b>
	0,5	34,1 ± 7,2 <sup>bA</sup>	46,8 ± 0,3 <sup>bB</sup>	<b>12,7</b>
	1	35,2 ± 6,9 <sup>cA</sup>	45,4 ± 8,2 <sup>bB</sup>	<b>10,2</b>
	2	39,0 ± 5,0 <sup>efA</sup>	54,4 ± 7,4 <sup>dB</sup>	<b>15,4</b>
	3	37,4 ± 1,8 <sup>dA</sup>	54,2 ± 1,7 <sup>dB</sup>	<b>16,7</b>
	4	40,6 ± 3,2 <sup>gA</sup>	54,3 ± 4,6 <sup>dB</sup>	<b>13,7</b>
	5	38,4 ± 1,9 <sup>deA</sup>	51,4 ± 1,7 <sup>eB</sup>	<b>13,0</b>
	6	40,0 ± 3,1 <sup>fgA</sup>	57,6 ± 3,2 <sup>eB</sup>	<b>17,7</b>
<b>DMS</b>		<b>1,1</b>	<b>2,8</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e linha (maiúsculas) indicam que não há diferenças significativas ( $p > 0,05$ ).

DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

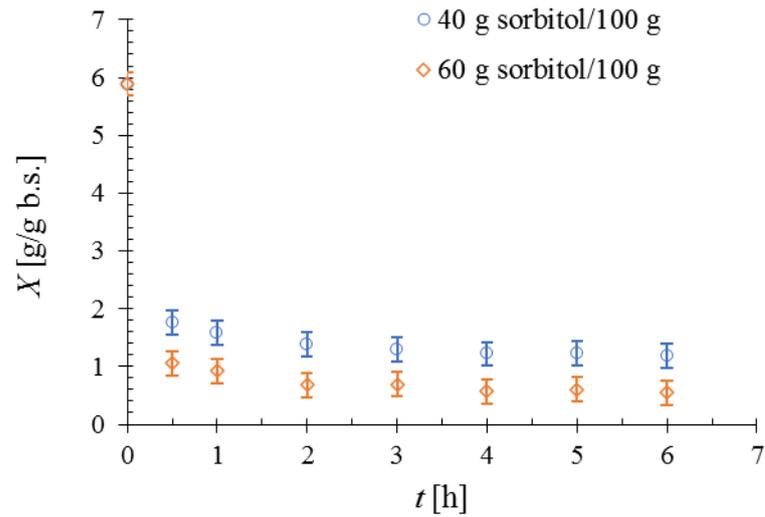
Fonte: O próprio autor.

Foi observada interação significativa ( $p < 0,05$ ) entre dois fatores (concentração do soluto e tempo de processo) para a umidade, que pode ser visualizada na Figura 5.1. Para o teor de sólidos solúveis (SS) as interações significativas de dois fatores podem ser visualizadas na Figura 5.2 entre agitação e tempo de processo (Fig. 5.2a), entre concentração de sorbitol e tempo (Fig. 5.2b) e entre agitação e concentração de sorbitol (Fig. 5.2c).

Conforme apontado por Ramya e Jain (2016), a agitação tem como função garantir que não haja a formação de um filme sobre a superfície de amostras tratadas com soluções osmóticas concentradas que apresentem alta viscosidade. A remoção desse filme elimina uma barreira ao transporte de massa e, com isso, é possível garantir maior eficiência ao processo. No presente trabalho, esse efeito somente foi verificado no início do processo (Figura 5.2a) e, portanto, não justifica o emprego da agitação. O efeito hidrodinâmico conferido pela agitação é mais importante no início do processo, uma vez que o pseudo-equilíbrio ainda não foi

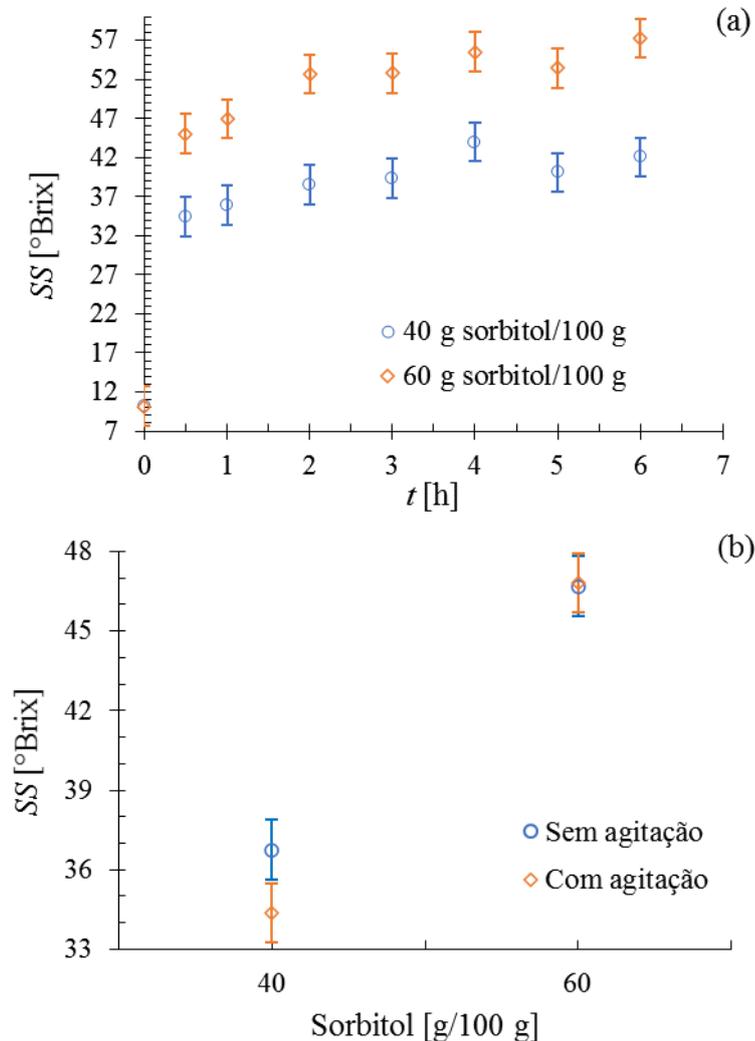
estabelecido e a partir do momento que isso ocorre, o efeito da agitação torna-se desprezível. Dessa forma, dentre as variáveis de interesse estudadas, devem ser consideradas mais relevantes a composição da solução osmótica e o tempo de processo.

Figura 5.1 - Interação significativa de dois fatores ( $p < 0,05$ ) entre tempo ( $t$ ) e concentração de sorbitol observada para a umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h.



Fonte: O próprio autor.

Figura 5.2 – Interações significativas ( $p < 0,05$ ) entre dois fatores observadas para o teor de sólidos solúveis (SS) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica ao longo de 6 h: (a) concentração de sorbitol e tempo ( $t$ ); (b) e entre agitação mecânica e concentração de sorbitol.



Fonte: O próprio autor

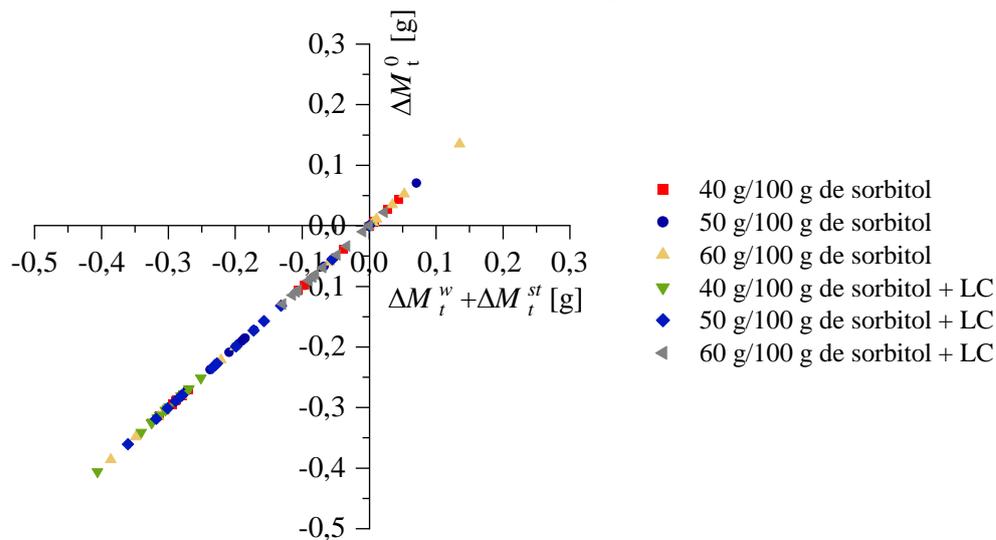
### 5.2.2. Enriquecimento da solução osmótica com lactato de cálcio

Conforme observado anteriormente, a composição da solução osmótica é um fator de grande relevância à remoção de água no processo de desidratação osmótica. A fim de buscar a otimização do processo foi também estudada a adição de lactato de cálcio (2 g/100 g) em soluções osmóticas com diferentes concentrações: (40, 50 e 60) g/100 g.

Na Figura 5.3 estão mostradas as variações de massa calculadas a partir dos balanços de massa (Equações 4.5 a 4.8) obtidas do processo de desidratação de fatias de cambuci com as soluções osmóticas enriquecidas ou não com lactato de cálcio (LC). Como pode ser observado, os pontos referentes às variações de massa estão distribuídos por uma diagonal que cruza a

origem do gráfico, o que está em conformidade com a metodologia proposta por Fito e Chiralt (1996), que propõe que a variação de massa total ( $\Delta M_t^0$ ) é decorrente dos somatórios das variações de massa de água e de sólidos totais presentes nas fatias de cambuci ( $\Delta M_t^w + \Delta M_t^{st}$ ).

Figura 5.3 – Variações de massa total ( $\Delta M_t^0$ ) em função das variações de sólidos totais ( $\Delta M_t^{st}$ ) e de água ( $\Delta M_t^w$ ), calculadas de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica em soluções com três diferentes concentrações de sorbitol e enriquecidas com lactato de cálcio (LC) ao longo de 6 h.



Fonte: O próprio autor.

### 5.2.2.1. Análises físico-químicas

Os parâmetros físico-químicos observados ao longo do processo de desidratação de fatias de cambuci em soluções osmóticas com diferentes composições estão apresentados nas Tabelas 5.4 a 5.8. ANOVA aplicada aos resultados indica que os fatores tempo e concentração de sorbitol foram os efeitos significativos em todos os parâmetros físico-químicos ( $p < 0,05$ ). A adição de LC foi significativa somente ao pH ( $p < 0,05$ ). Pode ser observado que as principais alterações ocorreram durante as primeiras duas horas de processo e que soluções osmóticas com maior concentração de sorbitol promoveram maiores alterações nos parâmetros estudados, como esperado.

Tabela 5.4 - Umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC) ao longo de 6 h.

LC [g/100 g]	$t$ [h]	$X$ [g/g b.s.]			DMS
		Sorbitol [g/100 g]			
		40	50	60	
0	0	6,952 ± 0,130 <sup>fB</sup>	5,600 ± 0,269 <sup>fA</sup>	5,616 ± 0,075 <sup>gA</sup>	<b>1,148</b>
	0,25	3,141 ± 0,184 <sup>eC</sup>	2,298 ± 0,283 <sup>eB</sup>	1,973 ± 0,038 <sup>fA</sup>	<b>0,325</b>
	0,5	2,718 ± 0,333 <sup>dB</sup>	1,839 ± 0,102 <sup>dA</sup>	1,763 ± 0,173 <sup>eA</sup>	<b>0,879</b>
	1	1,963 ± 0,121 <sup>cC</sup>	1,615 ± 0,100 <sup>cB</sup>	1,069 ± 0,136 <sup>dA</sup>	<b>0,348</b>
	2	1,623 ± 0,067 <sup>bC</sup>	1,112 ± 0,116 <sup>bB</sup>	0,888 ± 0,116 <sup>cA</sup>	<b>0,224</b>
	3	1,384 ± 0,067 <sup>abC</sup>	0,967 ± 0,027 <sup>abB</sup>	0,796 ± 0,059 <sup>bcA</sup>	<b>0,171</b>
	4	1,328 ± 0,117 <sup>aB</sup>	0,850 ± 0,096 <sup>aA</sup>	0,719 ± 0,045 <sup>abA</sup>	<b>0,478</b>
	6	1,308 ± 0,037 <sup>aB</sup>	0,819 ± 0,076 <sup>aC</sup>	0,626 ± 0,029 <sup>aA</sup>	<b>0,193</b>
<b>DMS</b>		<b>0,295</b>	<b>0,224</b>	<b>0,169</b>	
2	0	5,813 ± 0,313 <sup>eB</sup>	6,215 ± 0,298 <sup>gB</sup>	5,789 ± 0,236 <sup>gA</sup>	<b>0,024</b>
	0,25	3,029 ± 0,269 <sup>dC</sup>	2,412 ± 0,197 <sup>fB</sup>	1,897 ± 0,153 <sup>fA</sup>	<b>0,512</b>
	0,5	2,732 ± 0,149 <sup>dC</sup>	1,803 ± 0,100 <sup>eB</sup>	1,500 ± 0,091 <sup>eA</sup>	<b>0,303</b>
	1	2,209 ± 0,127 <sup>cC</sup>	1,408 ± 0,055 <sup>dB</sup>	1,181 ± 0,022 <sup>dA</sup>	<b>0,227</b>
	2	1,568 ± 0,017 <sup>bC</sup>	1,296 ± 0,108 <sup>cB</sup>	0,848 ± 0,073 <sup>cA</sup>	<b>0,272</b>
	3	1,378 ± 0,137 <sup>abC</sup>	1,043 ± 0,041 <sup>bB</sup>	0,762 ± 0,091 <sup>bcA</sup>	<b>0,281</b>
	4	1,314 ± 0,112 <sup>abB</sup>	0,949 ± 0,035 <sup>aA</sup>	0,646 ± 0,209 <sup>abA</sup>	<b>0,365</b>
	6	1,203 ± 0,112 <sup>aC</sup>	0,917 ± 0,018 <sup>aB</sup>	0,551 ± 0,051 <sup>aA</sup>	<b>0,286</b>
<b>DMS</b>		<b>0,365</b>	<b>0,094</b>	<b>0,202</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e linha (maiúsculas) indicam que não há diferença significativa entre as médias ( $p>0,05$ ). DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Diferentemente do que foi observado por Tappi et al. (2017), Silva, Fernandes e Mauro (2014) e Mauro et al. (2016), a adição de lactato de cálcio à solução osmótica não potencializou significativamente a remoção de água das amostras ( $p>0,05$ ).

Tabela 5.5 – Atividade de água ( $a_w$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC) ao longo de 6 h.

LC [g/100 g]	$t$ [h]	$a_w$ [-]			DMS
		Sorbitol [g/100 g]			
		40	50	60	
0	0	0,983 ± 0,007 <sup>aB</sup>	0,953 ± 0,007 <sup>fA</sup>	0,960 ± 0,005 <sup>gA</sup>	<b>0,018</b>
	0,25	0,960 ± 0,005 <sup>dA</sup>	0,939 ± 0,011 <sup>eA</sup>	0,940 ± 0,019 <sup>fA</sup>	<b>0,022</b>
	0,5	0,960 ± 0,005 <sup>dB</sup>	0,934 ± 0,013 <sup>eAB</sup>	0,913 ± 0,005 <sup>eA</sup>	<b>0,032</b>
	1	0,953 ± 0,004 <sup>dA</sup>	0,929 ± 0,012 <sup>deA</sup>	0,900 ± 0,005 <sup>deA</sup>	<b>0,054</b>
	2	0,928 ± 0,006 <sup>cB</sup>	0,916 ± 0,016 <sup>cdB</sup>	0,887 ± 0,011 <sup>cdA</sup>	<b>0,028</b>
	3	0,923 ± 0,010 <sup>bcC</sup>	0,909 ± 0,010 <sup>bcB</sup>	0,876 ± 0,009 <sup>bcA</sup>	<b>0,014</b>
	4	0,918 ± 0,006 <sup>abB</sup>	0,897 ± 0,017 <sup>abB</sup>	0,862 ± 0,012 <sup>abA</sup>	<b>0,035</b>
	6	0,913 ± 0,006 <sup>aC</sup>	0,890 ± 0,007 <sup>aB</sup>	0,851 ± 0,016 <sup>aA</sup>	<b>0,023</b>
<b>DMS</b>		<b>0,010</b>	<b>0,014</b>	<b>0,020</b>	
2	0	0,961 ± 0,006 <sup>dA</sup>	0,961 ± 0,016 <sup>dA</sup>	0,975 ± 0,014 <sup>eA</sup>	<b>0,015</b>
	0,25	0,957 ± 0,008 <sup>dA</sup>	0,946 ± 0,007 <sup>cdA</sup>	0,939 ± 0,015 <sup>dA</sup>	<b>0,020</b>
	0,5	0,943 ± 0,005 <sup>cB</sup>	0,940 ± 0,009 <sup>bcAB</sup>	0,935 ± 0,008 <sup>dA</sup>	<b>0,008</b>
	1	0,943 ± 0,005 <sup>cA</sup>	0,937 ± 0,012 <sup>bcA</sup>	0,933 ± 0,008 <sup>dA</sup>	<b>0,011</b>
	2	0,932 ± 0,006 <sup>bB</sup>	0,926 ± 0,012 <sup>abAB</sup>	0,915 ± 0,017 <sup>cdA</sup>	<b>0,017</b>
	3	0,927 ± 0,006 <sup>bB</sup>	0,924 ± 0,015 <sup>abB</sup>	0,893 ± 0,014 <sup>bcA</sup>	<b>0,031</b>
	4	0,926 ± 0,005 <sup>abB</sup>	0,916 ± 0,020 <sup>aB</sup>	0,890 ± 0,009 <sup>abA</sup>	<b>0,026</b>
	6	0,918 ± 0,005 <sup>aB</sup>	0,909 ± 0,020 <sup>aB</sup>	0,863 ± 0,011 <sup>aA</sup>	<b>0,046</b>
<b>DMS</b>		<b>0,009</b>	<b>0,019</b>	<b>0,025</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e linha (maiúsculas) indicam que não há diferenças significativas ( $p>0,05$ ). DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Conforme esperado, a redução da  $a_w$  das fatias de cambuci foi maior em soluções osmóticas com maior concentração de sorbitol e a adição de LC não influenciou significativamente ( $p>0,05$ ). O menor valor de  $a_w$  observado foi 0,851 após 6 h de desidratação em solução de sorbitol de concentração de 60 g/100 g.

Silva, Fernandes e Mauro (2014) também não observaram diferença significativa entre os seis tratamentos de abacaxi em soluções osmóticas de diferentes concentrações de sorbitol e LC ( $p>0,05$ ). Entretanto, observaram uma tendência de redução de  $a_w$  quando utilizaram a solução preparada com LC na concentração de 4 g/100 g, valor superior ao testado no presente trabalho.

Embora os tratamentos em soluções osmóticas tenham reduzido a  $a_w$ , o menor valor obtido não garante a estabilidade microbiológica do alimento, uma vez que fungos se desenvolvem em meios com  $a_w$  próxima a 0,8 (OKOS et al., 2006).

Tabela 5.6 – Sólidos solúveis (SS) de fatias de cambuci submetidas à diferentes tratamentos de desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h.

LC [g/100 g]	t [h]	SS [°Brix]			DMS
		Sorbitol [g/100 g]			
		40	50	60	
0	0	9,18 ± 0,3 <sup>aA</sup>	10,2 ± 1,0 <sup>aB</sup>	9,83 ± 0,2 <sup>aAB</sup>	<b>1,0</b>
	0,25	19,6 ± 0,1 <sup>bA</sup>	26,8 ± 1,0 <sup>bC</sup>	23,9 ± 0,1 <sup>bB</sup>	<b>2,9</b>
	0,5	20,9 ± 4,7 <sup>bA</sup>	30,6 ± 0,6 <sup>cB</sup>	32,4 ± 0,5 <sup>cB</sup>	<b>4,2</b>
	1	29,5 ± 1,9 <sup>cA</sup>	33,3 ± 1,8 <sup>cB</sup>	38,2 ± 2,1 <sup>dC</sup>	<b>3,7</b>
	2	34,5 ± 1,6 <sup>dA</sup>	42,1 ± 1,5 <sup>dB</sup>	47,6 ± 1,5 <sup>eC</sup>	<b>5,5</b>
	3	38,0 ± 1,5 <sup>eA</sup>	44,4 ± 1,6 <sup>dB</sup>	48,0 ± 0,3 <sup>eC</sup>	<b>3,6</b>
	4	38,8 ± 1,1 <sup>eA</sup>	48,2 ± 2,5 <sup>eB</sup>	50,7 ± 0,1 <sup>fC</sup>	<b>2,5</b>
	6	39,3 ± 1,4 <sup>eA</sup>	49,3 ± 2,1 <sup>eB</sup>	51,4 ± 1,0 <sup>fC</sup>	<b>2,1</b>
<b>DMS</b>		<b>4,3</b>	<b>3,7</b>	<b>2,7</b>	
2	0	10,6 ± 0,1 <sup>aB</sup>	10,7 ± 0,3 <sup>aB</sup>	9,21 ± 0,3 <sup>aA</sup>	<b>1,3</b>
	0,25	19,1 ± 1,5 <sup>bA</sup>	21,1 ± 0,1 <sup>bB</sup>	26,8 ± 2,1 <sup>bC</sup>	<b>2,0</b>
	0,5	20,2 ± 1,3 <sup>bA</sup>	27,7 ± 1,2 <sup>cB</sup>	32,1 ± 1,9 <sup>bcC</sup>	<b>4,4</b>
	1	24,8 ± 1,1 <sup>cA</sup>	35,6 ± 0,3 <sup>dB</sup>	36,2 ± 1,8 <sup>cB</sup>	<b>10,7</b>
	2	32,6 ± 1,6 <sup>dA</sup>	43,2 ± 0,5 <sup>eB</sup>	46,7 ± 0,1 <sup>dB</sup>	<b>10,6</b>
	3	35,1 ± 0,2 <sup>deA</sup>	45,8 ± 1,2 <sup>fB</sup>	49,5 ± 3,7 <sup>dC</sup>	<b>3,7</b>
	4	36,4 ± 0,4 <sup>efA</sup>	46,2 ± 1,0 <sup>fgB</sup>	50,6 ± 3,0 <sup>dC</sup>	<b>4,4</b>
	6	38,9 ± 1,2 <sup>fA</sup>	47,1 ± 0,2 <sup>gB</sup>	52,8 ± 1,7 <sup>dC</sup>	<b>5,7</b>
<b>DMS</b>		<b>3,8</b>	<b>1,3</b>	<b>9,4</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e linha (maiúsculas) indicam que não há diferenças significativas ( $p>0,05$ ). DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

As fatias de cambuci desidratadas em soluções osmóticas binárias e ternárias com maior concentração de sorbitol (60 g/100 g) apresentaram maior incorporação de sólidos solúveis (SS) e a adição de LC não restringiu significativamente esse processo ( $p>0,05$ ). Silva, Fernandes e Mauro (2014) observaram que a adição de LC na concentração de 4 g/100 g em soluções osmóticas com sacarose restringiram significativamente a incorporação de SS. A restrição observada pelos autores pode ser atribuída à incorporação de  $Ca^{2+}$  na estrutura do fruto que resultam em alterações na permeabilidade das membranas de tecidos vegetais.

