

**AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE PÓS
DE SUCO DE MARACUJÁ OBTIDOS POR
SPRAY DRYING**

ALEXANDRO PEREIRA

2000

**Ficha Catalográfica Preparada pela Divisão de Processos Técnicos da
Biblioteca Central da UFLA**

Pereira, Alexandre

Avaliação microestrutural de pós de suco de maracujá obtidos por spray drying
/ Alexandre Pereira. -- Lavras : UFLA, 2000.

66 p. : il.

Orientador: José Cal-Vidal.

Dissertação (Mestrado) – UFLA.

Bibliografia.

1. Maracujá. 2. Morfologia. 3. Microestrutura. 4. Atomização. 5. Microscopia eletrônica. 6. Microscopia ótica. 7. Spray drying. I. Universidade Federal de Lavras. II. Título.

CDD-663.63

- 664.804424

51056

MIN-36008

ALEXANDRO PEREIRA

**AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE PÓS DE SUCO DE
MARACUJÁ OBTIDOS POR SPRAY DRYING**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Mestrado em Ciência dos Alimentos, área de concentração Engenharia de Alimentos, para obtenção do título de "Mestre".

Orientador

prof. Dr. José CAL-VIDAL



LAVRAS
MINAS GERAIS - BRASIL
2000

**Ficha Catalográfica Preparada pela Divisão de Processos Técnicos da
Biblioteca Central da UFLA**

Pereira, Alexandro

Avaliação microestrutural de pós de suco de maracujá obtidos por spray drying
/ Alexandro Pereira. -- Lavras : UFLA, 2000.
66 p. : il.

Orientador: José Cal-Vidal.

Dissertação (Mestrado) – UFLA.

Bibliografia.

1. Maracujá. 2. Morfologia. 3. Microestrutura. 4. Atomização. 5. Microscopia eletrônica. 6. Microscopia ótica. 7. Spray drying. I. Universidade Federal de Lavras. II. Título.

CDD-663.63

- 664.804424

**AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE PÓS DE SUCO DE
MARACUJÁ OBTIDOS POR SPRAY DRYING**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Mestrado em Ciência dos Alimentos, área de concentração em Engenharia de Alimentos, para obtenção do título de "Mestre".

APROVADA em 25 de setembro de 2000

Prof. Dr. Ronaldo N. de Moraes Pitombo

Profa. Dra. Mônica Torres Prado

Prof. Dr. José CAL-VIDAL
UFLA
(Orientador)

LAVRAS
MINAS GERAIS – BRASIL
2000

**Aos meus pais, Ruy e Maria,
Como gratidão
Aos meus amigos como homenagem**

**À minha noiva Helenice.
Pela compreensão e amizade.**

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Lavras e ao Departamento de Ciência dos Alimentos, pela oportunidade para realizar o curso.

À Coordenadoria de Aperfeiçoamento do Pessoal de Nível Superior, CAPES, pela concessão da bolsa de estudos.

Ao meu orientador, professor e pesquisador Prof. Dr. Eng. José Cal-Vidal, pela confiança, apoio, ensinamentos e orientação.

Ao Prof. Dr. Ronaldo N. de Moraes Pitombo pela orientação e ajuda para a realização deste trabalho.

Ao Departamento de Tecnologia Bioquímico-Farmacêutica da Faculdade de Ciências Farmacêuticas-USP, na pessoa do Prof. Dr. Sunao Sato, Chefe de Departamento, que possibilitou a utilização da unidade piloto do Departamento.

Ao Prof. Kiyohi Mutsuoka do Departamento de Fitopatologia da Universidade Federal de Viçosa, pela obtenção das fotomicrografias em microscópio eletrônico de varredura.

Ao grande amigo M.Sc. Anderson pelo auxílio prestado para a execução da parte experimental em São Paulo.

Ao técnico de Laboratório Gledson pela paciência e ajuda na execução do Experimento.

Aos colegas de Curso de Mestrado em Ciência de Alimentos.

Aos amigos de República, Fred, Valério, Mauro, Rubens, Adelson e José Hortêncio.

Ao amigo sempre pronto para o auxílio, o Eng. José Donizeti Francelino.

À Eastman Chemical Brasileira Ltda. (São Paulo-SP, BR) pela concessão do Mono-Diglicerídeo acetilado (9-45).

À GRINDSTED™ (Cotia, SP, BR) pela concessão do Mono-Diglicerídeo (HA-52).

Aos funcionários da Biblioteca Central pelo auxílio e correção das referências bibliográficas.

Aos funcionários do Departamento de Ciência dos Alimentos, em especial a Sandra e Tina pelo auxílio nas análises Químicas.