É importante destacar que no presente trabalho foram utilizados frutos de cambuci previamente congelados e descongelados e isso resulta em mudanças estruturais devido à formação de cristais de gelo. Esse processo de congelamento e descongelamento ajuda a remoção de água e a incorporação de sólidos solúveis durante o processo de desidratação osmótica sendo que, durante o descongelamento, a liberação de água já foi observada, como comentado no item 5.1. Essas alterações da estrutura decorrentes do congelamento e descongelamento e também o uso de menor concentração de LC em relação ao trabalho de Silva, Fernandes e Mauro (2014) podem ter contribuído com a redução do efeito da adição de lactato de cálcio.

Nas Tabelas 5.7 e 5.8 pode ser observado que houve redução da acidez titulável e aumento do pH das frutas ao longo do processo em todos os tratamentos. Ao relacionar esses dados com o pH da solução osmótica (Tabela 5.9), é possível inferir que houve a lixiviação dos ácidos orgânicos presentes nos frutos para a solução e redução do seu pH.

Segundo Vallilo et al. (2005), os frutos de cambucizeiros apresentam elevada acidez e, por isso, o consumo *in natura* torna-se restrito. Dessa forma, a redução da acidez titulável é um fator benéfico que pode ser um indicativo de melhora sensorial do produto ao ser associada ao aumento do teor de sólidos solúveis decorrente da incorporação de sorbitol.

Tabela 5.7 – Acidez titulável (AT) de fatias de cambuci submetidas à diferentes tratamentos de desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h.

LC [g/100 g]	t [h]	AT [g/100 g]			DMS
		Sorbitol [g/100 g]			
		40	50	60	
0	0	2,60 ± 0,09 <sup>eC</sup>	2,45 ± 0,05 <sup>eA</sup>	2,51 ± 0,03 <sup>dB</sup>	<b>0,06</b>
	0,25	1,61 ± 0,01 <sup>dA</sup>	2,32 ± 0,13 <sup>deB</sup>	2,30 ± 0,06 <sup>dB</sup>	<b>0,71</b>
	0,5	1,52 ± 0,32 <sup>dA</sup>	2,18 ± 0,10 <sup>dB</sup>	1,80 ± 0,13 <sup>cAB</sup>	<b>0,47</b>
	1	1,20 ± 0,03 <sup>cA</sup>	1,88 ± 0,12 <sup>cB</sup>	1,63 ± 0,25 <sup>bcAB</sup>	<b>0,68</b>
	2	0,91 ± 0,39 <sup>bA</sup>	1,52 ± 0,10 <sup>bB</sup>	1,43 ± 0,15 <sup>abB</sup>	<b>0,52</b>
	3	0,69 ± 0,16 <sup>abA</sup>	1,46 ± 0,06 <sup>bC</sup>	1,38 ± 0,16 <sup>abB</sup>	<b>0,08</b>
	4	0,59 ± 0,22 <sup>aA</sup>	1,10 ± 0,06 <sup>aB</sup>	1,25 ± 0,21 <sup>aC</sup>	<b>0,15</b>
	6	0,52 ± 0,27 <sup>aA</sup>	1,00 ± 0,20 <sup>aB</sup>	1,19 ± 0,01 <sup>aC</sup>	<b>0,19</b>
<b>DMS</b>		<b>0,29</b>	<b>0,27</b>	<b>0,37</b>	
2	0	2,36 ± 0,11 <sup>dA</sup>	2,58 ± 0,09 <sup>dA</sup>	3,18 ± 0,12 <sup>dA</sup>	<b>0,83</b>
	0,25	1,97 ± 0,30 <sup>cA</sup>	2,32 ± 0,20 <sup>dA</sup>	2,18 ± 0,14 <sup>cA</sup>	<b>0,40</b>
	0,5	1,68 ± 0,31 <sup>bcA</sup>	1,82 ± 0,12 <sup>cA</sup>	1,77 ± 0,05 <sup>bcA</sup>	<b>0,15</b>
	1	1,43 ± 0,03 <sup>bA</sup>	1,41 ± 0,04 <sup>bA</sup>	1,68 ± 0,11 <sup>bB</sup>	<b>0,25</b>
	2	1,04 ± 0,11 <sup>aA</sup>	1,22 ± 0,21 <sup>abA</sup>	1,57 ± 0,33 <sup>bB</sup>	<b>0,35</b>
	3	0,87 ± 0,03 <sup>aA</sup>	1,16 ± 0,09 <sup>aA</sup>	1,54 ± 0,06 <sup>abB</sup>	<b>0,38</b>
	4	0,97 ± 0,12 <sup>aA</sup>	1,05 ± 0,12 <sup>aA</sup>	1,36 ± 0,01 <sup>abB</sup>	<b>0,31</b>
	6	0,96 ± 0,03 <sup>aA</sup>	0,98 ± 0,04 <sup>aAB</sup>	1,09 ± 0,17 <sup>aB</sup>	<b>0,13</b>
<b>DMS</b>		<b>0,39</b>	<b>0,25</b>	<b>0,48</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e linha (maiúsculas) indicam que não há diferenças significativas ( $p > 0,05$ ). DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Tabela 5.8 – pH de fatias de cambuci submetidas a diferentes tratamentos de desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h.

LC [g/100 g]	t [h]	pH			DMS
		Sorbitol [g/100 g]			
		40	50	60	
0	0	2,92 ± 0,03 <sup>aA</sup>	2,85 ± 0,07 <sup>aA</sup>	2,83 ± 0,11 <sup>aA</sup>	<b>0,10</b>
	0,25	2,99 ± 0,03 <sup>abC</sup>	2,95 ± 0,17 <sup>bB</sup>	2,90 ± 0,03 <sup>abA</sup>	<b>0,04</b>
	0,5	3,01 ± 0,26 <sup>abA</sup>	2,99 ± 0,16 <sup>bcA</sup>	2,94 ± 0,12 <sup>bA</sup>	<b>0,09</b>
	1	3,18 ± 0,37 <sup>bcA</sup>	3,05 ± 0,14 <sup>cdA</sup>	2,95 ± 0,23 <sup>bA</sup>	<b>0,24</b>
	2	3,30 ± 0,23 <sup>cdB</sup>	3,13 ± 0,14 <sup>deAB</sup>	3,07 ± 0,15 <sup>cA</sup>	<b>0,23</b>
	3	3,40 ± 0,14 <sup>deB</sup>	3,13 ± 0,07 <sup>deA</sup>	3,10 ± 0,09 <sup>cdA</sup>	<b>0,27</b>
	4	3,61 ± 0,03 <sup>efB</sup>	3,16 ± 0,10 <sup>efA</sup>	3,18 ± 0,04 <sup>deA</sup>	<b>0,43</b>
	6	3,80 ± 0,02 <sup>fB</sup>	3,25 ± 0,14 <sup>fA</sup>	3,20 ± 0,02 <sup>eA</sup>	<b>0,55</b>
<b>DMS</b>		<b>0,22</b>	<b>0,09</b>	<b>0,10</b>	
2	0	3,01 ± 0,11 <sup>aA</sup>	3,08 ± 0,20 <sup>aB</sup>	2,92 ± 0,05 <sup>aA</sup>	<b>0,07</b>
	0,25	3,28 ± 0,04 <sup>bA</sup>	3,35 ± 0,11 <sup>bA</sup>	3,42 ± 0,15 <sup>bA</sup>	<b>0,15</b>
	0,5	3,40 ± 0,04 <sup>cA</sup>	3,49 ± 0,05 <sup>cA</sup>	3,50 ± 0,13 <sup>bcA</sup>	<b>0,11</b>
	1	3,54 ± 0,20 <sup>dA</sup>	3,61 ± 0,03 <sup>dA</sup>	3,56 ± 0,20 <sup>bcA</sup>	<b>0,08</b>
	2	3,84 ± 0,08 <sup>eB</sup>	3,77 ± 0,10 <sup>eAB</sup>	3,62 ± 0,13 <sup>bcB</sup>	<b>0,22</b>
	3	3,91 ± 0,07 <sup>efB</sup>	3,78 ± 0,06 <sup>efB</sup>	3,64 ± 0,16 <sup>cdA</sup>	<b>0,14</b>
	4	3,94 ± 0,10 <sup>efB</sup>	3,88 ± 0,12 <sup>fgB</sup>	3,70 ± 0,07 <sup>cdA</sup>	<b>0,18</b>
	6	3,97 ± 0,02 <sup>fC</sup>	3,95 ± 0,05 <sup>gB</sup>	3,85 ± 0,05 <sup>dA</sup>	<b>0,02</b>
<b>DMS</b>		<b>0,13</b>	<b>0,11</b>	<b>0,21</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e linha (maiúsculas) indicam que não há diferenças significativas ( $p > 0,05$ ). DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Conforme pode ser observado na Tabela 5.8, a adição de LC aumentou significativamente o pH das fatias de cambuci sendo que, após 6 h de processo as amostras apresentaram esse valor de 3,85 enquanto que as fatias *in natura* apresentaram 3,20.

Tabela 5.9 – pH das soluções osmóticas obtidas pela desidratação de fatias de cambuci submetidas a diferentes tratamentos com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio ao longo de 6 h.

LC [g/100 g]	<i>t</i> [h]	Sorbitol [g/100 g]		
		40	50	60
0	0	6,01 ± 0,74	6,65 ± 0,34	5,38 ± 0,68
	0,25	3,56 ± 0,08	3,38 ± 0,11	3,59 ± 0,05
	0,5	3,41 ± 0,08	3,55 ± 0,06	3,63 ± 0,15
	1	3,43 ± 0,01	3,42 ± 0,06	3,49 ± 0,18
	2	3,38 ± 0,03	3,38 ± 0,10	3,35 ± 0,20
	3	3,39 ± 0,05	3,31 ± 0,14	3,39 ± 0,11
	4	3,31 ± 0,06	3,31 ± 0,08	3,28 ± 0,09
	6	3,35 ± 0,08	3,39 ± 0,03	3,32 ± 0,15
2	0	6,77 ± 0,05	6,97 ± 0,12	6,83 ± 0,01
	0,25	5,04 ± 0,12	5,18 ± 0,05	5,07 ± 0,07
	0,5	5,04 ± 0,02	5,10 ± 0,11	4,73 ± 0,17
	1	4,91 ± 0,06	4,91 ± 0,04	4,81 ± 0,11
	2	4,79 ± 0,06	4,88 ± 0,03	4,72 ± 0,06
	3	4,76 ± 0,07	4,75 ± 0,03	4,63 ± 0,10
	4	4,76 ± 0,10	4,65 ± 0,01	4,65 ± 0,02
	6	4,54 ± 0,07	4,57 ± 0,01	4,54 ± 0,11

Fonte: O próprio autor

ANOVA aplicada indicou que a presença de lactato de cálcio na solução osmótica não influenciou significativamente ( $p > 0,05$ ) a umidade ( $X$ ), a atividade de água ( $a_w$ ), sólidos solúveis e a acidez titulável ( $AT$ ). No entanto, interações significativas de dois fatores ( $p < 0,05$ ) foram observadas em alguns casos e estão apresentadas nas Tabelas B1 a B5 do Apêndice B e graficamente nas Figuras 5.4 a 5.8.

As interações de dois fatores obtidas para a umidade estão apresentadas na Figura 5.4. O efeito da concentração de sorbitol na redução da umidade é maior em soluções osmóticas mais concentradas principalmente no início do processo (Figura 5.4a). Antes de 30 minutos de processo foi possível obter menor umidade de forma significativa com a solução mais concentrada (60 g/100 g) e, após esse tempo, foi obtido o mesmo efeito na umidade quando utilizada a solução intermediária (50 g/100 g) e a de maior concentração (60 g/100 g). A adição de lactato de cálcio na solução osmótica de concentração intermediária de sorbitol (50 g/100 g) não resultou em maior remoção de água das fatias de cambuci (Figura 5.4b). Apesar de ter sido identificada interação entre os fatores LC e tempo, essas interações estão dentro das barras de erro de Tukey (Figura 5.4c).

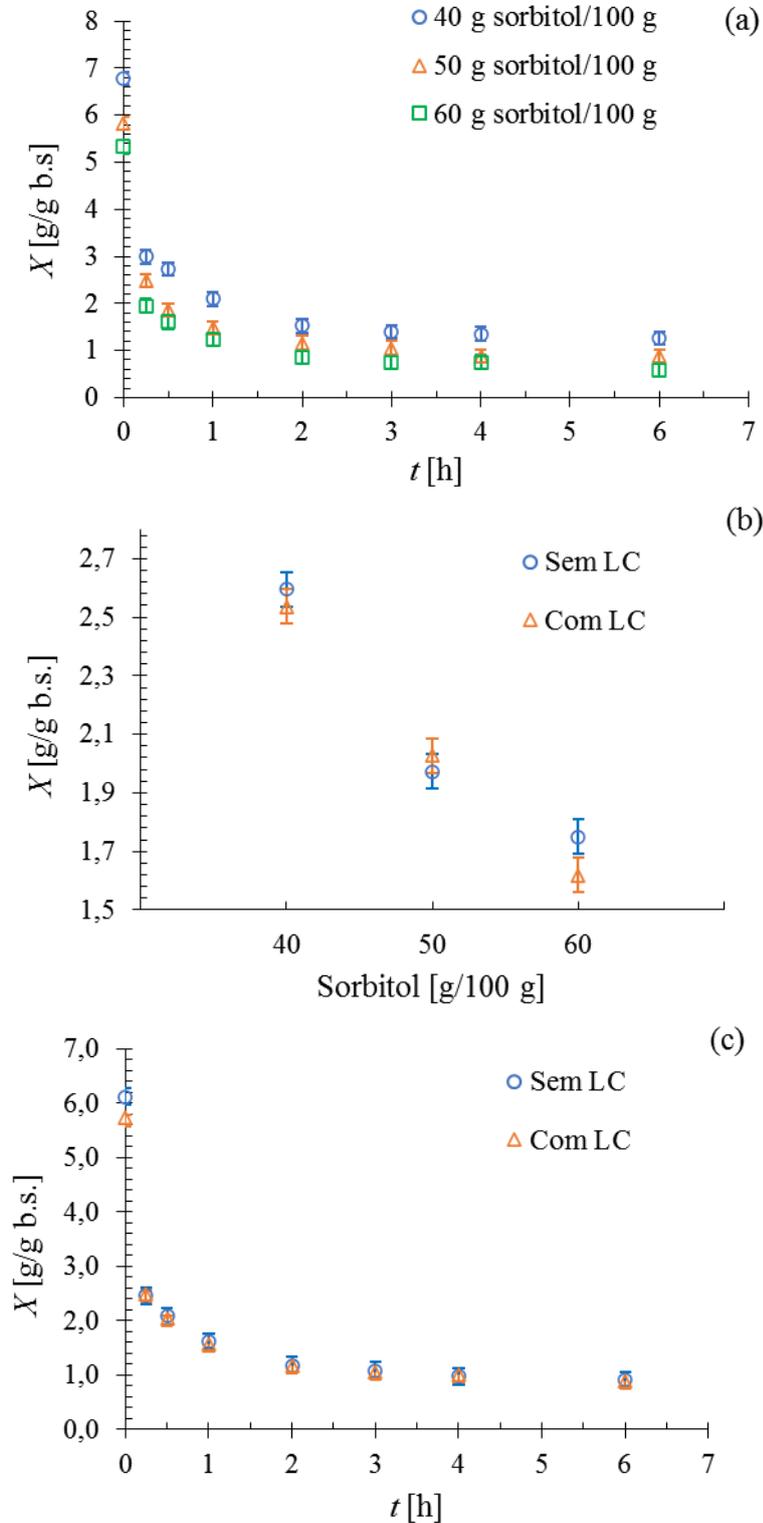
Como esperado, quanto maior a concentração de sorbitol da solução osmótica, maior foi a remoção de água e menor a  $a_w$  dos frutos (Fig. 5.5a). Para esse parâmetro, todas as interações entre dois fatores foram significativas ( $p < 0,05$ ). A presença de lactato de cálcio resultou em um valor de  $a_w$  superior significativo somente para a concentração de 50 g/100 g de sorbitol e, conseqüentemente, menor estabilidade para o produto final (Fig. 5.5b) que também foi observada após 2 h de processo com a adição do LC (Figura 5.5c).

Conforme pode ser observada na Figura 5.6 b, a presença de LC na solução osmótica de menor concentração (40 g/100 g) inibiu significativamente a incorporação de sólidos solúveis nas fatias de cambuci e esse comportamento não é significativo para as demais concentrações, mas mostra uma tendência de mudança quando utilizada a solução de maior concentração (60 g/100 g). O efeito de inibição da incorporação de *SS* ocorre até 1 h de processo (Figura 5.6c) e após 2 h o efeito é significativamente contrário ( $p < 0,05$ ).

As interações de dois fatores para a acidez titulável (*AT*) estão apresentadas na Figura 5.7. Após 0,5 h é possível observar maior acidez titulável em fatias desidratadas em solução osmótica de concentração de sorbitol intermediária (Figura 5.7a). Posteriormente, fatias de cambuci desidratadas em solução osmótica de maior concentração de sorbitol (60 g/100 g) apresentaram maior acidez. Com a remoção de água das amostras, as fatias de cambuci tornam-se mais concentradas e, como a *AT* é quantificada em base úmida, esse efeito é mais intenso em amostras que tiveram maior remoção de água. A adição de LC na solução osmótica de concentração intermediária (50 g/100 g) resultou em fatias de cambuci com menor *AT* e o efeito contrário foi observado nas demais condições (Figura 5.7b). Entretanto, esse efeito é observado até 2 h e, após esse período, há uma inversão de comportamento (Figura 5.7c).

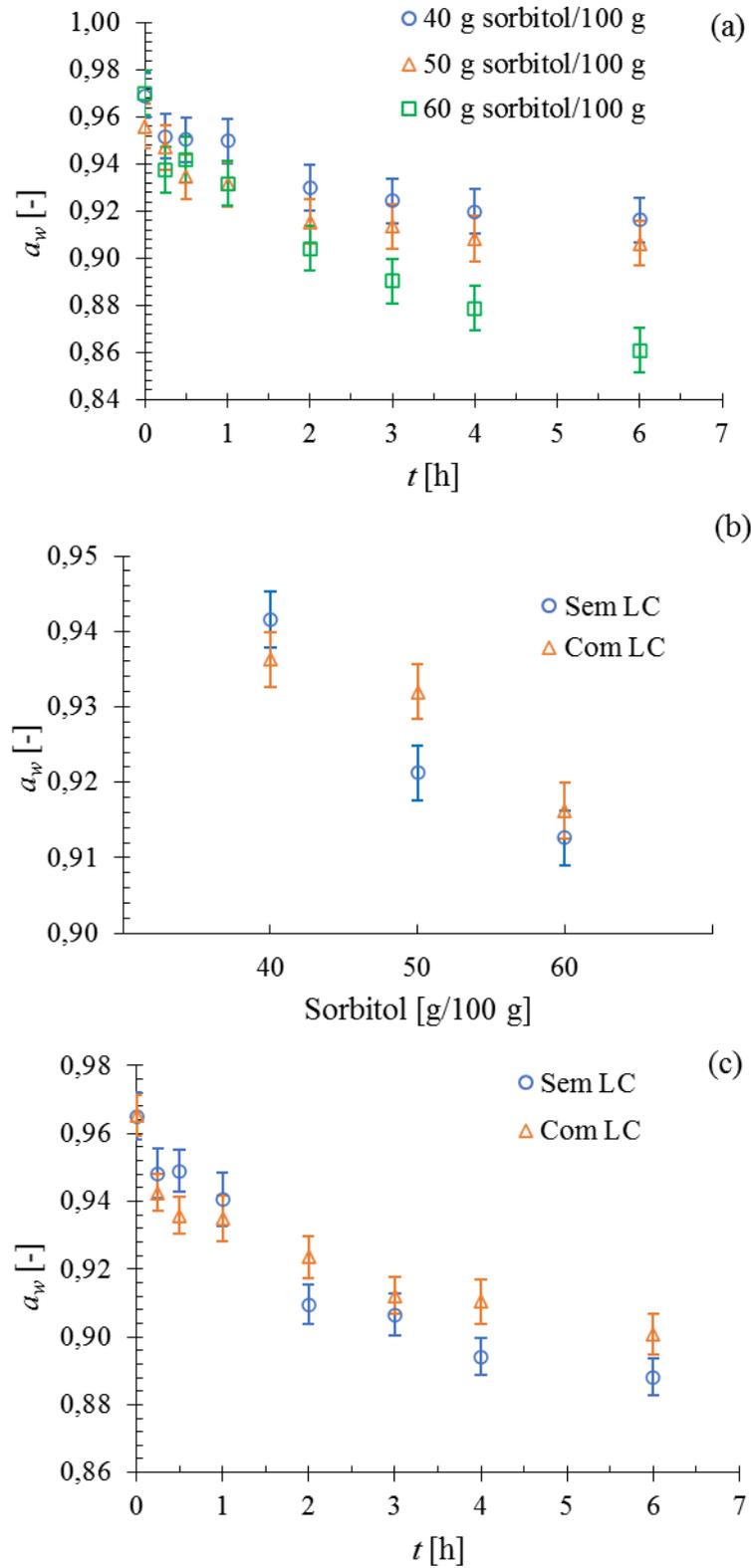
Na Figura 5.8a pode ser observado que as fatias de cambuci desidratadas nas soluções osmóticas de diferentes concentrações foi igual durante a primeira hora e, após esse tempo, amostras obtidas em soluções de menor concentração de sorbitol (40 g/100 g) apresentaram maior pH, o que era está em conformidade com os resultados observados para a *AT*. A adição de LC na solução osmótica resultou em fatias de cambuci com maior pH e esse efeito foi maior durante as primeiras 2 h.