A todos que direta ou indiretamente colaboraram para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

	Página
RESUMO.....	i
ABSTRAT.....	ii
1 INTRODUÇÃO.....	01
2 REFERENCIAL TEÓRICO.....	03
2.1 Maracujá.....	03
2.2 Spray Drying.....	05
2.3 Higroscopicidade.....	08
2.4 Avaliação microestrutural de sistemas alimentares	12
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	15
3.1 Matéria-prima.....	15
3.1.1 Maracujá.....	15
3.1.2 Agente tensoativo.....	15
3.2 Pré-tratamento.....	16
3.3 Obtenção dos pós por spray drying.....	17
3.4 Análises físicas.....	17
3.4.1 Determinação de sólidos solúveis.....	17
3.5 Teor de umidade.....	18
3.5.1 Teor de umidade inicial das amostras.....	18
3.6 Obtenção dos ambientes de umidade relativa.....	18
3.7 Condicionamento Ambiental.....	19
3.8 Análises microestruturais.....	19
3.8.1 Microscopia óptica.....	19
3.8.2 Microscopia eletrônica de varredura.....	19

3.9 Determinação do diâmetro da partícula.....	20
3.10 Delineamento experimental.....	20
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	21
4.1 Caracterização dos pós obtidos por spray-drier.....	21
4.2 Influência das condições de secagem e do conteúdo da alimentação	22
4.3 Tamanho médio das partículas.....	23
4.4 Caracterização das partículas por microscopia óptica.....	30
4.5 Caracterização das partículas por microscopia eletrônica.....	37
4.6 Umidade absorvida em função do tempo.....	48
5 CONCLUSÕES.....	54
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	55
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56
ANEXOS.....	63

RESUMO

PEREIRA, Alexandro. Avaliação microestrutural de pós de suco de maracujá obtidos por spray drying. Lavras: UFLA, 2000. 66p. (Dissertação - Mestrado em Ciência dos Alimentos)¹

O presente trabalho tem como objetivo estudar as características morfológicas das estruturas de partículas de pó obtidas por spray-drier. Os sistemas de alimentação que contêm suco de maracujá, malto-dextrina (MD-10 e MD-20) e HA-52 (monoglyceride) foram misturados para atomização em um spray-drying de escala laboratorial com fluxo co-corrente, e um conteúdo de sólidos total de 13%. A temperatura de entrada e de saída usada foi, respectivamente, 120°C e 90°C. Quanto à análise de superfície dos pós de maracujá, empregou-se um microscópio eletrônico de varredura (SEM) para a avaliação da morfologia da superfície das partículas em pós. Como característica geral foi constatada a presença de partículas esféricas, com superfícies lisas e uniformes, e, em poucas situações, estavam presentes partículas com superfície rugosas decorrente do sistemas que continham o agente HA-52, e que podem ainda ser correlacionadas com o conteúdo de sólidos na alimentação e/ou com a velocidade de secagem. O diâmetro comum de partículas foi calculado utilizando uma técnica simples com a ajuda de um microscópio. Os valores comuns obtidos na experimentação eram de 41,90 μm . As partículas de pó também foram submetidas ao condicionamento em dessecadores com soluções salinas a 33%, 44% e 87% de umidade relativa, à temperatura de 25°C. O conteúdo de água absorvido com de tempo foi determinado em duplicata e os resultados expressos em gramas por 100 gramas de sólidos. Observou-se que o uso da malto-dextrina MD-20 isolada resultou em um menor conteúdo de água absorvido, enquanto com a adição do agente HA-52 ao nível de 1,5%, ocorreu um decréscimo significativo na absorção de água para os sistemas estudados.

Comite Orientador: (Orientador) Prof. Dr. José CAL-VIDAL – UFLA, (Co-Orientador) Prof. Dr. Ronaldo N. de Moraes Pitombo – USP.

ABSTRAT

PEREIRA, Alexandro. Microstructural evaluation of fruit juice powders obtained by spray-drying. Lavras: UFLA, 2000. 66p. (Dissertation - Master Program in Science Food)¹

The present work was intended to study the morphological characteristics of spray-dried powder particles. Feeding systems containing passion-fruit juice, malto-dextrine (MD-10 and MD-20) HA-52 (monoglyceride) were added for atomization in a laboratory scale spray-drier with co-current flux, and a total solids content of 13%. Input and output temperatures of 120°C and 90°C respectively were used. Passion fruit were examined by powders scanning electron microscopy (SM) with surface of the powder particles influenced by composition and processing parameters, among others. General characteristics included the presence of spherical particles with smooth and uniform surfaces and of rough-surfaced particles, due the agent HA-52 which may be reinforced by the feeding solid content and /or drying velocity. The average diameter of particles was calculated by utilizing a simple technique taken from of light microscopy. The average values obtained in the experimentation were of 41,90 µm. The powder particles were also submitted to conditioning in dessecators with salt solutions (33%, 44% and 87% of relative humidity) and temperature of 25°C. Water content absorbed with time was determined in duplicates and the results expressed in grams per 100 grams of solids. It was found that the use of malto-dextrine isolated MD-20 promoted lower water absorbed values whereas the addition of the agent HA-52 (at the 1,5% level) showed a significant decrease of water uptake for the systems studied.

Guindace Committee: Prof. Dr. José Cal-Vidal – UFLA (Major Professor), (Co-Advisor) Prof. Dr. Ronaldo N. de Moraes Pitombo – USP.

1 INTRODUÇÃO

A desidratação tem sido um dos processos de preservação mais empregados pelo homem com o objetivo de conter degradações de origem microbiana e físico-química, fornecendo um produto de fácil utilização, transporte e armazenamento.

Dentre os métodos de secagem, o processo de spray drying é um dos mais utilizados comercialmente, pois quando comparado a outros processos, reúne ótimas vantagens técnicas e econômicas (Evangelista, 1992). Sob ótimas condições de operação, spray drying pode reter componentes aromáticos em grande proporção (Kerkhof e Thijssen, 1977). Os produtos obtidos em pós apresentam altos teores organolépticos e nutricionais, com a possibilidade adicional de desidratar materiais termo-sensíveis graças à rapidez na remoção de água no sistema (Masters, 1976).

O estado físico dos carboidratos em alimentos e confeitos afeta as propriedades do produto durante sua produção e desempenho final. O processo pode afetar o estado de um determinado açúcar, propiciando o estado amorfo, em que as moléculas são desordenadas, ou o estado cristalino, no qual as moléculas se encontram orientadas (Niediek, 1988).

A estrutura individual de componentes alimentícios, bem como a arquitetura de produtos acabados, desempenham um importante papel na funcionalidade. Para o estudo destas interrelações, a microscopia ótica e a microscopia eletrônica são usadas para permitir as visualizações das diferentes heterogeneidades na estrutura dos sistemas alimentares (Gehl-Hansen e Flink, 1976).

A obtenção de pós contendo açúcares em um estado de maior organização por spray drying é primordial para se conseguir a estabilidade dos

mesmos. Diversos estudos vêm sendo conduzidos na tentativa de elucidar os fatores determinantes nas características finais das partículas obtidas por atomização como melhor fluidez, menor potencial higroscópico, maior retenção de aroma, entre outras. Da Costa (1987) correlaciona, em seus estudos, o efeito de variáveis de processo com o grau de caking em leite de coco. Santos (1983) realizou o estudo do efeito da adição de sólidos de natureza diversa no comportamento do grau de caking de pós de abacate. Mead (1973) relata o uso de partículas sólidas de açúcares de menor solubilidade (lactose, sacarose e dextrose) no estágio de atomização, no qual estas partículas interagem com as gotas atomizadas, obtendo, assim, um produto com maior fluidez e menor conteúdo de água final. O efeito das condições de processo e da natureza de substâncias diversas adicionadas no conteúdo da alimentação são estudados por diversos autores com o intuito de estabelecer condições ótimas para maior retenção de compostos voláteis (Cal-Vidal, Bornhardt, Roth, Loncin, 1985; Reineccius e Coulter, 1969). Desta forma, a adição de substâncias químicas no material de alimentação poderá resultar em açúcares de maior estabilidade.

Com base no exposto, o presente projeto tem como objetivo:

- Demonstrar o efeito de substâncias químicas na Microestrutura e Arquitetura dos pós obtidos por spray drying, com o auxílio da microscopia ótica e eletrônica.
- Avaliação da higroscopicidade com a microestrutura, de modo a obter estabilidade dos pós obtidos por spray drying.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Maracujá

O maracujá, entre outros, é um fruto tropical originário na América, que também cresce em outros continentes tropicais e subtropicais (Chen et al., 1982). O suco de maracujá vem recebendo atenção crescente para industrialização, principalmente pelo sabor e aroma característicos, alto valor nutritivo, aplicação farmacológica e outros interesses.

O Brasil é o maior produtor mundial de maracujá. A produção brasileira está distribuída entre Regiões Norte (35,6%), Nordeste (33,7%), Sudeste (27,3) e Centro Oeste (1,7%); atualmente conta com aproximadamente 32.539 ha plantados e uma produção anual de 360 mil toneladas em 1993 (AGRIANUAL 97, 1997), sendo a cor amarela a variedade mais comercializada no país.