Figura 5.4 - Interações observadas na umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).



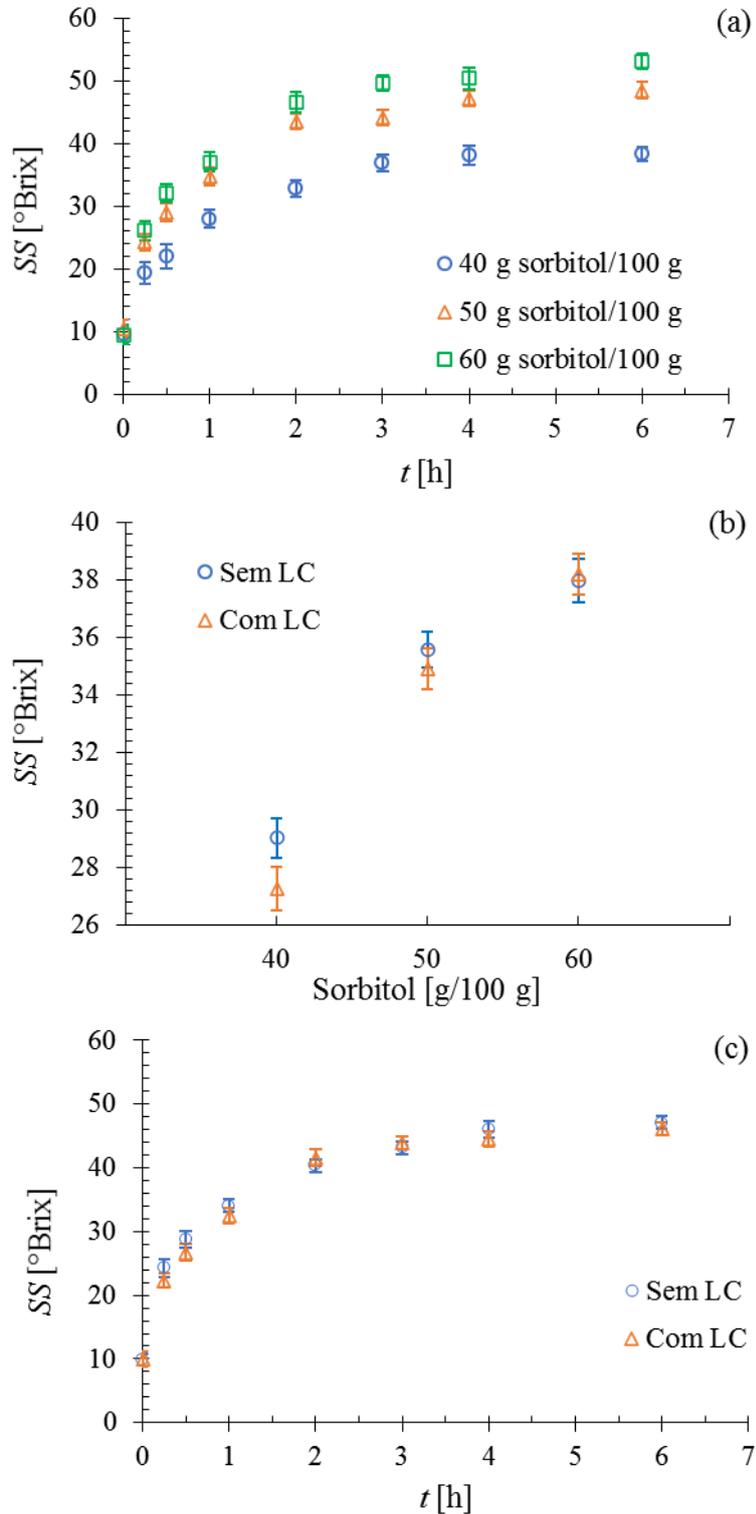
Fonte: O próprio autor.

Figura 5.5 - Interações observadas na atividade de água ( $a_w$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).



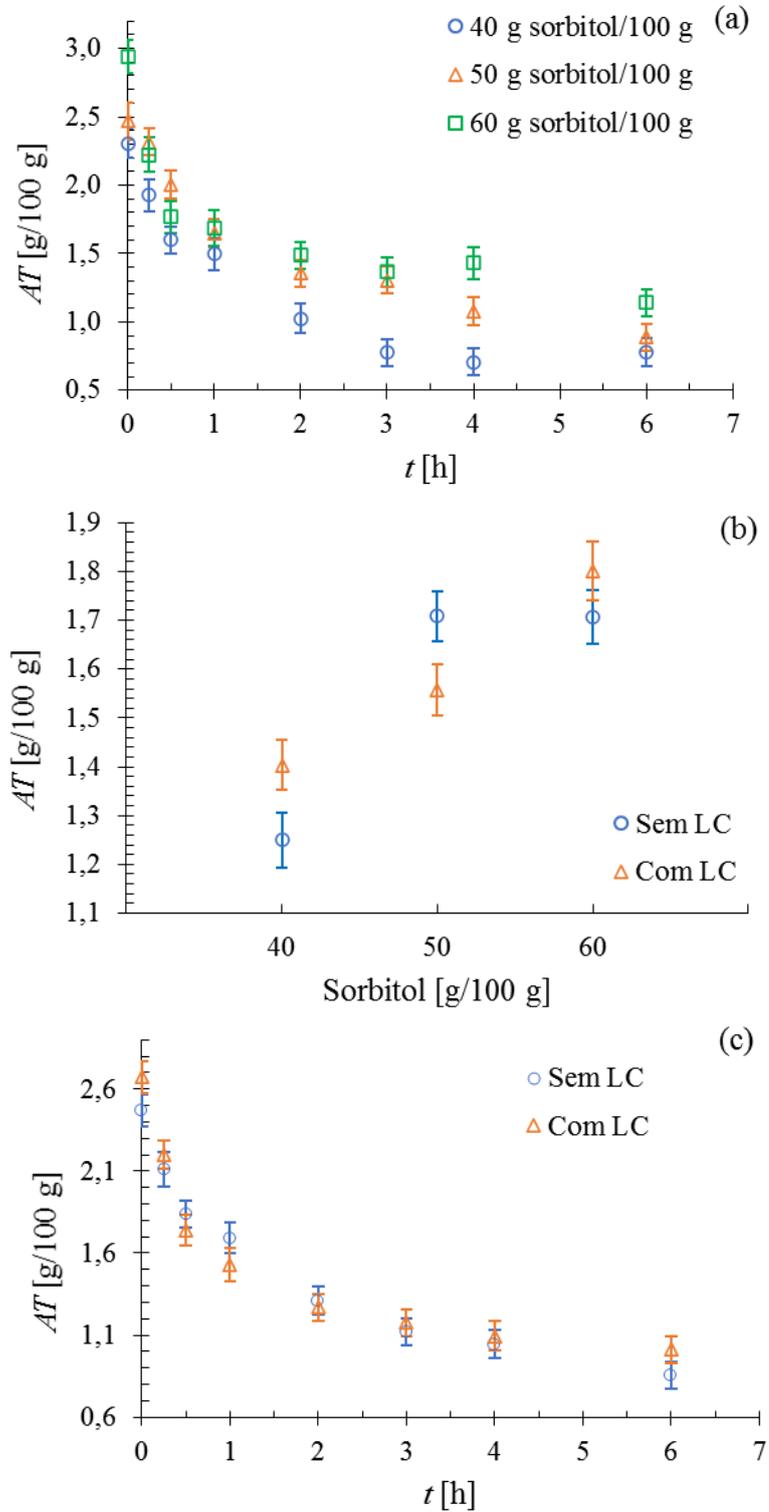
Fonte: O próprio autor.

Figura 5.6 - Interações observadas no teor de sólidos solúveis (SS) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).



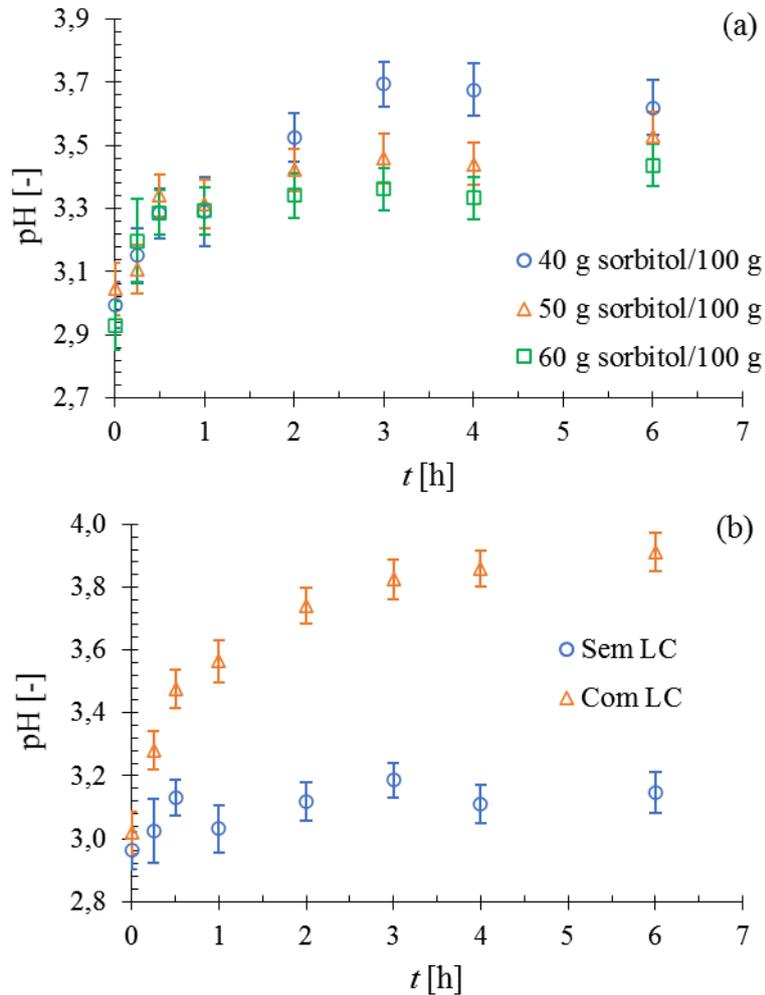
Fonte: O próprio autor.

Figura 5.7 - Interações observadas na acidez titulável (AT) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Concentração de sorbitol e presença de LC e (c) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).



Fonte: O próprio autor.

Figura 5.8 - Interações observadas no pH de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, entre os fatores: (a) Tempo e concentração de sorbitol, (b) Tempo e presença de LC ( $p < 0,05$ ).

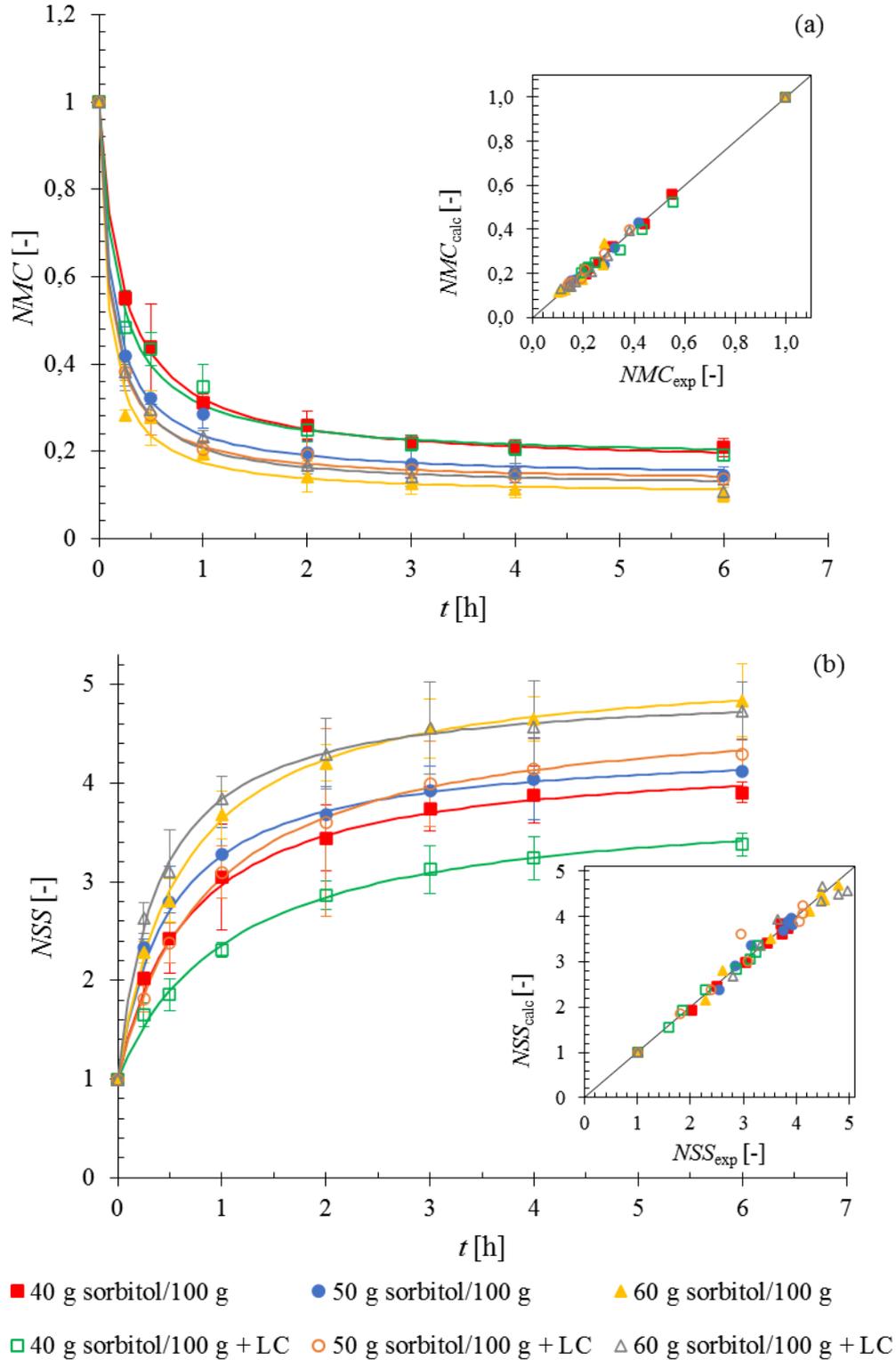


Fonte: O próprio autor.

### 5.2.2.2. Modelagem matemática

Na Figura 5.9 estão apresentados os dados de cinéticas da umidade ( $NMC$ ) e dos sólidos solúveis normalizados ( $NSS$ ) e respectivas curvas obtidas do ajuste do modelo de Peleg (1988) apresentados pelas Equações 4.7 e 4.8, item 4.3.2.2. Conforme pode ser observado, há boa paridade entre os dados experimentais e preditos pelo modelo, confirmada pelos parâmetros estatísticos apresentados na Tabela 5.10. Como o modelo de Peleg (1988) apresenta parâmetros que predizem condições de equilíbrio e foi obtida boa predição dos dados experimentais, o uso desse único modelo foi suficiente.

Figura 5.9 – Dados cinéticos e respectivas curvas obtidas do ajuste do modelo de Peleg para a umidade normalizada ( $NMC$ ) (a) e para o teor de sólidos solúveis normalizado ( $NSS$ ) (b) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica em soluções com três diferentes concentrações de sorbitol e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h. Diagramas de paridade em detalhe.



Fonte: O próprio autor.

Tabela 5.10 – Parâmetros do modelo de Peleg (1988) obtidos do ajuste dos dados experimentais da umidade normalizada (*NMC*) e do teor de sólidos solúveis normalizado (*NSS*) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações e enriquecidas com lactato de cálcio (LC) ao longo de 6 h.

<i>NSS</i> [-]							
Sorbitol [g/100 g]	LC [g/100 g]	$k_1^{ss}$ [h (g/g)]	$k_2^{ss}$ [g/g]	$F_0^{ss}$ [g/g h]	$NSS_{eq}$ [-]	$r^2$	EQM
40	0	0,21 ± 0,02	0,30 ± 0,01	4,85	4,31	0,947	0,004
50	0	0,15 ± 0,02	0,30 ± 0,01	6,85	4,39	0,956	0,006
60	0	0,14 ± 0,01	0,24 ± 0,01	6,96	5,23	0,976	0,002
40	2	0,39 ± 0,03	0,35 ± 0,01	2,59	3,86	0,967	0,003
50	2	0,23 ± 0,03	0,26 ± 0,01	4,38	4,81	0,907	0,001
60	2	0,10 ± 0,01	0,25 ± 0,01	10,0	4,96	0,958	0,003
<i>NMC</i> [-]							
Sorbitol [g/100 g]	LC [g/100 g]	$k_1^w$ [h(g/g)]	$k_2^w$ [g/g]	$F_0^w$ [g/g h]	$NMC_{eq}$ [-]	$r^2$	EQM
40	0	0,270 ± 0,02	1,200 ± 0,01	3,70	0,17	0,980	0,001
50	0	0,150 ± 0,01	1,160 ± 0,01	6,67	0,14	0,982	0,001
60	0	0,100 ± 0,01	1,110 ± 0,01	10,0	0,10	0,986	0,001
40	2	0,220 ± 0,02	1,220 ± 0,02	4,55	0,18	0,970	0,001
50	2	0,120 ± 0,01	1,150 ± 0,01	8,32	0,13	0,992	0,001
60	2	0,130 ± 0,01	1,130 ± 0,01	7,69	0,12	0,989	0,001

Fonte: O próprio autor.

Na Tabela 5.10 é possível observar que, conforme esperado, a taxa inicial de transferência de massa ( $F_0$ ) foi influenciada pela concentração de sorbitol da solução osmótica, maiores concentrações resultaram em maiores valores de  $F_0$ . Comportamento semelhante foi observado em yacon (BROCHIER; MARCZAK; NOREÑA, 2014) e banana verde (CHAGURI et al., 2016). Tal fato está em conformidade com o fenômeno físico que ocorre durante o processo de desidratação osmótica cuja força motriz é conferida pelo gradiente de potencial químico entre a solução osmótica e a fase líquida dos frutos. Conforme já observado anteriormente, no início do processo esse gradiente é maior em decorrência da maior diferença entre as concentrações de solutos dos frutos e a solução osmótica, sendo que, em soluções com maiores concentrações de sorbitol, esse gradiente é ainda maior.

Em relação aos dados de equilíbrio preditos pelo modelo, soluções osmóticas de maiores concentrações de sorbitol resultaram em maiores valores de  $NSS_{eq}$  e menores de  $NMC_{eq}$ .

Não foi observada uma clara tendência de alterações nos dois parâmetros do modelo tanto para  $NMC$  quanto  $NSS$  em relação à adição de lactato de cálcio.

Os valores da difusividade efetiva da água ( $D_{\text{eff}}$ ) calculados estão apresentados na Tabela 5.11. Os dados foram ajustados por uma regressão não-linear de acordo com a Equação 4.13, item 4.3.2.2. Os resultados mostram boa paridade entre os dados experimentais e calculados (Figura 5.10) e a qualidade do ajuste é confirmada pelos valores de  $r^2$ , que variaram entre 0,923 e 0,947 e EQM que apresentou valor máximo de 0,007. Conforme esperado, os resultados obtidos pelo modelo difusivo indicam que houve maior remoção de água durante as 2 h iniciais do processo.