O suco de maracujá amarelo (*Passiflora edulis flavicarpa*) se caracteriza pelo valor aromático e elevada acidez. O maracujá roxo (*Passiflora edulis*) de cor laranja, tem um teor aromático mais elevado e menor acidez (Chan Junior, Chang e Chenchin, 1972).

As características químicas do suco de maracujá de duas variedades, amarela, *P. edulis flavicarpa*, e roxo, *P. edulis*, foram estudadas por diversos autores, entre eles Pruthi e Lal (1959); Pruthi (1959) e Boyle, Shan e Sherman (1955). O conteúdo de sólidos totais é de 19,6 %, sólidos solúveis 17,4 %, carboidratos 12,4 %, e ácidos orgânicos 3,4 %. Os valores reportados por vários trabalhos mostram uma variação entre 21,9 e 69,9 mg/100 g de ácido ascórbico (vit. C). Dentre algumas variedades de frutos, o maracujá apresenta um maior teor de riboflavina (0,175 mg/100 g), seguido pela niacina.

Dentre os carboidratos solúveis do suco de maracujá, a distribuição faz-se 38,1% de glicose, seguida pela sacarose, com 32,4%, e finalmente pela

frutose, com 29,4% (Chan Jr. e Kwork, 1975). O teor individual desses açúcares é importante no sabor em vista do poder adoçante dos mesmos, enquanto a proporção desses açúcares livres no suco é responsável pelo sabor favorável, desde que em proporção equilibrada com a acidez (Pruthi, 1963).

Há dados variáveis sobre a vitamina A em suco de maracujá, desde 10 até 1.547 U.I. de vit. A para suco de maracujá roxo, e em torno de 570 U.I. de vit. A para o suco de maracujá amarelo (Pruthi, 1963).

Os principais ácidos orgânicos presentes no suco de maracujá estão em maior parte representados pelo ácido cítrico e ácido málico, como mostram os resultados da Tabela 1.

TABELA 1: Ácidos orgânicos presentes no suco de maracujá de acordo com Chan Junior, Chang e Chenchin (1972).

Ácido	Amarelo ¹ (mEq/100g)	Roxo ² (mEq/100g)
Cítrico	55,0	13,00
Málico	10,55	3,86
Láctico	0,58	7,49
Malônico	0,13	4,95
Succínico	Traços	2,42
Ascórbico	0,06	0,05
Ácidos Voláteis	0,11	0,12
Total	66,43	31,99
Total de ácidos Tituláveis	65,83	32,01

1 - *Passiflora edulis* cv. flavicarpa

2 - *Passiflora edulis*

A natureza dos constituintes voláteis responsáveis pelo sabor e aroma característicos do suco de maracujá tem sido estudada por vários autores (Chen et al., 1982; Parliment, 1972; Hiu e Scheuer (1961); Muller, Kepner e Webb (1964); Pruthi e Lal, 1959). Em seus resultados, identificaram quase 60

compostos, sendo a maioria ésteres, seguidos por álcoois, aldeídos, cetonas, compostos terpenicos e miscelâneos, como pode comprovar pela Tabela 2.

TABELA 2: Principais compostos voláteis identificados por Chen et al. (1982) através de Headspace de suco de maracujá.

Compostos	Amarelo ¹ (10 ⁻⁶ g) ^a	Roxo ² (10 ⁻⁶ g) ^a	Híbrido (10 ⁻⁶ g) ^a
Álcoois			
2-metil-1-propanol	5,06	0,00	1,13
2-pentanol	3,38	3,28	0,00
2-heptanol	7,13	0,84	14,71
Aldeídos			
Benzaldeído	26,63	9,84	4,13
Cetonas			
2-pentanona	21,84	1,13	1,50
2-heptanona	25,78	25,88	29,01
2-nonanona	11,34	3,94	8,25
Ésteres			
Acetato de etila	137,81	96,94	110,26
Butanoato de etila	307,59	205,41	2156,25
Hexanoato de etila	220,50	267,66	812,50
Hexanoato de hexila	90,47	159,56	446,87
Octanoato de etila	50,53	37,78	21,47
Butanoato de hexila	132,47	64,50	754,46
Terpenos			
Cis-ocimeno	107,06	32,34	18,00
Miscelaneos			
Penteno	1,41	0,38	3,84
Edulan I	6,19	4,13	56,11

a: Valores obtidos das médias de 4 experimentos (amostra: 85g).

1 - *Passiflora edulis flavicarpa*

2 - *Passiflora edulis Sims.*

2.2 Spray Drying

O processo de spray drying (atomização) consiste na conversão de uma solução aquosa em pó, numa operação rápida, envolvendo a retirada d'água em

poucos segundos (Lyne, 1971). As características finais do produto em pó, na forma de grânulos ou aglomerados, é dependente das propriedades físicas e químicas do material de alimentação e das condições de desidratação.

A atomização apresenta vários aspectos de interesse: produção contínua; baixo custo de trabalho e simplicidade de operação, e curto tempo de operação, o que permite a remoção d'água de produtos altamente sensíveis ao calor (MacCabe, 1993). O processo de spray drying é usado em diversos setores industriais: alimentos, cerâmica, produtos farmacêuticos, petroquímica e outros. Dentre os principais alimentos desidratados, destacam-se o café, o leite, os baby foods, frutas, extratos, substâncias aromatizantes e outros ingredientes alimentícios (Mead, 1973).

Este processo envolve quatro principais estágios: a atomização do material de alimentação; o contato entre o ar quente e a gotícula atomizada; a secagem das gotículas; e a recuperação do produto, como mostra a Figura 1 (Masters, 1976). A atomização constitui o primeiro estágio e é responsável pela conversão da massa fluída em gotícula de tamanho uniforme, após a dispersão eficaz das mesmas na seção transversal da torre de secagem. O grau de atomização depende das propriedades de fluidez do material de alimentação, em que onde altos valores de viscosidade e tensão superficial resultam em grandes tamanhos de gotículas. A atomização de um fluido em pequenas partículas ocasiona pós com partículas esféricas, com diâmetro variando de 10 a 250 μm (Caric e Kaláb, 1987). O segundo estágio, no qual onde ocorre o contato ar quente-gotícula atomizada, é determinado pela posição do atomizador em relação à entrada de ar quente, bem como o produto envolvido. Podem ocorrer três tipos diferentes de contato: contato co-corrente, contato contracorrente e contato misto. O tempo de residência das gotas varia de 3 a 6 segundos para secagem em fluxo corrente (MacCabe, Smith e Harriot, 1993). No terceiro estágio o contato ar quente - gotícula atomizada envolve a evaporação de

voláteis (normalmente água) envolvendo simultaneamente a transferência de calor e massa por convecção do ar de secagem para a gota atomizada. A evaporação das gotas em contato com a temperatura do ar depende do tamanho da gota, sua composição química, estrutura física e concentração dos sólidos. O maior conteúdo de umidade migra do interior da gotícula a uma alta velocidade para manter a supersaturação da superfície da gotícula, e então se forma uma camada seca. (Masters, 1976). O quarto e último estágio da operação do spray drying é a separação do produto em pó do ar. Os equipamentos são constituídos por: ciclones, filtros e precipitadores eletrostáticos (Evangelista, 1992).

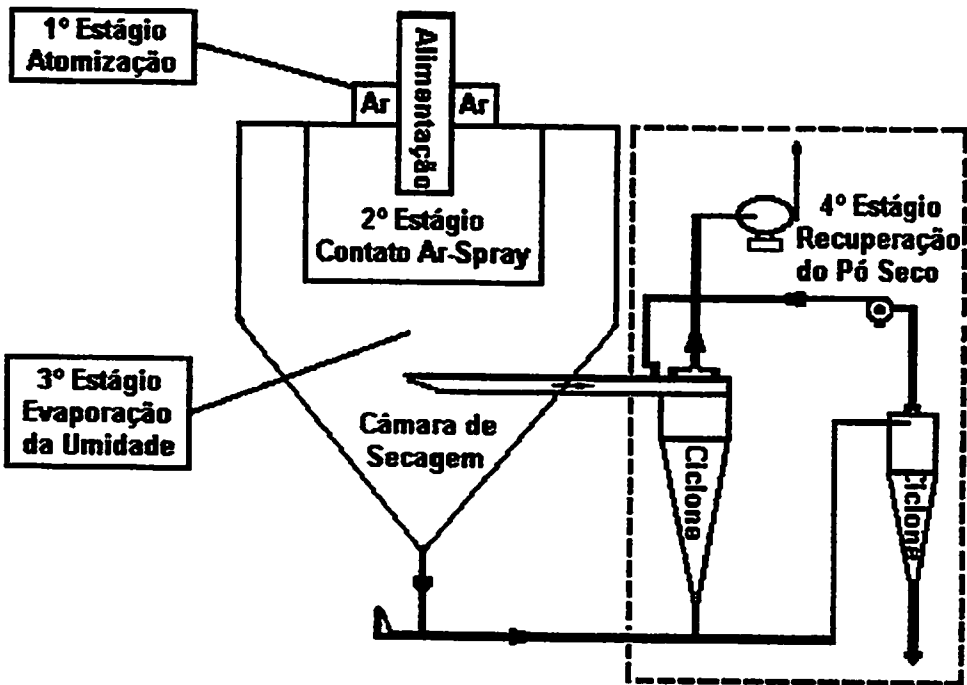


FIGURA 1 Estágios da secagem por atomização. (Masters, 1976).