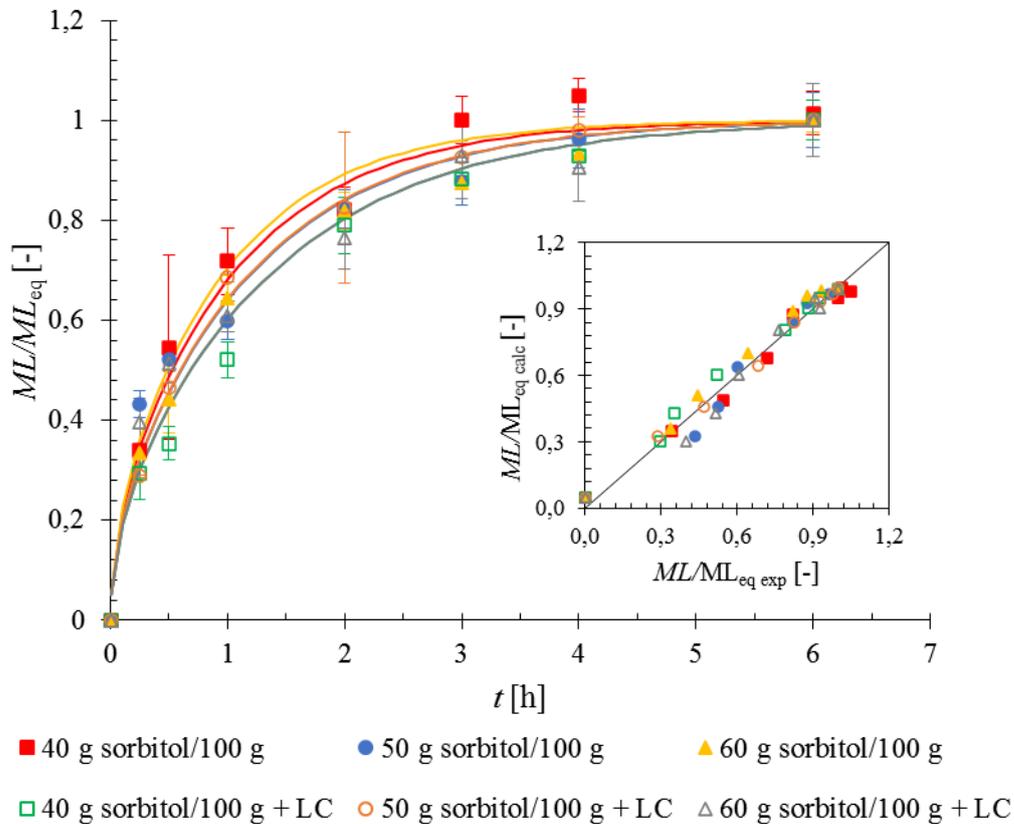
A difusividade efetiva da água está relacionada à estrutura da matriz sólida e, portanto, independe das condições do processo. Quanto maior seu valor, maior a contribuição para o aumento da taxa de secagem. Os resultados obtidos apresentam a mesma ordem de grandeza observada para a desidratação osmótica de fatias de banana verde em soluções de glicerol e de sorbitol (CHAGURI et al., 2016) e nectarinas desidratadas em soluções de sorbitol (RODRÍGUEZ et al., 2012) cujos valores variaram entre ( $10^{-10}$  e  $10^{-9}$ )  $\text{m}^2/\text{s}$ . Não foi identificada diferença significativa entre os valores de  $D_{\text{eff}}$  das fatias de cambuci submetidas à desidratação em soluções osmóticas com diferentes concentrações de sorbitol e com e sem a presença de LC ( $p > 0,05$ ).

Tabela 5.11 - Difusividade efetiva da água ( $D_{\text{eff}}$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações e enriquecidas com lactato de cálcio (LC), ao longo de 6 h, calculada conforme Equação 4.13.

Sorbitol [g/100 g]	LC [g/100 g]	$D_{\text{eff}}$ [ $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ ]	$r^2$	EQM
40	0	1,31 ± 0,09	0,945	0,007
50	0	1,14 ± 0,06	0,923	0,004
60	0	1,42 ± 0,09	0,947	0,004
40	2	1,00 ± 0,05	0,937	0,003
50	2	1,15 ± 0,05	0,973	0,003
60	2	1,00 ± 0,06	0,935	0,005

Fonte: O próprio autor.

Figura 5.10 – Dados cinéticos e respectivas curvas obtidas do ajuste do modelo difusivo de Fick para a perda de umidade ( $ML$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica em soluções com três diferentes concentrações de sorbitol e enriquecidas com LC ao longo de 6 h. Diagrama de paridade em detalhe.



Fonte: O próprio autor.

Dessa forma, as condições de desidratação osmótica como pré-tratamento da secagem convectiva foram selecionadas com base dos dados cinéticos dos parâmetros físico-químicos apresentados no item 5.2.2.1. Com isso, foi selecionada a solução osmótica com concentração de 60 g/100 g de sorbitol, sem adição de lactato de cálcio, por um período de 2 h, que garantiu maior remoção de água e menor atividade de água.

### 5.3. Secagem convectiva

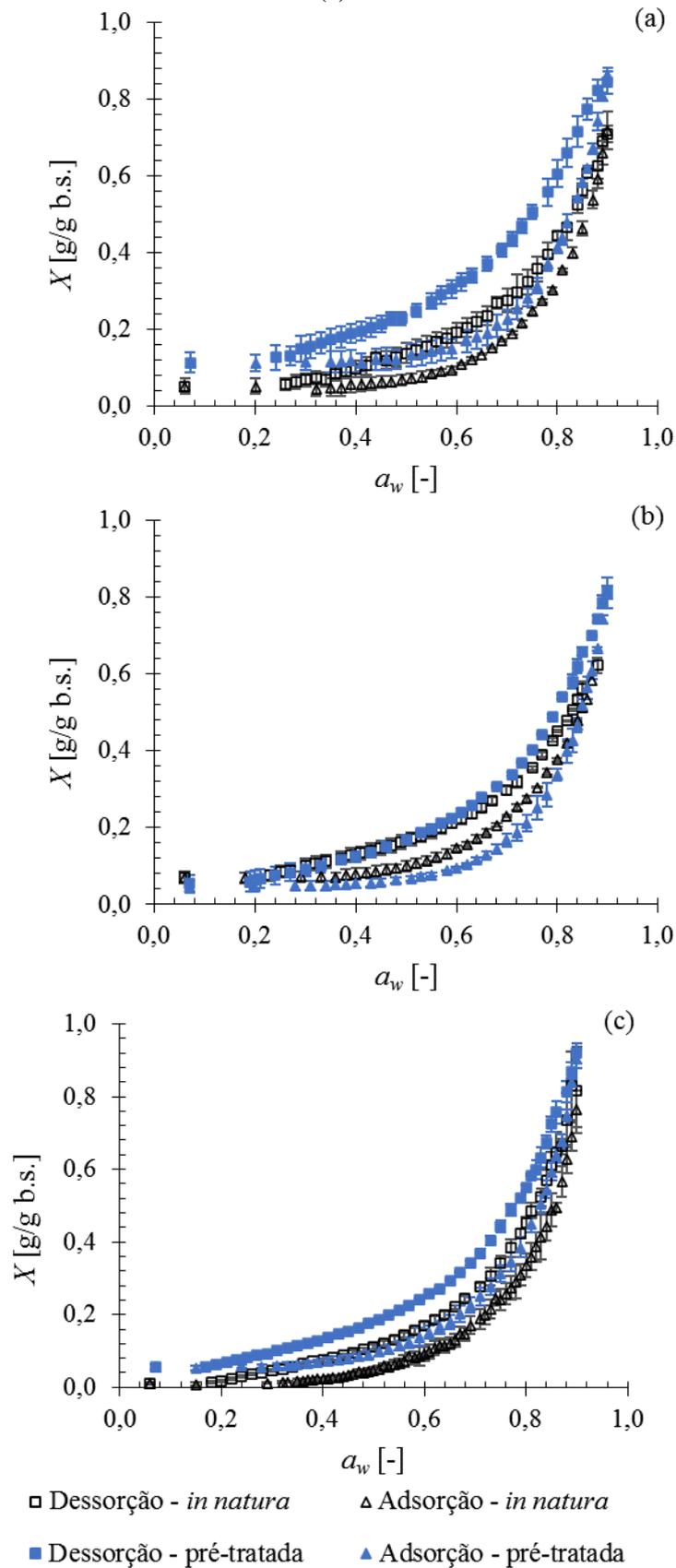
Serão apresentados os resultados das isotermas de sorção e secagem convectiva em três diferentes temperaturas (40, 50 e 60) °C de fatias de cambuci *in natura* e osmoticamente desidratadas em soluções com sorbitol durante 2 h. Para complementar os resultados observados nas isotermas será apresentado um estudo de calorimetria de amostra de cambuci *in natura*.

### 5.3.1. Isotermas de sorção

Na Figura 5.11, é possível observar que as isotermas de sorção de amostras de cambuci *in natura* e pré-tratadas com solução osmótica com sorbitol obtidas em diferentes temperaturas são do tipo III de acordo com classificação proposta por Brunauer et al. (1940). Esse formato de curva é uma característica de alimentos ricos em açúcares solúveis em água e que apresentam características hidrofóbicas em baixos valores de atividade de água. Segundo Tokairin (2017), o cambuci é rico em açúcares solúveis que variam entre (4,79 e 5,88) g/100 g. O mesmo formato de isotermas foi obtido para pectina (BASU; SHIVHARE; MULEY, 2013), uva sultana (LI et al., 2019) e manga (LINK et al., 2018).

Nas curvas de dessorção podem ser observadas reduções das umidades ao longo de toda a faixa de  $a_w$  estudada. Já no processo de adsorção, a umidade é mantida constante para valores de  $a_w$  inferiores a 0,4 e, a partir dessa condição, seu valor aumenta junto com a  $a_w$ . Isso é um indicativo de comportamento hidrofóbico em baixos valores de  $a_w$ . Caballero-Cerón et al. (2018) observaram comportamento semelhante para a sorção de água em bananas, mangas e maçãs e atribuíram os resultados à redução dos sítios ativos da matriz sólida devido às interações das fibras com os açúcares solúveis.

Figura 5.11 – Isotermas de sorção de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g) obtidas pelo método DDI em diferentes temperaturas: (a) 40 °C; (b) 50 °C e (c) 60 °C.

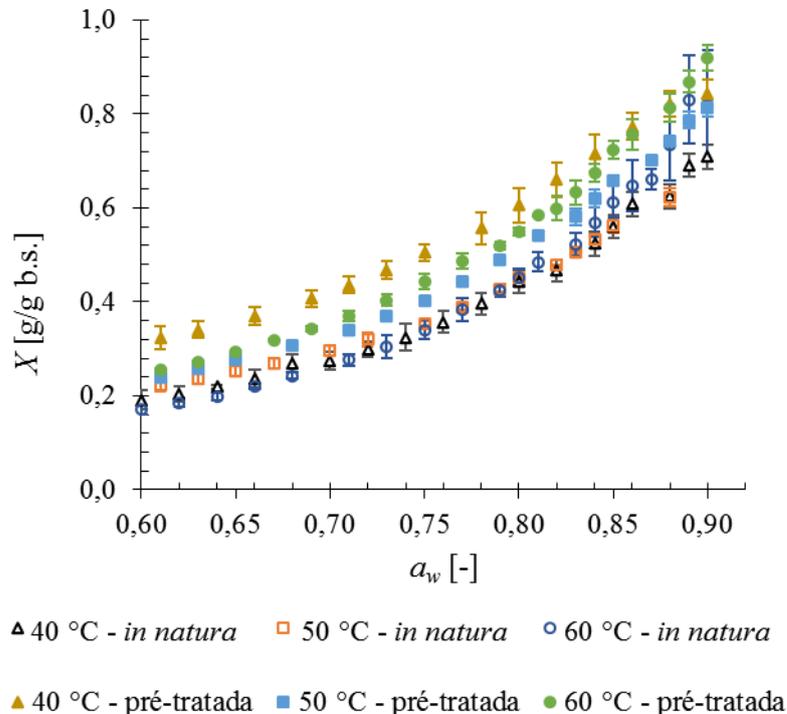


Fonte: Próprio autor.

A ocorrência de histerese foi observada no intervalo de  $a_w$  entre 0,3 e 0,9, sendo maior para as amostras tratadas osmoticamente e em temperaturas menores. Uma das características do sorbitol é sua capacidade de reter água, tanto que é utilizado pela indústria de alimentos como melhorador de textura na área de panificação. Nesse trabalho, o sorbitol foi empregado como soluto durante a desidratação osmótica de frutos de cambuci e, conforme já observado no item 5.2.2.1, ocorreu sua incorporação na fase líquida da matriz sólida. Segundo Al-Muhtaseb, McMinn e Magee (2002), a magnitude da histerese está relacionada à natureza e estado dos componentes presentes no material e, no presente estudo, a adição de sorbitol mudou o comportamento da água no processo de sorção em cambucis.

Uma ampliação das curvas de dessecção na faixa de  $a_w$  entre 0,9 e 0,6 está apresentada na Figura 5.12. Conforme pode ser observado, a mesma temperatura e  $a_w$ , amostras de cambuci *in natura* apresentaram menores de  $X$  em comparação às pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol, como esperado, uma vez que o sorbitol apresenta a propriedade de reter a água na fruta.

Figura 5.12 – Ampliação das isotermas de dessecção de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas em soluções osmóticas com sorbitol (60 g/100 g) obtidas pelo método DDI nas faixas de  $a_w$  entre 0,6 e 0,9 para as seguintes temperaturas: (40, 50 e 60) °C.



Fonte: O próprio autor.

Em relação às isotermas das amostras de cambuci *in natura*, é possível observar mesmo comportamento no início da dessecção para todas as temperaturas estudadas. Porém, a partir da

$a_w$  próxima de 0,7, ocorreu uma inversão entre as isotermas obtidas a (40 e 50) °C, ou seja, à maior temperatura, maiores valores de umidade foram obtidos. Maiores temperaturas conferem maior energia cinética às moléculas e, no caso do processo estudado, era esperado que permitissem maior remoção de água. Esse fenômeno foi observado em isotermas de pectina comercial com baixo grau de metoxilação (BASU; SHIVHARE; MULEY, 2013), de maçã (CABALLERO-CERÓN et al., 2018) e de banana verde (ZABALAGA; LA FUENTE; TADINI, 2016). Nos três trabalhos, os autores atribuíram a inversão ao aumento da solubilidade dos solutos em água em maiores temperaturas.

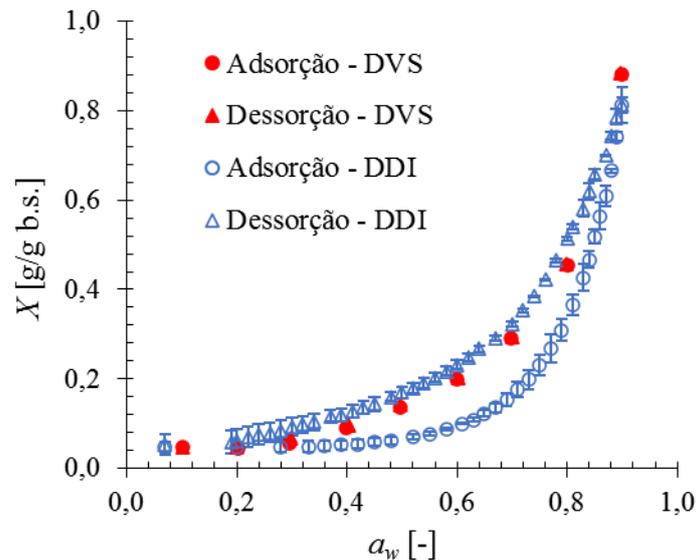
A água presente nas fatias de cambuci atua como solvente de alguns componentes, tais como açúcares, que podem apresentar maior solubilidade em água com o aumento da temperatura e, conseqüentemente, dificulta a sua remoção. Dessa forma são obtidas amostras com maior umidade quando esses componentes são solubilizados na fase líquida da matriz sólida.

No caso das isotermas obtidas por amostras de cambuci pré-tratadas em solução com sorbitol também ocorreu inversão. Desde o início do processo de dessecção até  $a_w$  igual a 0,5, foi possível remover mais água a 50 °C do que a 60 °C para mesmos valores de  $a_w$ .

### **5.3.1.1. Umidade de equilíbrio**

Aguardar as condições de equilíbrio para a determinação da umidade de equilíbrio é um processo demorado e, uma vez que o cambuci é altamente perecível, reações de deterioração e crescimento de fungos podem comprometer os resultados. Dessa forma, é recomendável usar métodos dinâmicos como o DDI que podem trazer informações de equilíbrio. Entretanto, é necessário confirmar se essas condições são representadas pelo método dinâmico e, por isso, curvas obtidas pelo método DVS, que representam as condições de equilíbrio, foram comparadas com as curvas DDI. Os resultados estão apresentados na Figura 5.13 na qual podem ser observadas isotermas de sorção obtidas a 50 °C pelos métodos DDI e DVS de amostras de cambuci submetidas ao pré-tratamento em solução osmótica com sorbitol a concentração de 60 g/100 g.

Figura 5.13 – Isotermas de sorção obtidas a 50 °C de fatias de cambuci pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g) pelos métodos DVS, que aguarda as condições de equilíbrio, e DDI, que é o método dinâmico.



Fonte: O próprio autor.

A isoterma obtida pelo método DVS não apresentou histerese e, com isso, é possível concluir que as condições de equilíbrio da dessorção coincidem com a adsorção. Por outro lado, as curvas obtidas pelo método DDI apresentam histerese. Nesse caso a isoterma de dessorção obtida pelo método DDI representa as condições de equilíbrio pois se sobrepõe aos dados obtidos pelo método DVS.

As condições de equilíbrio são atingidas quando a atividade de água do produto iguala-se à umidade relativa do ar em contato com o alimento. Com isso, a umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) foi determinada experimentalmente para alguns valores de umidade relativa ( $UR$ ) das curvas de dessorção obtidas pelo método DDI, uma vez que os passos utilizados foram pequenos e isso permitiu utilizar diretamente os dados experimentais (Tabela 5.12). Os resultados mostram que a  $UR$ , temperatura e pré-tratamento aplicado, influenciaram significativamente a  $X_{eq}$  ( $p < 0,05$ ). Tanto as amostras de cambuci *in natura*, quanto as pré-tratadas, os valores de  $X_{eq}$  foram superiores para valores maiores de umidade relativa, como esperado, uma vez que menores valores de  $UR$  conferem maior força motriz e, quanto maior a força motriz, mais facilmente ocorre a remoção da água.

Tabela 5.12 – Umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g), determinadas a partir de curvas de isotermas de dessecção dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C e em três diferentes umidades relativas (UR).

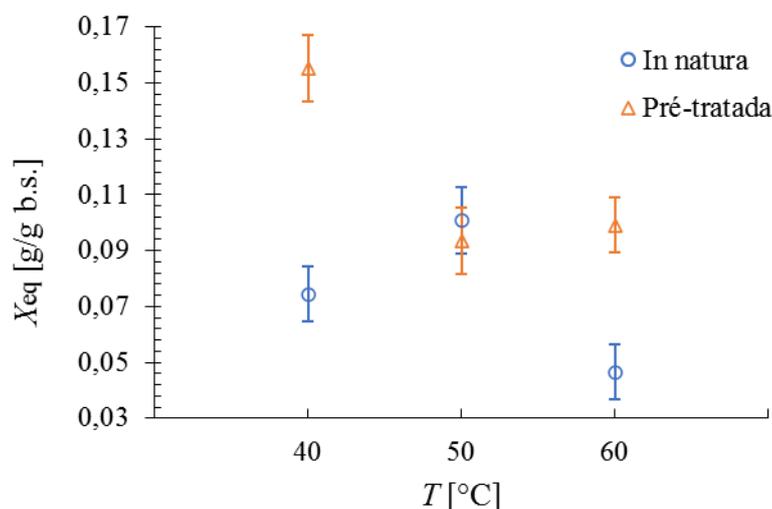
Amostras	T [°C]	$X_{eq}$ [g/g b.s.]			DMS
		UR [%]			
		20	30	40	
<i>In natura</i>	40	0,057 ± 0,016 <sup>abAB</sup>	0,068 ± 0,018 <sup>aA</sup>	0,098 ± 0,022 <sup>abA</sup>	<b>0,081</b>
	50	0,076 ± 0,012 <sup>aeA</sup>	0,101 ± 0,017 <sup>aeAB</sup>	0,130 ± 0,018 <sup>deB</sup>	<b>0,040</b>
	60	0,018 ± 0,003 <sup>ba</sup>	0,046 ± 0,003 <sup>cb</sup>	0,075 ± 0,005 <sup>ac</sup>	<b>0,007</b>
Pré-tratadas	40	0,120 ± 0,029 <sup>cAB</sup>	0,153 ± 0,032 <sup>bB</sup>	0,193 ± 0,025 <sup>dB</sup>	<b>0,081</b>
	50	0,063 ± 0,026 <sup>deA</sup>	0,093 ± 0,020 <sup>bdeAB</sup>	0,124 ± 0,014 <sup>eB</sup>	<b>0,040</b>
	60	0,067 ± 0,007 <sup>dC</sup>	0,098 ± 0,005 <sup>dD</sup>	0,133 ± 0,004 <sup>eE</sup>	<b>0,007</b>
<b>DMS</b>		<b>0,046</b>	<b>0,039</b>	<b>0,049</b>	

\*Letras iguais na mesma coluna (minúsculas) e na mesma linha (maiúsculas) indicam que não há diferença significativa ( $p > 0,05$ ). DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Foi identificada interação significativa entre temperatura e o pré-tratamento (Figura 5.14). No caso das amostras *in natura*, a  $X_{eq}$  obtida a 40 °C foi significativamente menor do que a 50 °C, sendo que o esperado era que maiores temperaturas resultassem em menores valores de  $X_{eq}$ . Já no caso das amostras pré-tratadas, quanto maior a temperatura, menor foi o valor de  $X_{eq}$  e não houve diferença significativa entre os valores obtidos (50 e 60) °C ( $p > 0,05$ ).

Figura 5.14 – Interação significativa entre temperatura e pré-tratamento observada nos valores de  $X_{eq}$  obtidos das isotermas de dessecção dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C de amostras de cambuci *in natura* e pré-tratadas em solução osmótica com sorbitol (60 g/100 g).



Fonte: O próprio autor.

### 5.3.1.2. Modelagem matemática

A Tabela 5.13 apresenta os valores dos parâmetros dos modelos ajustados conforme os dados experimentais de dessorção de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, bem como os valores do coeficiente de determinação ajustado ( $r_{aj}^2$ ), erro padrão (EP) e erro médio absoluto (MAE), utilizados para a avaliação da qualidade dos ajustes.

Tabela 5.13 – Parâmetros dos modelos ajustados de dados experimentais de isotermas de dessorção de cambuci (método DDI).