2.3 Higroscopicidade

A água é um dos principais componentes da maioria dos produtos alimentícios. Mesmo nos alimentos desidratados, onde a água ocorre em proporções mais baixas, este componente é dos mais importantes. Segundo Pruthi et al. (1959), a higroscopicidade é uma característica muito importante nos alimentos em pó sendo influenciada pelo conteúdo de umidade do próprio produto.

Produtos desidratados em pó encontram larga aplicação em diversas formulações alimentares de preparo instantâneo e são de fácil utilização em operações de adição e mistura em escala industrial. Estes produtos se caracterizam por possuírem um alto teor de sólidos solúveis com uma porção apreciável no estado amorfo, que os torna altamente higroscópicos e sujeitos a mudanças físicas indesejáveis. Estes problemas dificultam enormemente a utilização de tais produtos em operações de formulação industrial e seu próprio potencial de comercialização (Peleg, Mannheim e Passy, 1973).

O conhecimento dos princípios físico-químicos que governam a ação da água em alimentos é muito importante para o processo de desidratação (Quast, 1976 e Labuza, 1968), e o conhecimento do comportamento higroscópico dos alimentos é de fundamental importância na conservação e armazenamento, para se estabelecer condições satisfatórias de desidratação dos mesmos (De Carvalho e Cal-Vidal, 1985; De Gois e Cal-vidal, 1986; Pazola e Jankun, 1982).

A absorção d'água nos alimentos desidratados é causada, principalmente, pela própria natureza química dos componentes orgânicos do produto, tais como açúcares (principalmente nos frutos), a existência de forças intermoleculares do tipo Van der Waals, da capacidade de grupos hidroxílicos – OH para formar ligações com moléculas de água e do tipo de processo usado na desidratação (Cal-Vidal, 1982).

No caso de frutas desidratadas, os açúcares são os principais fatores das interações com a molécula de água, e segundo Smith, Mannheim e Gilbert (1981), o comportamento destes açúcares, sendo a frutose o açúcar mais higroscópico, seguido pela glicose e sacarose. A proporção nos quais podem ser encontrados é maior que 50%, com uma grande parte no estado amorfo. Estes açúcares (sacarose, frutose e glicose), têm alta capacidade de absorção d'água, facilitando a formação de pontes sólidas e líquidas entre outros mecanismos de interação (Peleg, Mannheim e Passy, 1973; Peleg e Mannheim, 1977).

Os sólidos podem variar de formas estruturais simples a formas mais complexas. O cristal é o tipo de material mais organizado, dispondo de uma menor energia livre disponível. As estruturas amorfas carecem de forma geométrica definida, sendo suas partículas distribuídas irregularmente (MacCabe, Smith e Harriot, 1993). Alguns processos podem afetar o estado físico dos açúcares. O estado amorfo pode resultar de vários processos: uma rápida solidificação, na extrusão; uma rápida remoção d'água nas soluções, no caso do spray drying e drum drying; um resfriamento lento de soluções a baixas temperaturas, como na liofilização (Niediek, 1988). De acordo com Sloam e Labuza (1975), quando o açúcar se encontra no estado cristalino (Figura 2A), há uma menor possibilidade de ligação com as moléculas de água, por haver uma maior organização e rigidez dos sólidos, ao passo que no estado amorfo (figura 2B) há uma maior exposição dos grupos funcionais à umidade e, conseqüentemente, uma maior absorção de água. A Figura 3 ilustra a absorção d'água num sistema alimentar, onde os açúcares se encontram no estado cristalino (Fig. A) e amorfo (Fig. B) (Saltmarch e Labuza, 1980). De Almeida (1995), estudando a indução da cristalização de soluções modelos (açúcares de frutas) com a adição de álcoois (etanol e isopropanol), demonstrou que os pós liofilizados apresentaram estruturas cristalinas, favorecendo a redução da higroscopicidade dos pós.

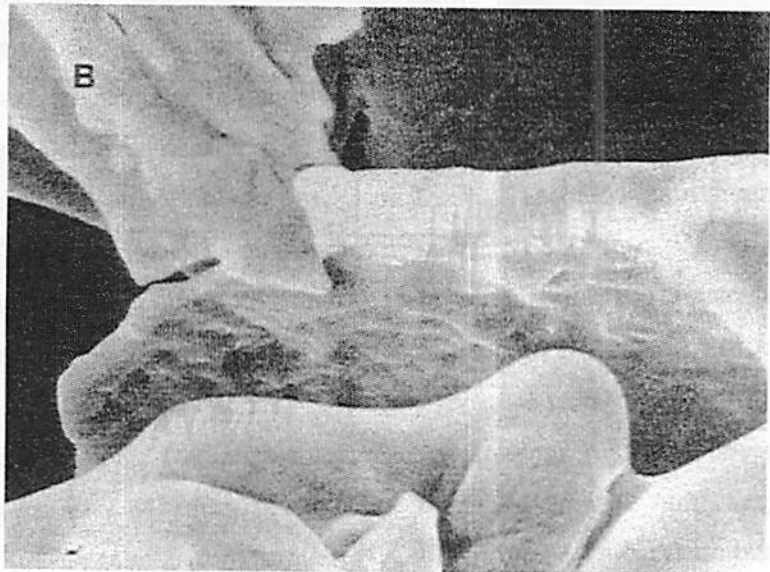
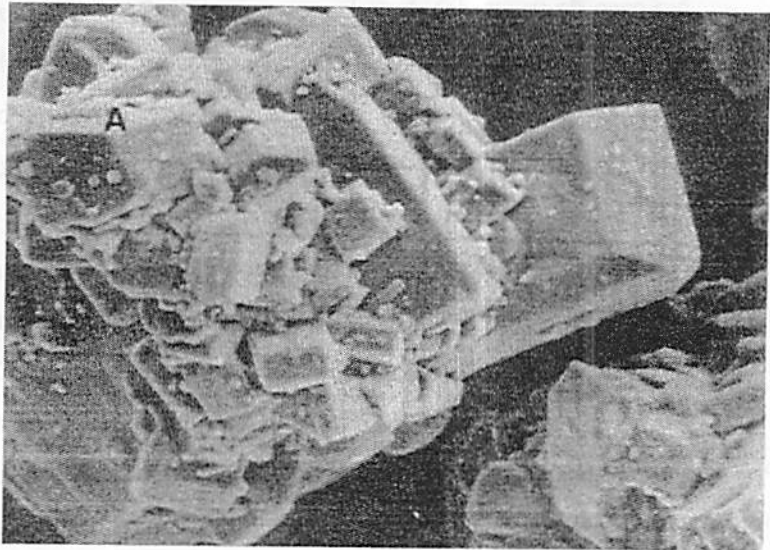


FIGURA 2 Fotomicrografias obtidas no microscópio eletrônico de varredura mostrando as características estruturais do açúcar cristalizado (A) e dos açúcares amorfos (B). (Cal-Vidal e Falcone, 1987).

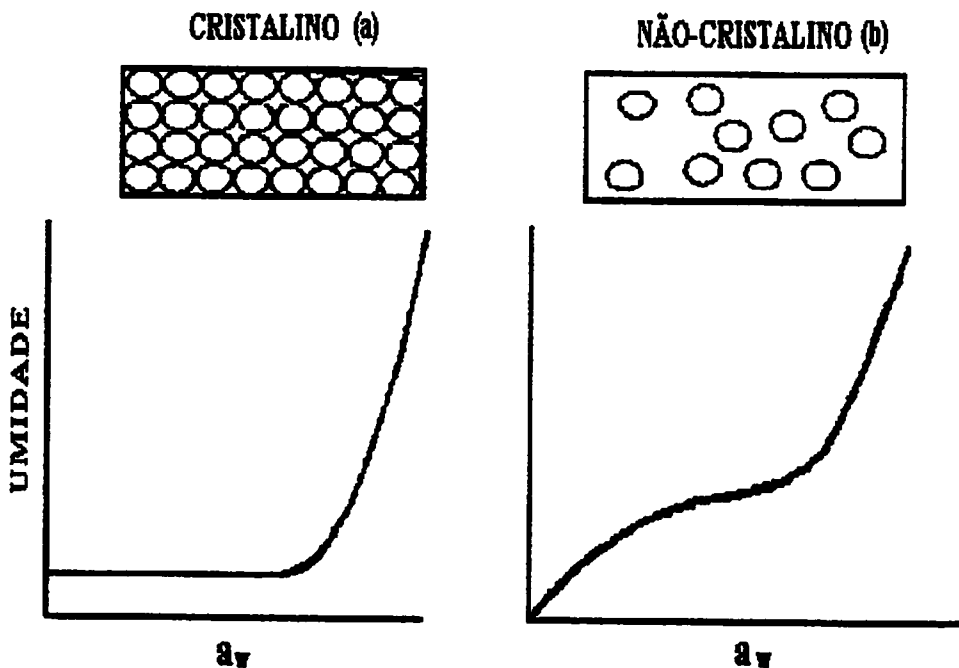


FIGURA 3 Isotherma de absorção da água por sistema cristalino e amorfo. (Saltmarch e Labuza, 1980).