Modelos	Parâmetros	Amostras <i>in natura</i>			Amostras pré-tratadas		
		40 °C	50 °C	60 °C	40 °C	50 °C	60 °C
BET (1938)	$C$ [-]	3,31 ± 0,26	8,55 ± 0,83	0,95 ± 0,02	10,5 ± 1,38	3,37 ± 0,16	3,19 ± 0,04
	$X_m$ [g/g b.s.]	0,09 ± 0,00	0,09 ± 0,00	0,11 ± 0,00	0,13 ± 0,00	0,11 ± 0,00	0,12 ± 0,00
	$r_{aj}^2$	0,982	0,989	0,998	0,984	0,994	0,999
	EP [g/g b.s.]	0,019	0,012	0,005	0,018	0,011	0,004
	MAE [g/g b.s.]	0,014	0,010	0,004	0,016	0,009	0,003
GAB (1946)	$K$ [-]	0,93 ± 0,01	0,98 ± 0,01	0,93 ± 0,00	0,93 ± 0,01	0,93 ± 0,00	0,99 ± 0,00
	$C$ [-]	1,32 ± 0,16	4,92 ± 0,50	0,60 ± 0,03	4,85 ± 0,60	1,40 ± 0,02	3,02 ± 0,07
	$X_m$ [g/g b.s.]	0,14 ± 0,01	0,10 ± 0,00	0,17 ± 0,01	0,16 ± 0,01	0,16 ± 0,00	0,12 ± 0,00
	$r_{aj}^2$	0,984	0,992	0,999	0,989	1,000	0,999
	EP [g/g b.s.]	0,021	0,011	0,005	0,020	0,001	0,004
	MAE [g/g b.s.]	0,018	0,010	0,005	0,018	0,001	0,003
$\zeta$ (2007)	$K$ [-]	0,96 ± 0,01	0,97 ± 0,01	0,93 ± 0,01	0,94 ± 0,01	0,94 ± 0,01	1,00 ± 0,000
	$C$ [-]	1,82 ± 0,26	5,23 ± 0,59	0,60 ± 0,05	5,27 ± 0,70	1,55 ± 0,01	2,89 ± 0,037
	$X_m$ [g/g b.s.]	0,11 ± 0,01	0,10 ± 0,00	0,17 ± 0,01	0,16 ± 0,01	0,15 ± 0,00	0,12 ± 0,000
	$\zeta$ [-]	58,1 ± 4,70	46,0 ± 3,88	79,2 ± 0,91	53,2 ± 1,63	64,8 ± 0,21	31,3 ± 1,437
	$r_{aj}^2$	0,986	0,993	0,998	0,991	1,000	0,999
	EP [g/g b.s.]	0,020	0,011	0,008	0,020	0,000	0,004
	MAE [g/g b.s.]	0,017	0,010	0,006	0,018	0,000	0,003

Fonte: O próprio autor

A avaliação da qualidade do ajuste dos três modelos testados, indicam bom ajuste, uma vez que o menor  $r_{aj}^2$  observado foi 0,982 e os maiores valores de EP e MAE foram (0,020 e 0,018) g/g b.s., respectivamente.

De maneira geral, a umidade da monocamada ( $X_m$ ) de amostras de cambuci pré-tratadas osmoticamente com sorbitol foi maior do que a predita para as amostras *in natura* às temperaturas de (40 e 50) °C. Esses resultados eram esperados, uma vez que o sorbitol atua como umectante e ajuda a reter água na amostra. Porém, no caso de isotermas de dessorção obtidas a 60 °C, valores maiores de  $X_m$  foram preditos em amostras *in natura*.

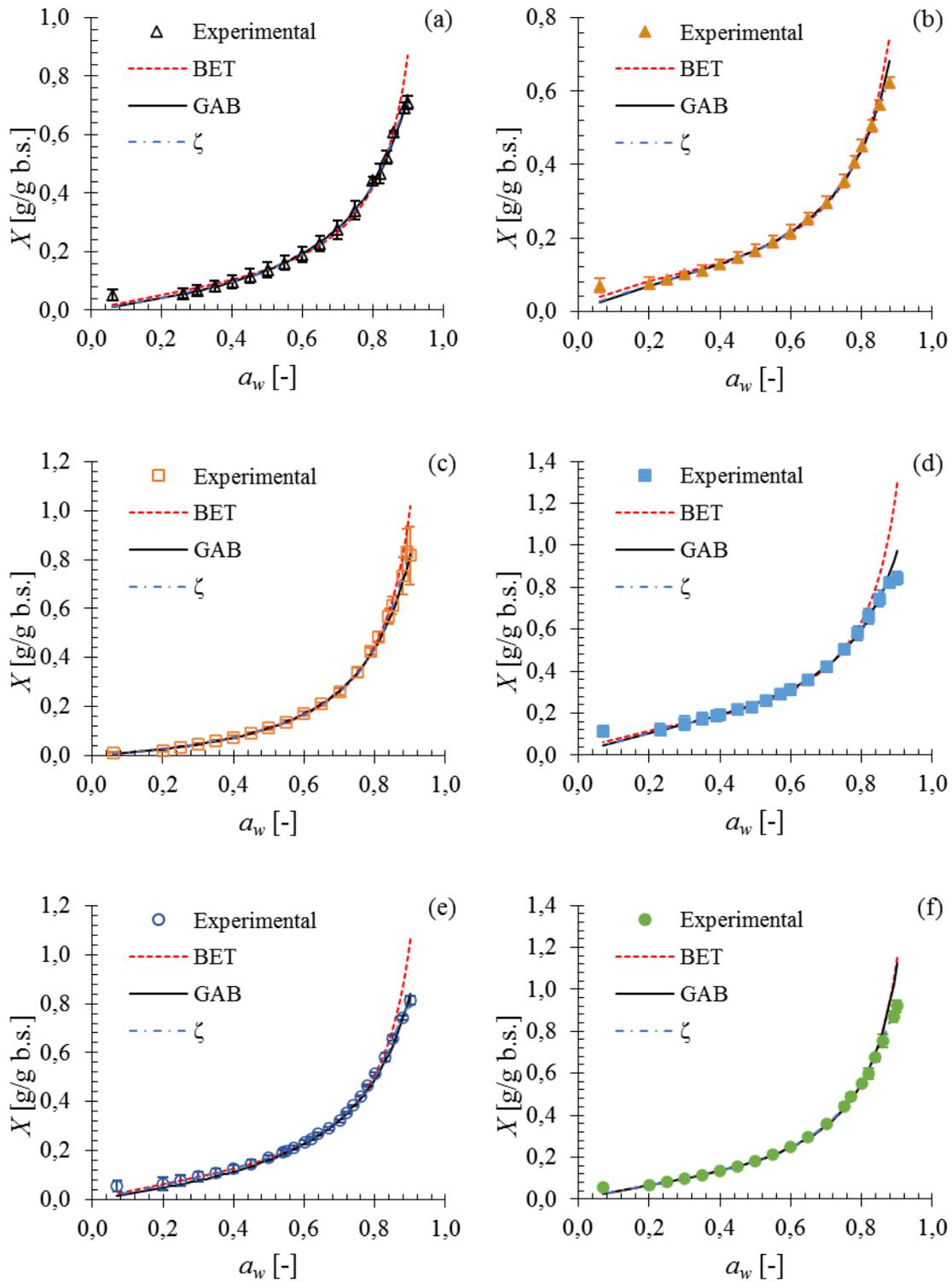
As diferenças entre os valores dos parâmetros  $X_m$  e  $C$  preditos pelos diferentes modelos estão coerentes com o que foi observado por Basu, Shivhare e Mujumdar (2006), uma vez que do modelo GAB, valores mais altos para  $X_m$  e mais baixos para  $C$  foram determinados em comparação aos do modelo BET.

Entretanto, não foi possível observar uma tendência clara de mudança do parâmetro  $C$ , relacionado à energia de sorção da primeira camada, que era esperado obter maiores valores em menores temperaturas. No entanto, para as amostras pré-tratadas os valores preditos pelo modelo de BET apresentaram a tendência esperada.

Na Figura 5.15 pode ser verificado o bom ajuste dos modelos testados dentro da faixa de atividade de água estudada. Os resultados indicam que os modelos GAB e  $\zeta$  destacaram-se por melhor predizer a  $X_{eq}$  em valores maiores da atividade de água. É interessante destacar que o modelo  $\zeta$  foi desenvolvido para ajustar isotermas do tipo V, em que são considerados que ocorrem mecanismos capilares em amostras com altos teores de umidade. Por esse motivo é um modelo adequado para predizer a  $a_w$  nas faixas de maiores umidades.

O fenômeno de dessorção em matrizes biológicas é complexo, uma vez que envolve diferentes mecanismos, tais como difusão de vapor e água, movimentos capilares e mudanças de fase. Conseqüentemente, a modelagem matemática desses fenômenos concomitantes com uma única equação é uma difícil tarefa.

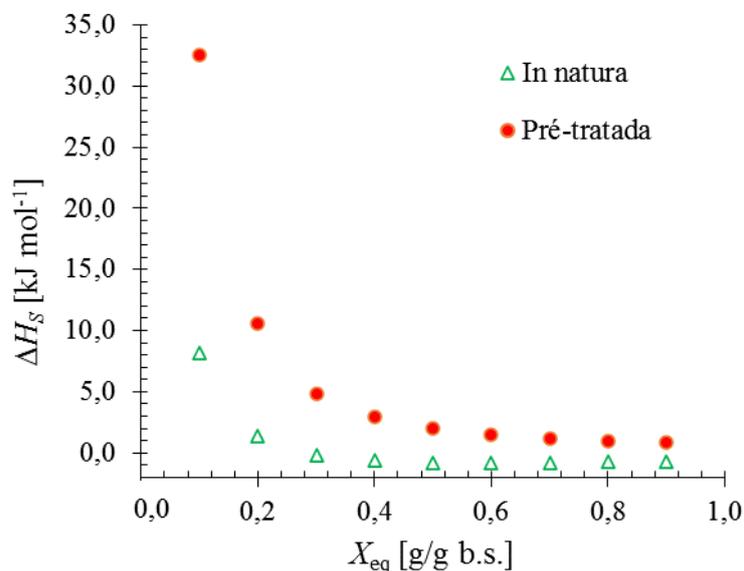
Figura 5.15 – Isotermas de desorção de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas obtidas em diferentes temperaturas pelo método DDI e respectivas curvas ajustadas pelos modelos BET, GAB e  $\zeta$ : (a) *In natura* e T = 40 °C; (b) Pré-tratada e T = 40 °C; (c) *In natura* e T = 50 °C; (d) Pré-tratada e T = 50 °C; (e) *In natura* e T = 60 °C e (f) Pré-tratada e T = 60 °C.



Fonte: O próprio autor.

O calor de sorção ( $\Delta H_s$ ) foi calculado a partir dos valores preditos, pelo modelo BET, de  $a_w$  à valores constantes de  $X_{eq}$ , uma vez que esse modelo descreve adequadamente os dados experimentais próximos à unidade da monocamada e, dentre os modelos estudados, apresenta menor número de parâmetros (Figura 5.16). Conforme pode ser observado, a energia necessária para remover água aumenta com o decréscimo de  $X_{eq}$ . Resultados semelhantes foram obtidos para extrato de páprica (SHIRKOLE; MUJUMDAR; SUTAR, 2019), maracujá micro encapsulado (SILVA et al., 2018) e banana verde (ZABALAGA; LA FUENTE; TADINI, 2016). Em valores menores de  $X_{eq}$ , a interação entre a água e os sítios ativos da matriz sólida é forte e abaixo da  $X_m$  a energia para remover a água é ainda maior. À medida em que a  $X_{eq}$  aumenta, o valor de  $\Delta H_s$  tende a ser constante e próximo de zero, o que indica que a entalpia para remover a água da fruta é próxima do calor de vaporização da água pura, uma vez que a interação entre a água e os sítios ativos da matriz sólida é menos significativa. A capacidade de retenção de água do sorbitol é confirmada por esses resultados, uma vez que os valores de  $\Delta H_s$  obtidos para amostras de cambuci pré-tratadas são maiores em relação às *in natura* para os mesmos valores de  $X_{eq}$ .

Figura 5.16 – Calor de sorção ( $\Delta H_s$ ) obtido para valores de  $X_{eq}$  constante para amostras de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol.

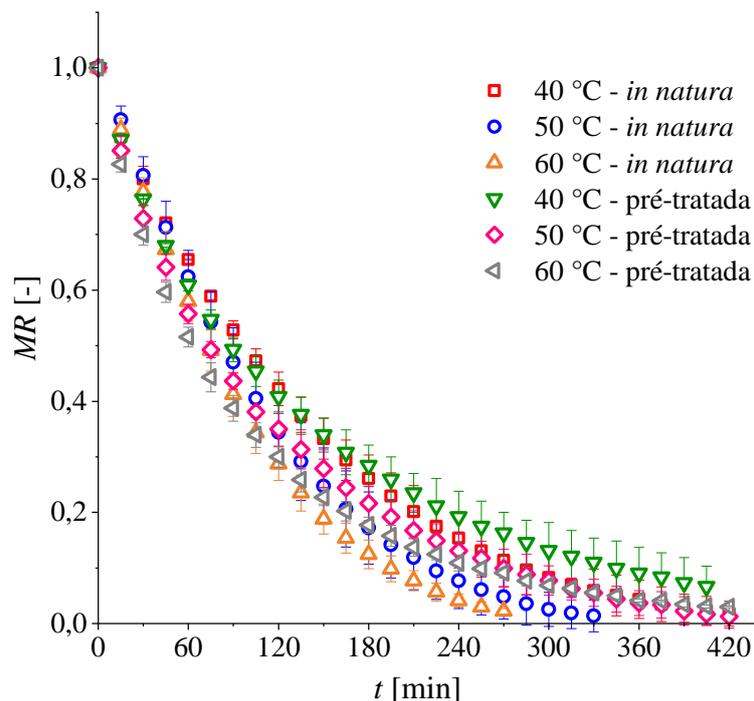


Fonte: O próprio autor.

### 5.3.2. Curvas de secagem

Na Figura 5.17 podem ser observadas as curvas de cinética de secagem obtidas de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas com solução de sorbitol. Como esperado, para as amostras pré-tratadas, à mesma temperatura, a umidade foi maior em comparação com a fruta *in natura*, uma vez que o sorbitol apresenta a propriedade de reter água.

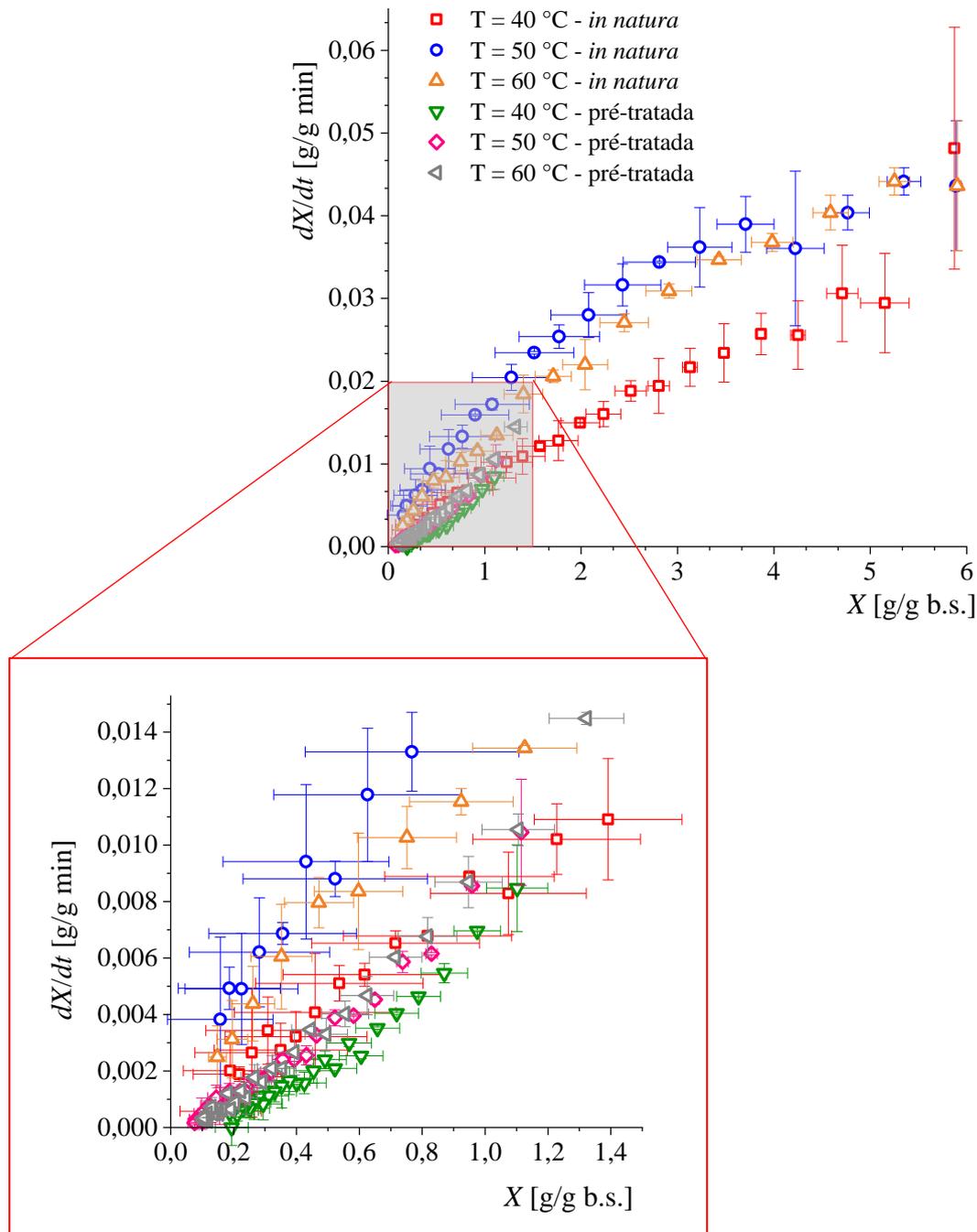
Figura 5.17 – Curvas de cinética de secagem de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol (60 g/100 g) submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a  $4 \text{ m s}^{-1}$  e 20 % de UR.



Fonte: O próprio autor.

Da primeira derivada das curvas de cinética de secagem, foram obtidas as curvas de taxa de secagem, apresentadas na Figura 5.18. Os resultados mostram a predominância de mecanismo interno de transferência de massa caracterizado pelas taxas decrescentes, que de acordo com Ratti (2019), é um comportamento típico de materiais higroscópicos. As taxas de secagem diminuem com a redução da umidade em decorrência da redução da força motriz. Esse mesmo comportamento foi observado em raiz de ginseng submetido à secagem convectiva a (45, 50, 55 e 60) °C e UR de (20, 30 e 40) % (JU et al., 2019) e arilos de romã pré-tratados em solução de sacarose e desidratados em secador convectivo a (50, 60 e 70) °C (MUNDADA; SINGH; MASKE, 2010).

Figura 5.18 – Taxa de secagem ( $dX/dt$ ) de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a  $4 \text{ m s}^{-1}$  e 20 % de UR.



Fonte: O próprio autor.

As curvas de secagem obtidas da desidratação de amostras de cambuci *in natura* são caracterizadas por 2 períodos de taxa decrescente, sendo que em temperaturas mais altas, maiores valores da taxa de secagem foram observados. Embora o período de taxa decrescente seja controlado por mecanismos difusivos, quanto mais alta a temperatura, maior é a energia cinética das moléculas de água presentes no alimento, e

consequentemente maior aporte de energia para volatilização da fase líquida. Segundo Ratti (2019), o primeiro período de taxa decrescente é caracterizado por mecanismos capilares enquanto que o segundo período é controlado por mecanismos difusivos.

Já para as amostras pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, somente um período de taxa decrescente foi observado das curvas de secagem. Com o pré-tratamento ao qual essas amostras foram submetidas, a umidade foi reduzida para valores em torno de 1 g/g b.s. e a quantidade de água presente na amostra já não era mais suficiente para manter o movimento capilar nos poros e, com isso, o mecanismo difusivo do vapor de água passou a ser predominante.

### 5.3.2.1. Modelagem matemática

Na Tabela 5.14 estão apresentados os parâmetros obtidos do ajuste dos modelos empíricos apresentados no item 3.3.2.1 para descrever a cinética de secagem de fatias de cambuci. Conforme pode ser observado, todos os modelos apresentaram ótimos ajustes ( $r_{aj}^2 > 0,97$ ) e baixos valores de EP (0,001 a 0,044) g/g b.s. e MAE (0,001 a 0,037) g/g b.s. Embora esses parâmetros estatísticos indiquem bons ajustes, é necessário avaliar se os valores preditos pelos modelos representam adequadamente os dados experimentais para todas as condições estudadas.

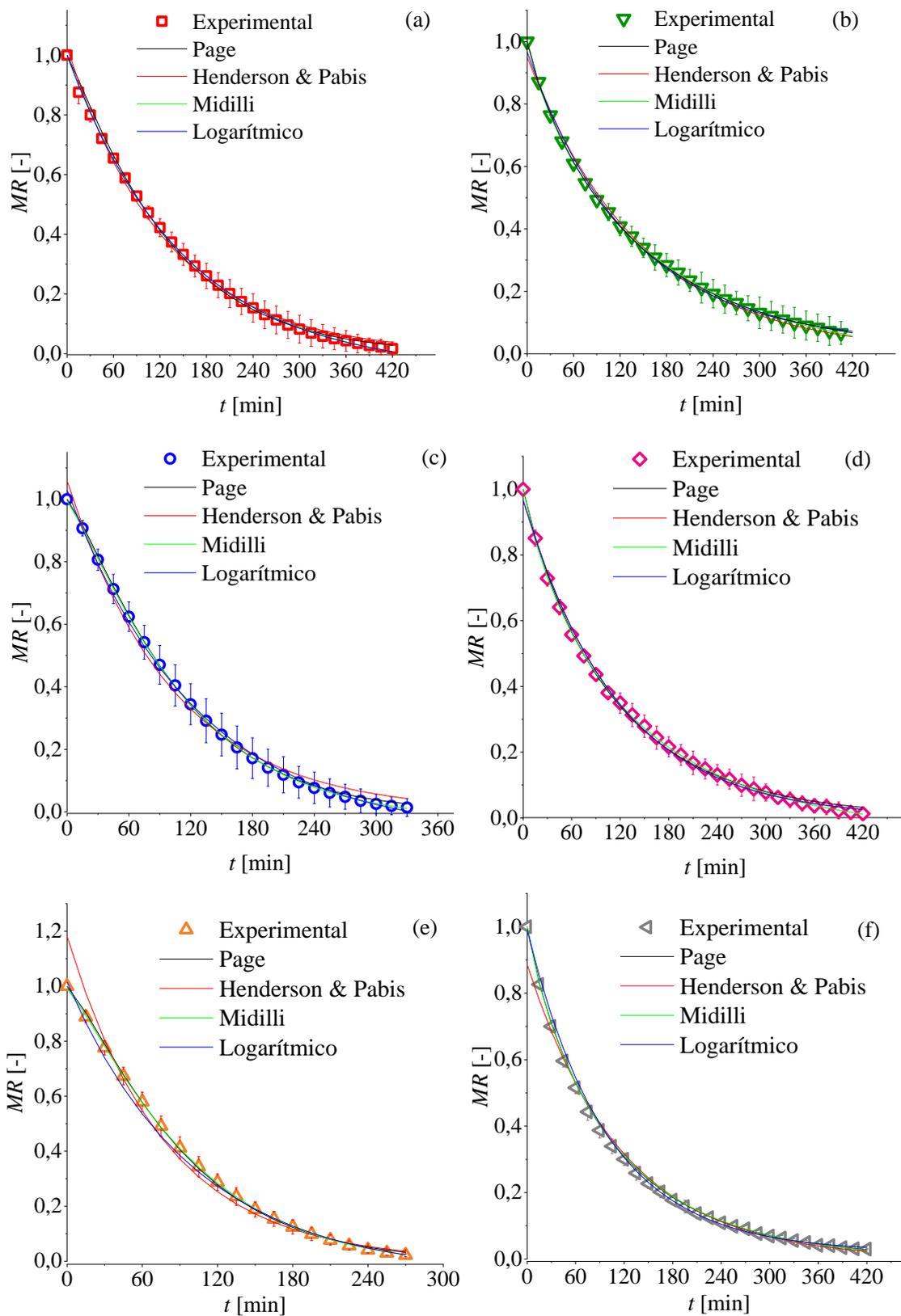
Na Figura 5.19 pode ser verificado que os modelos de Page e Midilli descrevem bem os dados experimentais ao longo do processo de secagem para todas as condições estudadas. No entanto, o ajuste do modelo de Henderson & Pabis não foi adequado no início da secagem tanto para as fatias de cambuci *in natura* quanto as pré-tratadas, conduzida a 60 °C.

Tabela 5.14 - Parâmetros obtidos do ajuste dos modelos empíricos testados para descrever a cinética de secagem de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m s<sup>-1</sup> e 20 % de UR.

Modelos	Parâmetros	Amostras <i>in natura</i>			Amostras pré-tratadas		
		40 °C	50 °C	60 °C	40 °C	50 °C	60 °C
Page (1949)	$k$ [min <sup>-1</sup> ]	0,004 ± 0,000	0,003 ± 0,001	0,004 ± 0,000	0,013 ± 0,001	0,013 ± 0,001	0,017 ± 0,000
	$n$ [-]	1,111 ± 0,018	1,221 ± 0,036	1,218 ± 0,022	0,879 ± 0,021	0,926 ± 0,018	0,886 ± 0,002
	$r^2$ (ajustado)	0,995	0,986	0,996	0,989	0,994	1,000
	EP [g/g b.s.]	0,019	0,036	0,020	0,026	0,021	0,001
	MAE [g/g b.s.]	0,016	0,032	0,016	0,024	0,018	0,001
Henderson & Pabis (1961)	$a$ [-]	1,025 ± 0,011	1,06 ± 0,021	1,181 ± 0,023	0,951 ± 0,012	0,967 ± 0,010	0,887 ± 0,006
	$k$ [min <sup>-1</sup> ]	0,008 ± 0,000	0,01 ± 0,000	0,013 ± 0,000	0,007 ± 0,000	0,009 ± 0,000	0,009 ± 0,000
	$r^2$ (ajustado)	0,992	0,979	0,994	0,986	0,993	0,999
	EP [g/g b.s.]	0,024	0,044	0,015	0,030	0,022	0,006
	MAE [g/g b.s.]	0,021	0,037	0,013	0,027	0,019	0,005
Midilli et al. (2002)	$a$ [-]	0,998 ± 0,011	0,995 ± 0,023	0,992 ± 0,012	1,003 ± 0,018	1,002 ± 0,013	1,000 ± 0,002
	$k$ [min <sup>-1</sup> ]	0,006 ± 0,001	0,004 ± 0,001	0,004 ± 0,001	0,016 ± 0,003	0,016 ± 0,003	0,017 ± 0,000
	$n$ [-]	1,022 ± 0,025	1,180 ± 0,083	1,191 ± 0,044	0,843 ± 0,041	0,865 ± 0,033	0,878 ± 0,006
	$b$ [min <sup>-1</sup> ]	0,000 ± 0,000	0,000 ± 0,000	0,000 ± 0,000	0,000 ± 0,000	0,000 ± 0,000	0,000 ± 0,000
	$r^2$ (ajustado)	0,996	0,986	0,996	0,989	0,995	1,000
	EP [g/g b.s.]	0,018	0,036	0,019	0,027	0,020	0,003
	MAE [g/g b.s.]	0,015	0,032	0,015	0,023	0,018	0,002
Logarítmico (1995)	$a$ [-]	1,056 ± 0,009	1,106 ± 0,020	1,064 ± 0,009	0,934 ± 0,014	0,968 ± 0,011	0,968 ± 0,006
	$k$ [min <sup>-1</sup> ]	0,007 ± 0,000	0,008 ± 0,000	0,010 ± 0,000	0,008 ± 0,000	0,009 ± 0,000	0,010 ± 0,000
	$c$ [-]	-0,056 ± 0,009	-0,076 ± 0,019	-0,049 ± 0,007	0,033 ± 0,012	-0,001 ± 0,008	0,022 ± 0,003
	$r^2$ (ajustado)	0,996	0,985	0,998	0,987	0,993	0,998
	EP [g/g b.s.]	0,017	0,038	0,014	0,029	0,023	0,009
	MAE [g/g b.s.]	0,015	0,033	0,012	0,026	0,019	0,008

Fonte: O próprio autor.

Figura 5.19 – Curvas obtidas do ajuste dos modelos matemáticos testados para descrever as cinéticas de secagem de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol: (a) *in natura* a  $T = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (b) pré-tratadas a  $T = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (c) *in natura* a  $T = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (d) pré-tratadas a  $T = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; (e) *in natura* a  $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  e (f) pré-tratadas a  $T = 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



Fonte: O próprio autor.

O modelo de Midilli também mostrou-se adequado para descrever a cinética de secagem convectiva a (50, 60 e 70) °C de arilos de romã que foram previamente desidratados em solução osmótica de sacarose conforme concluíram os autores Mundada, Singh e Maske (2010).

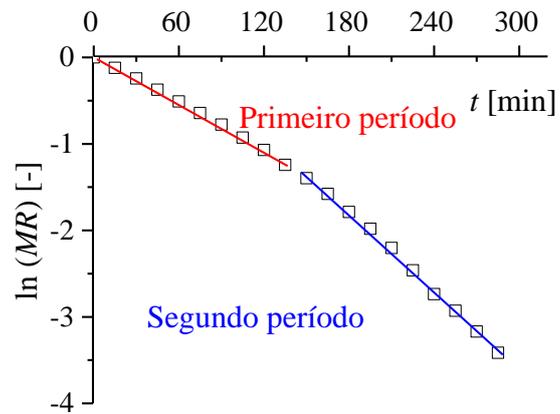
Resultados semelhantes foram obtidos por Sritongtae, Mahawanich e Duangmal (2011) que compararam os ajustes obtidos pelos modelos de Page e Henderson & Pabis para dados de cinética de secagem convectiva de melão cantaloupe previamente desidratado em sorbitol e concluíram que o modelo de Page se ajustou melhor aos dados de cinética de secagem convectiva a 60 °C.

Os resultados obtidos para o parâmetro  $n$  do modelo de Page (Tabela 5.14) indicam que ocorreram diferentes mecanismos de difusão nas fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas em sorbitol. Foram obtidos valores de  $n > 1$  para as fatias de cambuci *in natura* e  $n < 1$  para as pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, um indicativo de que houve alterações na estrutura do fruto que resultou em mecanismos sub-difusivos no caso das fatias de cambuci pré-tratadas. Rojas e Augusto (2018) desidrataram abóbora pré-tratada em solução de etanol e concluíram que o pré-tratamento não causou alterações no valor de  $n$  em relação às amostras controle e que, em ambos os casos, ocorreram mecanismos super-difusivos. No caso da desidratação de cambuci, o soluto sorbitol apresenta propriedade de ligação com a água que pode modificar a composição da sua fase líquida e, conseqüentemente, alterar os mecanismos difusivos durante o processo de secagem.

A interpretação fenomenológica do parâmetro  $k$  do modelo de Page pode ser feita se o parâmetro  $n$  for constante (SIMPSON et al., 2017). Conforme pode ser observado na Tabela 5.14, o parâmetro  $n$  manteve-se constante para as três temperaturas estudadas e, por isso, pode-se interpretar fenomenologicamente tanto no caso das fatias de cambuci pré-tratadas em sorbitol quanto *in natura*. Com isso, pode-se dizer que o processo de desidratação de amostras de cambuci é dependente da temperatura seguindo a relação de Arrhenius.

O coeficiente de difusividade efetivo da água ( $D_{\text{eff}}$ ) foi obtido pelo modelo difusivo de Fick truncado em  $i = 3$ , de acordo com o item 4.4.2.1. Devido à presença de dois períodos de taxa decrescente durante a secagem de fatias de cambuci *in natura*, na Figura 5.20 está ilustrado o procedimento adotado para a separação desses dois períodos para a determinação de  $D_{\text{eff}}$ , cujos resultados estão apresentados na Tabela 5.15.

Figura 5.20 – Ilustração do procedimento adotado para separação dos dois períodos de taxas decrescentes observados em fatias de cambuci *in natura* desidratadas em secador convectivo a 40 °C, 20 % de UR e  $v = 4 \text{ m s}^{-1}$ .



Fonte: O próprio autor.

Tabela 5.15 – Difusividades efetivas da água ( $D_{\text{eff}}$ ) calculadas a partir do modelo difusivo de Fick com dados de cinética de secagem de fatias de cambuci *in natura* submetidas a diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m/s e 20 % de UR.

<b><i>In natura</i> (primeiro período)</b>									
$T$ [°C]	$D_{\text{eff}}$ [10 <sup>-10</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	$r^2$	EP [g/g b.s.]		MAE [g/g b.s.]				
<b>40</b>	4,282 ± 0,320 <sup>a</sup>	0,900	0,072		0,060				
<b>50</b>	6,019 ± 0,447 <sup>a</sup>	0,911	0,077		0,064				
<b>60</b>	7,542 ± 0,443 <sup>a</sup>	0,936	0,070		0,060				
<b>DMS</b>	<b>4,707</b>								
<b><i>In natura</i> (segundo período)</b>					<b>Pré-tratada</b>				
$T$ [°C]	$D_{\text{eff}}$ [10 <sup>-10</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	$r^2$	EP [g/g b.s.]	MAE [g/g b.s.]	$D_{\text{eff}}$ [10 <sup>-10</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]	$r^2$	EP [g/g b.s.]	MAE [g/g b.s.]	DMS
<b>40</b>	7,030 ± 0,441 <sup>aA</sup>	0,858	0,096	0,076	3,140 ± 0,101 <sup>aA</sup>	0,950	0,052	0,046	<b>4,750</b>
<b>50</b>	9,390 ± 0,913 <sup>abA</sup>	0,888	0,087	0,067	5,020 ± 0,224 <sup>aA</sup>	0,944	0,064	0,054	<b>5,310</b>
<b>60</b>	15,80 ± 1,200 <sup>bB</sup>	0,961	0,062	0,051	5,000 ± 0,118 <sup>aA</sup>	0,980	0,036	0,029	<b>6,350</b>
<b>DMS</b>	<b>7,404</b>				<b>3,172</b>				

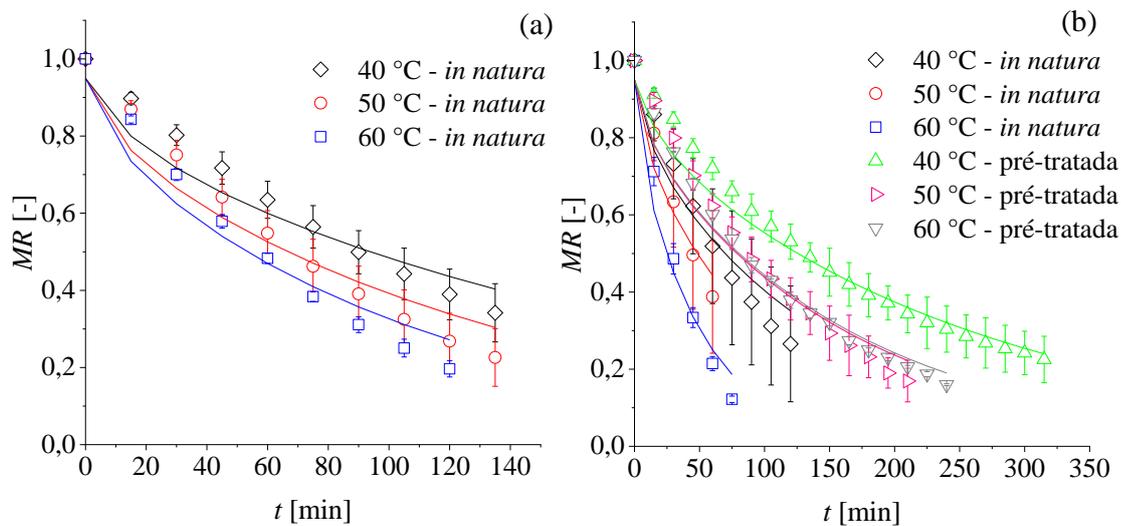
\*Letras diferentes nas mesmas linhas (minúsculas) e colunas (maiúsculas) indicam médias significativamente diferentes ( $p < 0,05$ ).

DMS: diferença mínima significativa obtida pelo teste de Tukey.

Fonte: O próprio autor.

Na Tabela 5.15 pode ser verificado que o modelo difusivo prediz de maneira adequada os dados experimentais uma vez que os valores de  $r^2$  variaram entre 0,858 e 0,980 e os valores de EP e MAE oscilaram entre (0,036 e 0,096) g/g b.s. e (0,029 e 0,076) g/g b.s., respectivamente e isso também pode ser verificado na Figura 5.21.

Figura 5.21 – Curvas obtidas do ajuste do modelo difusivo de Fick a partir dos dados experimentais de secagem de fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol, submetidas à secagem convectiva (4 m s<sup>-1</sup> e UR de 20 %) nas três temperaturas estudadas: (a) primeiro período da taxa decrescente de fatias *in natura* e (b) segundo período de taxa decrescente de fatias *in natura* e pré-tratadas.



Fonte: O próprio autor.

A abordagem Fickiana utilizada para a modelagem matemática de dados de secagem além de considerar somente mecanismos difusivos estabelece condições de contorno que não consideram alterações no transporte de massa resultantes das mudanças estruturais do produto. Dentre essas mudanças estruturais, tem-se o encolhimento que altera as propriedades de transporte da água de forma a criar uma resistência interna decorrente do aumento da tensão ocasionado pelo colapso da estrutura da fruta que é sensível à temperatura. É interessante observar que a modelagem matemática feita para as amostras pré-tratadas em sorbitol obtiveram melhores ajustes e isso levanta a hipótese de que a estrutura desse material se mantém mais íntegra ao longo do processo de secagem convectiva.

Apesar do  $D_{\text{eff}}$  estar relacionado à estrutura do material, é interessante observar que os resultados dos  $D_{\text{eff}}$  obtidos para a secagem convectiva de cambuci pré-tratadas apresentam a mesma ordem de grandeza encontrada para kiwi (BIALIK et al., 2018) e para arilos de romãs

(MUNDADA; SINGH; MASKE, 2010) previamente tratados em soluções de polióis e sacarose, respectivamente.

A análise de variância indicou que o efeito da temperatura foi significativo somente no valor dos  $D_{\text{eff}}$  de amostras *in natura*, sendo que no segundo período há diferença significativa somente entre amostras desidratadas a (40 e 60) °C ( $p < 0,05$ ). Já no caso das amostras pré-tratadas em sorbitol, não foi observado nenhum efeito significativo da temperatura ( $p > 0,05$ ). Não foi observado nenhum efeito de interação entre os fatores temperatura e pré-tratamento ( $p > 0,05$ ).

O pré-tratamento em sorbitol resultou em diferenças significativas entre os  $D_{\text{eff}}$  de amostras submetidas às 60 °C ( $p < 0,05$ ).

### 5.3.2.2. Estimativa do tempo de secagem

A estimativa do tempo de secagem de fatias de cambuci foi feita com base nos dados das isotermas e da cinética de secagem. Os tempos necessários para que as fatias de cambuci atinjam a umidade referentes à atividade de água que confere maior estabilidade dos compostos bioativos com base em informações da literatura foram calculados com o modelo de Page. Sendo assim, foram comparados os tempos necessários para atingir  $a_w$  equivalentes a 0,3 e 0,4 e os resultados estão apresentados na Tabela 5.16.

Tabela 5.16– Estimativa do tempo de secagem com o modelo de Page para fatias de cambuci *in natura* e pré-tratadas osmoticamente com sorbitol submetidas à diferentes temperaturas em secador convectivo com ar a 4 m s<sup>-1</sup> e 20 % de UR.

$a_w$ [-]		0,3		0,4	
$T$ [°C]	Amostra	$X_t$ [g/g b.s.]	$t$ [min]	$X_t$ [g/g b.s.]	$t$ [min]
40	<i>In natura</i>	0,068 ± 0,018	658	0,098 ± 0,022	564
50	<i>In natura</i>	0,101 ± 0,017	447	0,130 ± 0,018	396
60	<i>In natura</i>	0,046 ± 0,003	379	0,075 ± 0,005	342
40	Pré-tratada	0,153 ± 0,032	549	0,193 ± 0,025	403
50	Pré-tratada	0,093 ± 0,020	431	0,124 ± 0,014	341
60	Pré-tratada	0,098 ± 0,005	434	0,133 ± 0,004	337

Fonte: O próprio autor.

O efeito do pré-tratamento é maior para a redução do tempo de secagem para menores temperaturas. Para produzir fatias de cambuci com  $a_w$  equivalente a 0,3 ocorreram reduções do

tempo de secagem de (16,6 e 3,6) % para as temperaturas de (40 e 50) °C, respectivamente. Entretanto, o emprego do pré-tratamento para a desidratação a 60 °C não foi benéfico para a obtenção de fatias de cambuci com  $a_w$  0,3, uma vez que houve aumento do tempo de secagem. A contribuição do pré-tratamento para a produção de fatias de cambuci com  $a_w$  equivalente a 0,4 é ainda maior, com uma redução do tempo de secagem de cerca de (28,6; 13,8 e 1,3) % quando foram adotadas as temperaturas de (40, 50 e 60) °C, respectivamente.

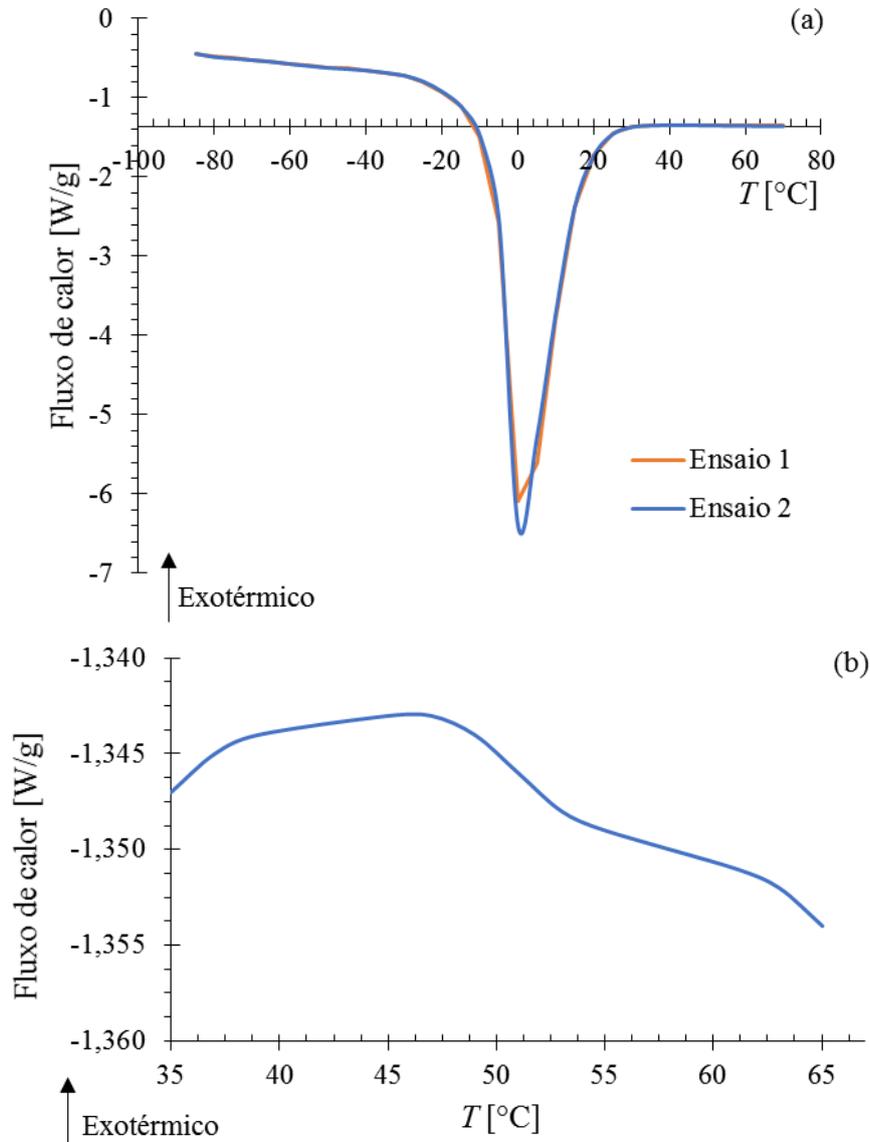
O uso de menores temperaturas e tempos de secagem devem ser considerados a fim de obter um produto com maior qualidade e menor consumo energético e, dessa forma, o pré-tratamento do cambuci em solução osmótica com sorbitol a concentração de 60 g/100 g, conferiu a mesma  $a_w$  do cambuci *in natura*, com menor tempo e temperatura mais baixa. Quando são comparados os tempos de secagem de fatias de cambuci pré-tratadas com sorbitol, foi observado que o aumento da temperatura de (40 para 50) °C reduziu o tempo em 15,3 % e o aumento de (50 para 60) °C reduziu somente 1,1 % para atingir a  $a_w$  de 0,4.

Para atingir a  $a_w$  de 0,3 a 50 °C, com prévio tratamento em sorbitol, é necessário um tempo de secagem de 20,9 % maior em relação à  $a_w$  de 0,4, a mesma temperatura.

#### **5.4. Transição vítrea**

Os termogramas obtidos pela análise calorimétrica de amostras de cambuci *in natura* e estão apresentados na Figura 5.22. Foi identificada uma mudança de estado na faixa de temperatura entre (49,4 e 53,6) °C. De acordo com Rahman (2006), a temperatura de transição vítrea pode ser assumida como a temperatura inicial que, nesse caso é 49,4 °C.

Figura 5.22 – Termogramas DSC obtidos de amostras de cambuci *in natura* com umidade de  $(5,836 \pm 0,171)$  g/ g (b.s.): (a) Termogramas completos das replicatas e (b) Ampliação da região da faixa de temperatura estudo para visualização da transição vítrea.



Fonte: O próprio autor.

Essa transição está relacionada às mudanças estruturais tais como encolhimento e colapsos que são indesejáveis em processos de desidratação. Essas mudanças estruturais alteram as configurações dos sítios ativos de sorção e, conseqüentemente, o fenômeno de sorção.

Conforme foi observado previamente no estudo das isotermas, as amostras *in natura* apresentaram diferentes comportamentos de sorção a 50 °C, uma vez que a umidade obtida nessa temperatura foi maior do que a 40 °C quando as amostras estavam próximas a  $a_w$  de 0,7. Isso pode estar relacionado à mudança de estado que ocorre na faixa de 50 °C.

Embora as análises de DSC tenham sido feitas somente para amostras *in natura*, pode ser inferido que a propriedade de retenção de água do sorbitol alterará essa temperatura de mudança de estado. Isso indica que o uso de sorbitol pode ser uma alternativa interessante para proteger a fruta de colapsos e mudanças estruturais decorrentes de mudança de estado e pode ser usado como um recurso para melhorar a qualidade do produto durante o processo de secagem convectiva.

## 6. CONCLUSÕES

Foi verificado no presente trabalho que o pré-tratamento em solução osmótica com sorbitol nas condições estudadas resultou em fatias de cambuci com menor umidade ( $X$ ) e as maiores alterações dos parâmetros físico-químicos ocorrem durante as primeiras duas horas, conforme esperado. Como o cambuci é uma fruta de difícil consumo *in natura* devido sua elevada acidez, o pré-tratamento tem potencial de conferir maior qualidade sensorial ao produto pois, após 2 h em solução osmótica com concentração de sorbitol de 60 g/100 g, as fatias do fruto apresentaram menor acidez titulável ( $AT$ ) que variou entre  $(2,51 \pm 0,03)$  g/100 g e  $(1,43 \pm 0,15)$  g/100 g e maior teor de sólidos solúveis que variou entre  $(9,83 \pm 0,2)^\circ\text{Brix}$  e  $(47,6 \pm 1,5)^\circ\text{Brix}$ . Dentre os fatores estudados, o tempo de desidratação osmótica e a concentração de sorbitol foram significativamente relevantes ( $p < 0,05$ ) para os parâmetros físico-químicos estudados. Diferentemente do que era esperado, a adição de lactato de cálcio na concentração de 2 g/100 g não resultou em maior remoção de água ( $p > 0,05$ ) e, dessa forma, foi adotado como soluto somente o sorbitol na concentração de 60 g/100 g nas etapas subsequentes do projeto.

A incorporação de sorbitol nas fatias de cambuci alterou a capacidade de retenção de água e, conforme constatado no estudo das isotermas, amostras osmoticamente pré-tratadas em sorbitol apresentaram maior umidade ( $X$ ) para os mesmos valores de atividade de água ( $a_w$ ) em relação às amostras *in natura*. Ao comparar isotermas obtidas pelo método DDI com DVS foi identificado que as condições de equilíbrio também são representadas por isotermas de desorção dinâmicas (DDI) e, para o caso de produtos perecíveis como o cambuci, métodos dinâmicos são mais adequados pois são mais rápidos do que os tradicionais e, por isso, conferem menor risco de deterioração microbiológica como crescimento de fungos.

Foi identificada a ocorrência de transição vítrea em fatias de cambuci *in natura* na faixa de 50 °C.

A secagem convectiva foi controlada por mecanismos difusivos tanto no caso de fatias de cambuci *in natura* quanto osmoticamente pré-tratadas em sorbitol e a interpretação do parâmetro  $n$  do modelo de Page indicou que em fatias osmoticamente pré-tratadas ocorrem fenômenos sub-difusivos, diferentemente do que foi observado em fatias *in natura*, o que reforça a propriedade de ligação do sorbitol com água.

A avaliação conjunta das isotermas com a cinética de secagem permitiu determinar o tempo de secagem para atingir valores desejáveis de  $a_w$  que, no caso, foram definidos entre 0,3 e 0,4. É interessante destacar que, para as mesmas  $a_w$ , o efeito do pré-tratamento foi maior na redução do tempo de secagem em menores temperaturas. Para a produção de fatias de cambuci

com  $a_w$  equivalente a 0,3, houve reduções de (16,6 e 3,6) % para as temperaturas de (40 e 50) °C, respectivamente e para produzir amostras com  $a_w$  equivalente a 0,4, as reduções foram de (28,6; 13,8 e 1,3) % para as temperaturas de (40, 50 e 60) °C, respectivamente.

Isso demonstra que a desidratação osmótica com sorbitol utilizada como pré-tratamento é uma contribuição tecnológica para reduzir o consumo energético durante a etapa de secagem convectiva.

## **7. CONTINUIDADE DO TRABALHO**

Sugere-se como continuidade do trabalho:

- Avaliação da qualidade do produto final como alterações estruturais, teor de compostos fenólicos totais e cor;
- Estudo da estabilidade do produto com a construção de diagrama de estado para a estimativa de vida de prateleira;
- Estudo da aplicação de outros solutos não-calóricos no pré-tratamento osmótico para avaliar a sinergia com o sorbitol a fim de otimizar o processo. Dentre os possíveis solutos podem ser avaliados eritritol, xilitol, maltitol, manitol, lactitol, isomalte entre outros;
- Estudar a reutilização ou destino da solução osmótica de forma a minimizar a produção de resíduos no processo;
- Uso da combinação da secagem convectiva com outras tecnologias emergentes como secagem assistida com micro-ondas, por exemplo.

## **REFERÊNCIAS**

AGUILERA, J. M.; CHIRALT, A.; FITO, P. Food dehydration and product structure. **Trends in Food Science and Technology**, v. 14, n. 10, p. 432–437, 2003.

AHMED, I.; QAZI, I. M.; JAMAL, S. Developments in osmotic dehydration technique for the preservation of fruits and vegetables. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 34, p. 29–43, 2016.

AL-MUHTASEB, A. H.; MCMINN, W. A. M.; MAGEE, T. R. A. Moisture sorption isotherm characteristics of food products: a review. **Trans IChemE**, v. 80, p. 118–128, 2002.

ALANDES, L.; HERNANDO, I.; QUILES, A.; PÉREZ-MUNUERA, I.; LLUCH, M. A. Cell Wall Stability of Fresh-Cut Fuji Apples Treated with Calcium Lactate. **Sensory and Nutritive Qualities of Food**, v. 71, n. 9, p. 615–620, 2006.

ASSIS, F. R.; MORAIS, R. M. S. C.; MORAIS, A. M. M. B. Mass Transfer in Osmotic Dehydration of Food Products: Comparison Between Mathematical Models. **Food Engineering Reviews**, v. 8, n. 2, p. 116–133, 2016.

AZEVEDO, C. M. S.; SILVA, R. R. E.; JACOMINO, A. P.; GENOVESE, M. I. Physicochemical variability of cambuci fruit ( *Campomanesia phaea* ) from the same orchard , from different locations and at different ripening stages. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 2017, n. 97, p. 526–535, 2016.

BAGETTI, M. **Caracterização físico-química, compostos fenólicos majoritários da fruta e atividade antioxidante da geleia de cambuci (Campomanesia phaea O. Berg)**. Universidade Estadual de Campinas, 2014.

BASU, S.; SHIVHARE, U. S.; MUJUMDAR, A. S. Models for Sorption Isotherms for Foods : A Review. **Drying Technology**, p. 917–930, 2006.

BASU, S.; SHIVHARE, U. S.; MULEY, S. Moisture adsorption isotherms and glass transition temperature of pectin. **Journal of Food Science Technology**, v. 50, n. 3, p. 585–589, 2013.

BIALIK, M.; WIKTOR, A.; LATOCHA, P.; GONDEK, E. Mass transfer in osmotic dehydration of kiwiberry: Experimental and mathematical modelling studies. **Molecules**, v. 23, n. 5, 2018.

BRASIL. **Ministério do Meio Ambiente**. Disponível em:

<http://www.mma.gov.br/biomas/mata-atlantica>. Acesso em: 14 fev. 2017.

BROCHIER, B.; MARCZAK, L. D. F.; NOREÑA, C. P. Z. Osmotic Dehydration of Yacon Using Glycerol and Sorbitol as Solutes: Water Effective Diffusivity Evaluation. **Food and Bioprocess Technology**, v. 8, n. 3, p. 623–636, 2014.

BROCHIER, B.; MARCZAK, L. D. F.; NOREÑA, C. P. Z. Use of different kinds of solutes alternative to sucrose in osmotic dehydration of yacon. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 58, n. 1, p. 34–40, 2015.

BRUNAUER, S.; DEMING, L. S.; DEMING, W. E.; TELLER, E. On a theory of the van der Waals adsorption of gases. **Journal of the American Chemical Society**, v. 62, p. 1723–1732, 1940.

BUTTERSACK, C. Modeling of type IV and V sigmoidal adsorption isotherms. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 21, p. 5614–5626, 2019.

CABALLERO-CERÓN, C.; SERMENT-MORENO, V.; VELAZQUEZ, G.; TORRES, J. A.; WELTI-CHANES, J. Hygroscopic properties and glass transition of dehydrated mango, apple and banana. **Journal of Food Science Technology**, v. 55, n. 2, p. 540–549, 2018.

CARMONA-JIMÉNEZ, Y.; GARCÍA-MORENO, M. V.; GARCÍA-BARROSO, C. Effect of Drying on the Phenolic Content and Antioxidant Activity of Red Grape Pomace. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 73, p. 74–81, 2018.

CASTELUCCI, A. C. L. **Avaliação da estabilidade dos compostos bioativos de polpas de frutas nativas submetidas ao processo de irradiação**. Universidade de São Paulo, 2015.

CASTRO, A. M.; MAYORGA, E. Y.; MORENO, F. L. Mathematical modelling of convective drying of fruits: A review. **Journal of Food Engineering**, v. 223, p. 152–167, 2018.

CHAGURI, L.; SANCHEZ, M. S.; FLAMMIA, V. P.; TADINI, C. C. Green Banana (*Musa cavendishii*) Osmotic Dehydration by Non-Caloric Solutions: Modeling, Physical-Chemical Properties, Color, and Texture. **Food and Bioprocess Technology**, 2016.

CHEN, X. D. Moisture Diffusivity in Food and Biological Materials. **Drying Technology**, v. 25, p. 1203–1213, 2007.

CICHOWSKA, J.; ŻUBERNIK, J.; CZYŻEWSKI, J.; KOWALSKA, H.; WITROWA-RAJCHERT, D. Efficiency of osmotic dehydration of apples in polyols solutions. **Molecules**, v. 23, n. 2, 2018.

CIURZYNSKA, A.; KOWALSKA, H.; CZAJKOWSKA, K.; LENART, A. Osmotic dehydration in production of sustainable and healthy food. **Trends in Food Science and Technology Technology**, v. 50, p. 186–192, 2016.

FAO. **Codex Alimentarius. General Standard for Food Additives. Codex Stan 192-195**, Revisado em 2019. Disponível em: [http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252FStandards%252FCXS%2B192-1995%252FCXS\\_192e.pdf](http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252FStandards%252FCXS%2B192-1995%252FCXS_192e.pdf). Acesso em 12 jan. 2021.

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

DADMOHAMMADI, Y.; DATTA, A. K. Prediction of effective moisture diffusivity in plant tissue food materials over extended moisture range. **Drying Technology**, v. 0, n. 0, p. 1–15, 2019.

DALLA, M.; GIROUX, F. Osmotic treatments ( OT ) and problems related to the solution management. **Journal of Food Engineering**, v. 49, p. 223–236, 2001.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. Água e gelo. In: **Química de Alimentos de Fennema**. 4. ed. Porto Alegre: Artmed, 2010. p. 900.

DAS GUPTA, D. K.; JAYARAMAN, K. S. Drying of Fruits and Vegetables. In: **Handbook of Industrial Drying, Third Edition**. CRC Press, 2006.

DEROSSI, A.; DE PILLI, T.; SEVERINI, C.; MCCARTHY, M. J. Mass transfer during osmotic dehydration of apples. **Journal of Food Engineering**, v. 86, n. 4, p. 519–528, 2008.

DO, D. D. **Adsorption Analysis: Equilibria and Kinetics**. Londres: Imperial College Press, 1998. v. 2

DONADO-PESTANA, C. M.; BELCHIOR, T.; FESTUCCIA, W. T.; GENOVESE, M. I. Phenolic compounds from cambuci (*Campomanesia phaea* O . Berg) fruit attenuate glucose

intolerance and adipose tissue inflammation induced by a high-fat , high-sucrose diet. **Food Research International**, v. 69, p. 170–178, 2015.

DONADO-PESTANA, C. M.; MOURA, M. H. C.; ARAUJO, R. L.; SANTIAGO, G. D. L.; BARROS, H. R. DE M.; GENOVESE, M. I.; BARROS, D. M.; INE, M. Polyphenols from Brazilian native Myrtaceae fruits and their potential health benefits against obesity and its associated complications. **Current Opinion in Food Science**, v. 19, p. 42–49, 2018.

EMAMI, A.; AZHDARI, E.; AUGUSTO, J.; GHAFARIPOUR, A. Drying viscoelastic materials : a non-Fickian approach. **Computational and Applied Mathematics**, v. 123, 2020.

FALADE, K. O.; ADELAKUN, T. A. Effect of pre-freezing and solutes on mass transfer during osmotic dehydration and colour of oven-dried African star apple during storage. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 42, n. 4, p. 394–402, 2007.

FERRARI, C. C.; CARMELLO-GUERREIRO, S. M.; BOLINI, M. H. A.; HUBINGER, M. D. Structural Changes , Mechanical Properties and Sensory Preference of Osmodehydrated Melon Pieces with Sucrose and Calcium Lactate Solutions. **International Journal of Food Properties**, v. 13, p. 112–130, 2010.

FITO, P.; CHIRALT, A. Osmotic Dehydration: An approach to the Modeling of Solid Food-Liquid Operations. In: FITO, P.; ORTEGA-RODRIGUEZ, E. (Eds.). . **Food Engineering 2000**. Nova Iorque: Springer, 1996.

GEANKOPLIS, C. J. **Transport processes and unit operations**. 3<sup>a</sup> ed. Englewood Cliffs: Prentice-Hall International, 1993.

GENSKOW, L. R.; BEIMESCH, W. E.; HECHT, J. P.; KEMP, I. C.; LANGRISH, T.; SCHWARTZBACH, C.; SMITH, F. L. Psychrometry, Evaporative Cooling, and Solids Drying. In: **Perry's Chemical Engineers' Handbook**. 8<sup>a</sup> ed. McGraw-Hill, 2008. p. 109.

GONÇALVES, A. E. DE S. S.; LAJOLO, F. M.; GENOVESE, M. I. Chemical composition and antioxidant/antidiabetic potential of Brazilian native fruits and commercial frozen pulps. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, p. 4666–4674, 2010.

HENDERSON, S. M.; PABIS, S. Grain drying theory I: temperature effect on drying coefficient. **Journal of Agricultural Engineering Research**, v. 6, n. 3, p. 169–174, 1961.

JAYARAMAN, K. S.; DAS GUPTA, D. K. Drying fruits and vegetables. In: **Handbook of Industrial Drying**. 3. ed. CRC Press, 2006.

JU, H.; ZHAO, S.; MUJUMDAR, A. S.; ZHAO, H.; DUAN, X.; ZHENG, Z.-A.; GAO, Z.-J.; XIAO, H.-W. Step-down relative humidity convective air drying strategy to enhance drying kinetics, efficiency, and quality of American ginseng root (*Panax quinquefolium*). **Drying Technology**, v. 0, n. 0, p. 1–14, 2019.

KAWASAKI, M. L.; LANDRUM, L. A rare and potentially economic fruit of Brazil: Cambuci, *Campomanesia phaea* (Myrtaceae). **Economic Botany**, v. 51, n. 4, p. 403–405, 1997.

KHAN, M. I. H.; KUMAR, C.; JOARDDER, M. U. H.; KARIM, M. A. Determination of appropriate effective diffusivity for different food materials. **Drying Technology**, v. 35, n. 3, p. 335–346, 2017.

KUROZAWA, L. E.; TERNG, I.; HUBINGER, M. D.; PARK, K. J. Ascorbic acid degradation of papaya during drying: Effect of process conditions and glass transition phenomenon. **Journal of Food Engineering**, v. 123, p. 157–164, 2014.

LABUZA, T. P. Interpretation of Sorption Data in Relation to the State of Constituent Water. In: DUCKWORTH, R. B. (Ed.). **Water relations of foods**. Nova Iorque: ACADEMIC PRESS INC., 1975. p. 155–172.

LAZARIDES, H. N.; MAVROUDIS, N. E. Freeze/Thaw effects on Mass Transfer Rates during Osmotic Dehydration. **Journal of Food Science**, v. 60, n. 4, p. 826–828, 1995.

LEWICKI, P.; LENART, A. Osmotic Dehydration of Fruits and Vegetables. In: **Handbook of Industrial Drying, Fourth Edition**. CRC Press, 2014. p. 661–679.

LI, J.; DONG, L.; XIAO, M.; QIAO, D.; WU, K.; JIANG, F.; RIFFA, S. B.; SU, Y. A Novel and Accurate Method for Moisture Adsorption Isotherm Determination of Sultana Raisins. **Food Analytical Methods**, v. 12, p. 2491–2499, 2019.

LINK, J. V.; TRIBUZI, G.; MORAES, J. O.; LAURINDO, J. B. Assessment of texture and storage conditions of mangoes slices dried by a conductive multi- flash process. **Journal of Food Engineering**, v. 239, p. 8–14, 2018.

LOWELL, S.; SHIELDS, J. E. Adsorption isotherms. In: **Powder Surface Area and Porosity**. Springer Netherlands, 1984. p. 11–13.

MAURO, M. A.; DELLAROSA, N.; TYLEWICZ, U.; TAPPI, S.; LAGHI, L.; ROCCULI, P.; ROSA, M. D. Calcium and ascorbic acid affect cellular structure and water mobility in apple tissue during osmotic dehydration in sucrose solutions. **Food Chemistry**, v. 195, p. 19–28, 2016.

MIDILLI, A.; KUCUK, H.; YAPAR, Z. A new model for single-layer drying. **Drying Technology**, v. 20, n. 7, p. 1503–1513, 2002.

MORAGA, G.; MART, N.; CHIRALT, A. Water sorption isotherms and glass transition in strawberries : influence of pretreatment. **Journal of Food Engineering**, v. 62, p. 315–321, 2004.

MOREIRA, R.; CHENLO, F.; TORRES, M. D.; VÁZQUEZ, G. Effect of stirring in the osmotic dehydration of chestnut using glycerol solutions. **LWT - Food Science and Technology**, v. 40, n. 9, p. 1507–1514, 2007.

MUJUMDAR, A. S. Principles, Classification, and Selection of Dryers. In: MUJUMDAR, A. S. (Ed.). **Handbook of Industrial Drying**. 4. ed. Boca Raton: CRC Press - Taylor & Francis Group, 2015. p. 1318.

MUNDADA, M.; SINGH, B.; MASKE, S. Convective dehydration kinetics of osmotically pretreated pomegranate arils. **Biosystems Engineering**, v. 107, n. 4, p. 307–316, 2010.

NINNI, L.; CAMARGO, M. S.; MEIRELLES, A. J. A. Water activity in polyol systems. **Journal of Chemical and Engineering Data**, v. 45, n. 4, p. 654–660, 2000.

NUNES, J. C.; LAGO, M. G.; CASTELO-BRANCO, V. N.; OLIVEIRA, F. R.; TORRES, A. G.; PERRONE, D.; MONTEIRO, M. Effect of drying method on volatile compounds, phenolic profile and antioxidant capacity of guava powders. **Food Chemistry**, v. 197, p. 881–890, 2016.

OCHOA-MARTINEZ, C. I.; RAMASWAMY, H. S.; AYALA-APONTE, A. A. A Comparison of Some Mathematical Models Used for the Prediction of Mass Transfer Kinetics in Osmotic Dehydration of Fruits. **Drying Technology**, v. 25, n. September, p. 1613–1620, 2007.

OKOS, M. R.; CAMPANELLA, O.; NARSIMHAN, G.; SINGH, R. K.; WEITNAUER, A. C. Food Dehydration. In: HELDMAN, D. R.; LUND, D. B. (Eds.). . **Handbook of Food Engineering**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2006. p. 1040.

PACHECO-ANGULO, H.; HERMAN-LARA, E.; GARCÍA-ALVARADO, M. A.; RUIZ-LÓPEZ, I. I. Mass transfer modeling in osmotic dehydration: Equilibrium characteristics and process dynamics under variable solution concentration and convective boundary. **Food and Bioproducts Processing**, v. 97, p. 88–99, 2016.

PAGE, G. E. **Factors influencing the maximum rates of air drying shelled corn in thin layers**. Purdue University, 1949.

PELEG, M. An Empirical Model for the Description of Moisture Sorption Curve. **Journal of Food Science**, v. 53, n. 4, p. 1216–1219, 1988.

PEREIRA, L. M.; CARMELLO-GUERREIRO, S. M.; BOLINI, H. M. A.; CUNHA, R. L.; HUBINGER, M. D. Effect of calcium salts on the texture , structure and sensory acceptance of osmotically dehydrated guavas. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 87, p. 1149–1156, 2007.

PESSOA, F. **Odes de Ricardo Reis**. L&PM Pocket, 2011.

RAHMAN, M. S. State diagram of foods : Its potential use in food processing and product stability. **Trends in Food Science and Technology**, v. 17, p. 129–141, 2006.

RAMYA, V.; JAIN, N. K. A Review on Osmotic Dehydration of Fruits and Vegetables : An Integrated Approach. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, p. 1–22, 2016.

RAOULT-WACK, A. L. Recent advances in the osmotic dehydration of foods. **Trends in Food Science and Technology**, v. 5, n. 8, p. 255–260, 1994.

RASTOGI, N. K.; ANGERSBACH, A.; KNORR, D. Evaluation of Mass Transfer Mechanisms During Osmotic Treatment of Plant Materials. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p. 1016–1019, 2000.

RATTI, C. **Advances in food dehydration**. 1<sup>a</sup> ed. Boca Raton: CRC Press, 2019.

RATTI, C.; MUJUMDAR, A. Drying of Fruits. In: **Processing Fruits**. CRC Press, 2004.

RODRÍGUEZ, M. M.; ARBALLO, J. R.; PAGANO, A. M.; MASCHERONI, R. H.; CAMPAÑONE, L. A.; COCCONI, M. B. Osmotic Dehydration of Nectarines: Influence of the Operating Conditions and Determination of the Effective Diffusion Coefficients. **Food and Bioprocess Technology**, v. 6, n. 10, p. 2708–2720, 2012.

RODRÍGUEZ, M. M.; ARBALLO, J. R.; CAMPAÑONE, L. A.; MASCHERONI, R. H. Analysis of Operating Conditions on Osmotic Dehydration of Plums ( *Prunus Domestica L.* ) and 3D-Numerical Determination of Effective Diffusion Coefficients. **International Journal of Food Engineering**, p. 1–13, 2017.

ROJAS, M. L.; AUGUSTO, P. E. D. Ethanol pre-treatment improves vegetable drying and rehydration: Kinetics , mechanisms and impact on viscoelastic properties. **Journal of Food Engineering**, v. 233, p. 17–27, 2018.

SANDLER, S. I. **Chemical, Biochemical, and Engineering Thermodynamics**. 4. ed. John Wiley Sons, 2006.

**Seminário Agroecológico da Cultura do Cambuci**. Disponível em: <<http://institutoaua.org.br/seminario-agroecologico-da-cultura-do-cambuci/>>. Acesso em: 14 fev. 2017.

SHIRKOLE, S. S.; MUJUMDAR, A. S.; SUTAR, P. P. Studies on thermal stability of high-power short time microwave dried paprika ( *Capsicum annum L.* ) considering the interaction of water molecules with sorption sites. **Drying Technology**, p. 1–14, 2019.

SILVA, K. S.; FERNANDES, M. A.; MAURO, M. A. Effect of calcium on the osmotic dehydration kinetics and quality of pineapple. **Journal of Food Engineering**, v. 134, p. 37–44, 2014.

SILVA, M. V.; OLIVEIRA, F. DOS S.; DEMCZUK, B.; HAMINIUK, C. W. I.; VISENTAINER, J. V. Hygroscopic equilibrium of microencapsulated extract of passion fruit seed and its effect on the antioxidant capacity. **Journal of Food Process Engineering**, v. 41, p. 1–8, 2018.

SIMPSON, R.; RAMÍREZ, C.; NUÑEZ, H.; JAQUES, A.; ALMONACID, S. Understanding the success of Page's model and related empirical equations in fitting experimental data of diffusion phenomena in food matrices. **Trends in Food Science & Technology**, v. 62, p. 194–201, 2017.

SOMOGYI, L. Direct Food Additives in Fruit Processing. In: **Processing Fruits**. CRC Press, 2004.

SRITONGTAE, B.; MAHAWANICH, T.; DUANGMAL, K. Drying of Osmoded Cantaloupe : Effect of Polyols on Drying and Water Mobility. **Drying Technology**, v. 29, p. 527–535, 2011.

SUN, Y.; ZHANG, M. Berry Drying : Mechanism , Pretreatment , Drying Technology , Nutrient Preservation , and Mathematical Models. **Food Engineering Reviews**, v. 11, p. 61–77, 2019.

SUN, Y.; ZHANG, M.; MUJUMDAR, A. Berry Drying : Mechanism , Pretreatment , Drying Technology , Nutrient Preservation , and Mathematical Models. **Food Engineering 2000**, v. 11, p. 61–77, 2019.

TAIWO, K. A.; ESHTIAGHI, M. N.; ADE-OMOWAYE, B. I. O.; KNORR, D. Osmotic dehydration of strawberry halves: Influence of osmotic agents and pretreatment methods on mass transfer and product characteristics. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 38, n. 6, p. 693–707, 2003.

TAPPI, S.; MAURO, M. A.; TYLEWICZ, U.; DELLAROSA, N.; DALLA, M.; ROCCULI, P. Food and Bioproducts Processing Effects of calcium lactate and ascorbic acid on osmotic dehydration kinetics and metabolic profile of apples. **Food and Bioproducts Processing**, v. 103, p. 1–9, 2017.

TOKAIRIN, T. D. O.; SILVA, A. P. G. DE; SPRICIGO, P. C.; ALENCAR, S. M. DE; JACOMINO, A. P. Cambuci : a native fruit from the Brazilian Atlantic forest showed nutraceutical characteristics Cambuci : fruto nativo da Mata Atlântica brasileira. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 40, n. 5, p. 1–8, 2018.

TOKAIRIN, T. DE O. **Caracterização e conservação pós-colheita de cambuci, fruto nativo da Mata Atlântica**. Universidade de São Paulo, 2017.

UDOMKUN, P.; NAGLE, M.; MAHAYOTHEE, B.; NOHR, D.; KOZA, A.; MÜLLER, J. Influence of air drying properties on non-enzymatic browning, major bio-active compounds and antioxidant capacity of osmotically pretreated papaya. **LWT - Food Science and Technology**, v. 60, n. 2, p. 914–922, 2015.

VALLILO, M. I.; GARBELOTTI, M. L.; DE OLIVEIRA, E.; CONCEIÇÃO, L.; LAMARDO, A. Physical and chemical characteristics of cambucizeiro's fruits (*Campomanesia phaea*). **Rev. Bras. Frutic**, v. 27, n. 2, p. 241–244, 2005.

WARD, C. A.; WU, J. Effect of Adsorption on the Surface Tensions of Solid–Fluid Interfaces. **The Journal of Physical Chemistry**, v. 111, p. 3685–3694, 2007.

WHO. **World Health Organization**. Disponível em: <<http://www.who.int/features/factfiles/diabetes/en/>>. Acesso em: 14 fev. 2017.

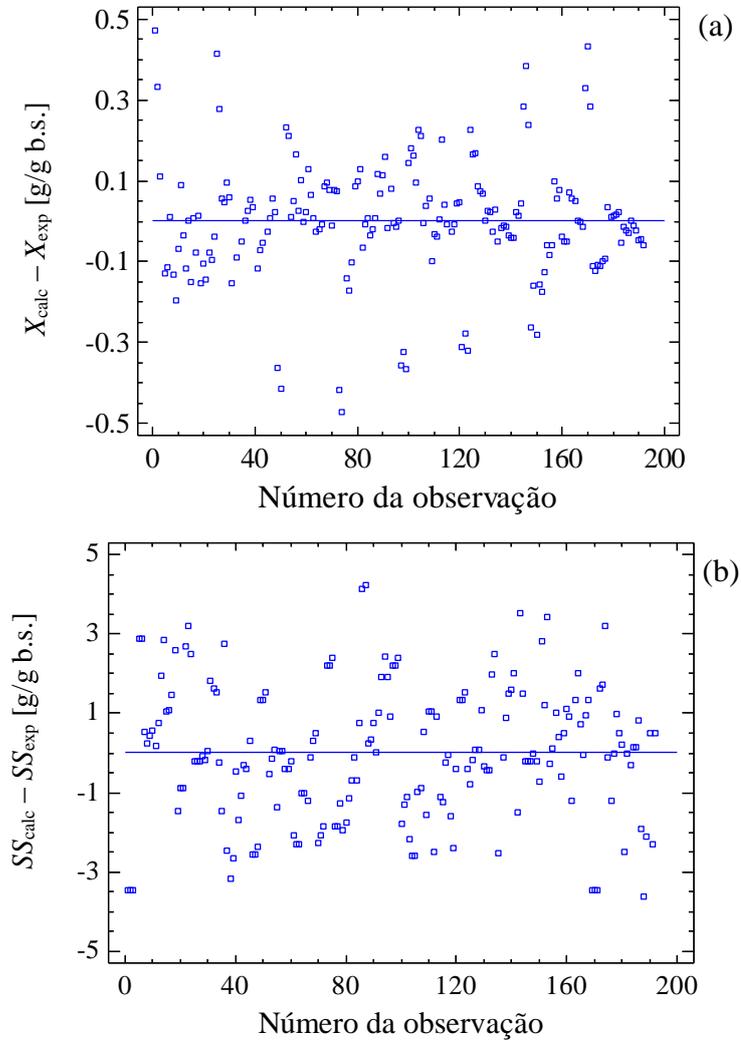
YALDIZ, O.; ERTEKIN, C.; UZUN, H. I. Mathematical modeling of thin layer solar drying of sultana grapes. **Energy**, v. 26, p. 457–465, 2001.

ZABALAGA, R. F.; LA FUENTE, C. I. A.; TADINI, C. C. Experimental determination of thermophysical properties of unripe banana slices (*Musa cavendishii*) during convective drying. **Journal of Food Engineering**, v. 187, p. 62–69, 2016.

ZENEON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

**APÊNDICE A - Estudo preliminar de desidratação osmótica de fatias de cambuci.**

Figura A.1 – Distribuição dos resíduos obtida após a análise de variância aplicada aos resultados da (a) umidade ( $X$ ) e (b) sólidos solúveis ( $SS$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica, ao longo de 6 h.



Fonte: O próprio autor.

Tabela A.1 - Análise de variância aplicada aos valores da umidade ( $X$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica, ao longo de 6 h.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	$F$	$p$
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Agitação</b>	0,156	1	0,156	2,00	0,159
<b>B:Sorbitol</b>	14,99	1	14,99	192	0,000*
<b>C:tempo</b>	455,6	7	65,09	834	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	0,007	1	0,007	0,10	0,755
<b>AC</b>	0,236	7	0,034	0,43	0,880
<b>BC</b>	2,112	7	0,302	3,87	0,001*
<b>Resíduos</b>	12,40	159	0,078		
<b>Total (corrigido)</b>	489,2	183			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ )

Fonte: O próprio autor.

Tabela A.2 - Análise de variância aplicada aos valores de sólidos solúveis ( $SS$ ) de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em duas concentrações diferentes, com ou sem agitação mecânica, ao longo de 6 h.

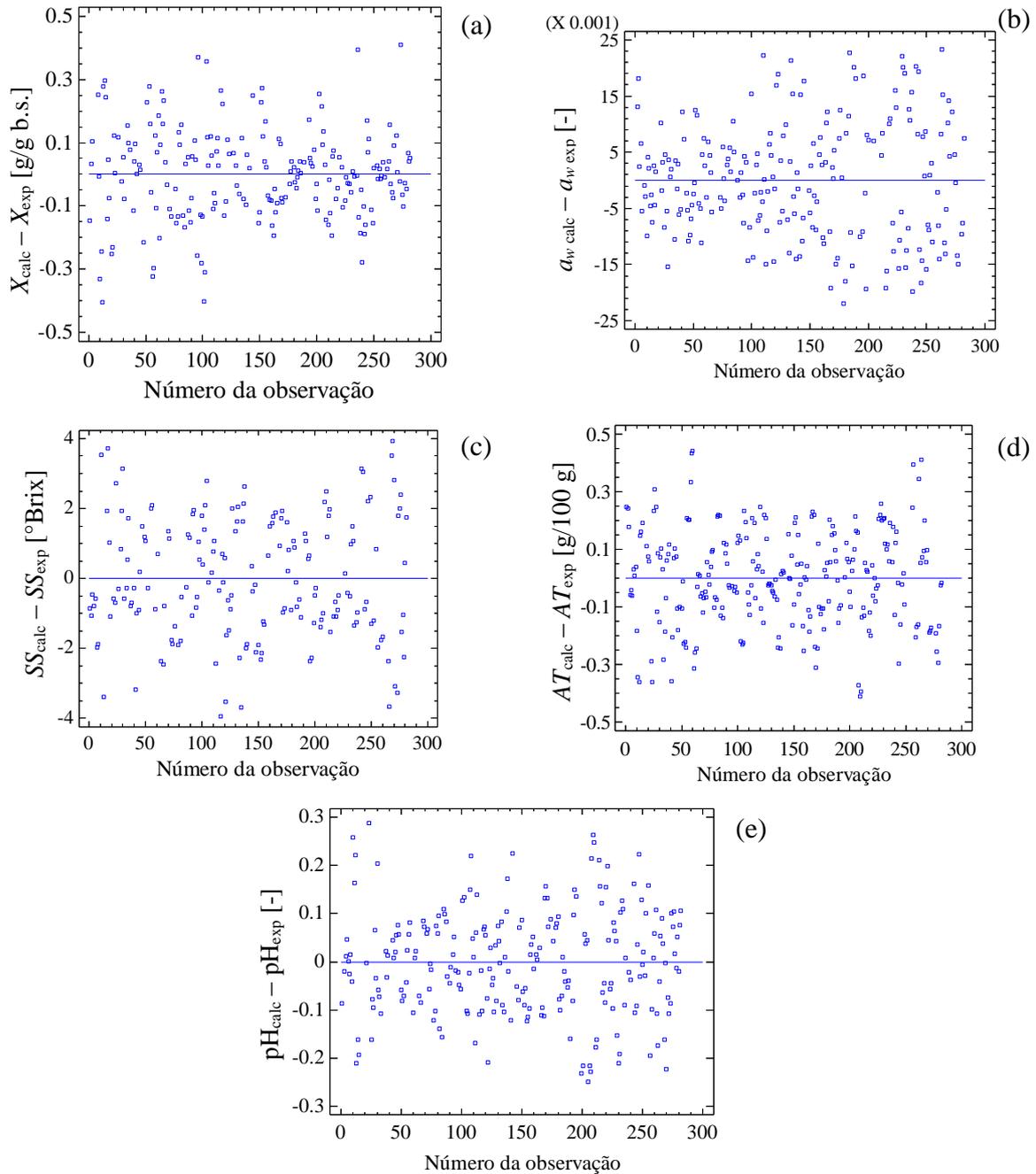
Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	$F$	$p$
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Agitação</b>	61,5	1	61,5	17,0	0,068
<b>B:Sorbitol</b>	5931	1	5931	1740	0,000*
<b>C:tempo</b>	28359	7	4051	1177	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	74,4	1	74,4	96,7	0,045*
<b>AC</b>	235	7	33,6	59,0	0,081
<b>BC</b>	963	7	138	34,2	0,000*
<b>Resíduos</b>	3001	165	18,2		
<b>Total (corrigido)</b>	38484	189			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

**APÊNDICE B - Estudo de desidratação osmótica de fatias de cambuci - enriquecimento da solução osmótica com lactato de cálcio.**

Figura B.1 – Distribuição dos resíduos obtida após a análise de variância aplicada aos resultados de análises físico-químicas de fatias de cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactato de cálcio, ao longo de 6 h: (a) umidade ( $X$ ), (b) atividade de água ( $a_w$ ), (c) sólidos solúveis ( $SS$ ), (d) acidez titulável ( $AT$ ); (e) pH.



Fonte: O próprio autor.

Tabela B.1 - Análise de variância aplicada aos valores de umidade ( $X$ ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	$F$	$p$
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Lactato de cálcio</b>	0,171	1	0,107	3,78	0,054
<b>B:Sorbitol</b>	19,98	2	10,00	352,1	0,000*
<b>C:tempo</b>	330,5	7	47,22	1664	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	0,188	2	0,094	3,32	0,039*
<b>AC</b>	0,524	7	0,074	2,64	0,014*
<b>BC</b>	2,643	14	0,189	6,65	0,000*
<b>Resíduos</b>	4,001	141	0,028		
<b>Total (corrigido)</b>	384,7	174			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

Tabela B.2 - Análise de variância aplicada aos valores de atividade de água ( $a_w$ ) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	$F$	$p$
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Lactato de cálcio</b>	0,000	1	0,000	3,42	0,066
<b>B:Sorbitol</b>	0,018	2	0,009	70,8	0,000*
<b>C:tempo</b>	0,108	7	0,015	117	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	0,002	2	0,001	8,64	0,000*
<b>AC</b>	0,005	7	0,001	6,18	0,000*
<b>BC</b>	0,014	14	0,001	7,57	0,000*
<b>Resíduos</b>	0,024	184	0,000		
<b>Total (corrigido)</b>	0,186	217			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

Tabela B.3 - Análise de variância aplicada aos valores de sólidos solúveis (SS) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	F	p
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Lactato de cálcio</b>	12,7	1	12,7	3,70	0,056
<b>B:Sorbitol</b>	2699	2	1350	393	0,000*
<b>C:tempo</b>	24431	7	3490	1017	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	26,8	2	13,4	3,91	0,022*
<b>AC</b>	61,6	7	8,80	2,57	0,016*
<b>BC</b>	691	14	49,3	14,4	0,000*
<b>Resíduos</b>	436	135	3,43		
<b>Total (corrigido)</b>	29298	168			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

Tabela B.4 - Análise de variância aplicada aos valores de acidez titulável (AT) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	F	p
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Lactato de cálcio</b>	0,04	1	0,04	1,11	0,294
<b>B:Sorbitol</b>	7,47	2	3,73	107	0,000*
<b>C:tempo</b>	67,1	7	9,59	277	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	0,98	2	0,49	14,2	0,000*
<b>AC</b>	0,85	7	0,12	3,53	0,001*
<b>BC</b>	2,49	14	0,17	5,13	0,000*
<b>Resíduos</b>	7,66	221	0,03		
<b>Total (corrigido)</b>	90,6	254			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

Tabela B.5 - Análise de variância aplicada aos valores de atividade de água (pH) de fatias de fatias cambuci submetidas à desidratação osmótica com sorbitol em três concentrações diferentes e enriquecidas com lactado de cálcio ao longo de 6 h.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	F	p
<b>Efeitos principais</b>					
<b>A:Lactato de cálcio</b>	12,9	1	12,9	876	0,000*
<b>B:Sorbitol</b>	0,50	2	0,25	17,1	0,000*
<b>C:tempo</b>	6,54	7	0,93	63,2	0,000*
<b>Interações</b>					
<b>AB</b>	0,03	2	0,02	1,18	0,310
<b>AC</b>	2,95	7	0,42	28,5	0,000*
<b>BC</b>	0,74	14	0,05	3,59	0,000*
<b>Resíduos</b>	2,88	195	0,01		
<b>Total (corrigido)</b>	29,7	228			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.

### APÊNDICE C – Isotermas de sorção

Figura C.1 – Distribuição dos resíduos determinada após a análise de variância dos resultados de unidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) de fatias de fatias cambuci obtidas a partir de curvas de dessorção de isotermas dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C e em três diferentes umidades relativas (UR) com amostras *in natura* e pré-tratadas em soluções osmóticas com sorbitol (60 g/100 g).

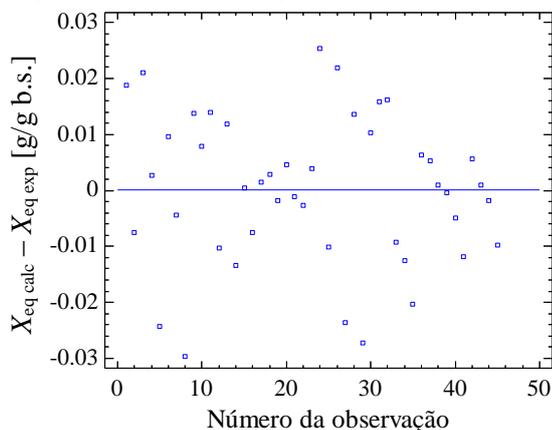


Tabela C.1 - Análise de variância feita para a comparação entre as unidades de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) de fatias de fatias cambuci obtidas a partir de curvas de dessorção de isotermas dinâmicas (DDI) a (40, 50 e 60) °C e em três diferentes umidades relativas (UR) com amostras *in natura* e pré-tratadas em soluções osmóticas com sorbitol (60 g/100 g).

Fonte de variação	Soma dos quadrados	GL	Média dos quadrados	F	p
<b>Efeitos principais</b>					
A:T	0,014	2	0,007	34	0,000*
B:UR	0,026	2	0,013	61	0,000*
C:Amostra	0,019	1	0,019	91	0,000*
<b>Interações</b>					
AC	0,013	2	0,007	31	0,000*
<b>Resíduos</b>	0,008	37	0,000		
<b>Total (corrigido)</b>	0,080	44			

\*Fatores significativos ( $p < 0,05$ ).

Fonte: O próprio autor.