A velocidade de absorção d'água é usualmente descrita como função de temperatura, umidade relativa, conteúdo de água e alguns fatores de estrutura do produto (Singh, Narain e Singh, 1981; De Gois e Cal-Vidal, 1986) e das interações químicas e físicas da água com os constituintes do alimento (Varsheney e Ojha, 1977; Iglesias, Chirife, Boquet, 1980; Chinachoti e Steinberg, 1984).

A umidade relativa regula a velocidade e o tipo das mudanças físicas que o pó pode sofrer, já que a umidade excessiva pode ocasionar absorção pelas partículas de dissolução dos componentes solúveis, resultando na formação

pontes líquidas que, por posterior diminuição de umidade, se convertem em uniões sólidas compostas (Santos, 1983).

Em muito casos, o aumento da temperatura e da umidade relativa pode resultar no aumento da velocidade de absorção d'água devido, principalmente, ao aumento na difusividade do vapor d'água no conteúdo do produto. Todos estes fatores exercem interferência direta na intensidade ou cinética da adsorção: elevando a umidade relativa e a temperatura, eles aumentam, respectivamente, a difusividade do vapor d'água para o interior do material e as forças ativas de superfície para atraí-lo (Saravacos, 1965).

O comportamento higroscópico de alimentos desidratados pode ser melhor estudado lançando-se mão das chamadas isotermas, as quais relacionam a umidade de equilíbrio de um dado material com a pressão de vapor ou atividade d'água a que o mesmo é exposto, a uma determinada temperatura, mantida constante. A validade das curvas isotérmicas em estudo de absorção de alimentos é reconhecida por diversos autores (Pruthi, Singh e Lal, 1959; Labuza 1968; Varshney e Ojha, 1977); dentre outros.

2.4 Avaliação microestrutural de sistemas alimentares

Através do conhecimento da estrutura de produtos alimentares, é possível obter conclusões sobre a natureza e propriedades dos mesmos. Uma grande variedade de técnicas de microscopia ótica encontram-se disponíveis à elucidação da microestrutura de alimentos desidratados. Esta estrutura pode ser observada e avaliada por meio da microscopia ótica e eletrônica.

A microscopia ótica se limita ao exame da superfície dos pós e materiais similares em consequência da pobre profundidade focal. Esta é usada na identificação e descrição de propriedades óticas de materiais cristalinos, na determinação do tamanho e morfologia de cristais de açúcar (White e Shelton,

1980). Luyet (1960), citado por Flink e Gejl-Hansen (1972), indica o uso da microscopia para o estudo da evolução da cristalização e liofilização de sistemas biológicos.

Gejl-Hansen e Flink (1976) estudaram a estrutura morfológica de vários sistemas alimentícios (cafés instantâneos, leite, sacarose-xarope de milho e géis liofilizados), como também da distribuição dos constituintes individuais nestes sistemas multifásicos. Calori, Giarola e Cal-Vidal (1997), estudando o comportamento de mamão liofilizado em diversos ambientes de umidade relativa e temperatura, utilizaram a microscopia ótica para a avaliação do grau de caking. Massaldi e King (1974) utilizaram esta técnica para determinar as características do tamanho da gota emulsificada em amostras líquidas de diferentes concentrações.

A microscopia eletrônica de varredura (Scanning Electron Microscopy - SEM) é a mais adequada para a avaliação da morfologia das partículas em pó, podendo oferecer importantes conclusões sobre a influência da composição, parâmetros de processamento e armazenamento. Sua grande vantagem está na capacidade de realizar o exame direto das amostras, ter grande profundidade focal, larga faixa de ampliação e uma alta resolução tridimensional da topologia da superfície de materiais em pó.

A microscopia eletrônica tem sido usada em pesquisas de microencapsulação para determinar a capacidade de encapsulamento de vários polímeros. A indicação desta capacidade é dada pelo grau de integridade e porosidade das microcápsulas (Rosenberg, Kopelman e Talmon, 1985). Sheu e Rosenberg (1998) relatam, em seus estudos, o efeito de misturas de proteínas de soro e malto-dextrinas na estrutura da parede de microcápsulas obtidas por spray-dried com o auxílio da microscopia eletrônica, em que se pode constatar um decréscimo na formação de rugas (pequenas depressões) na superfície das microcápsulas. Rosenberg, Talmon e Kopelman (1988), em seus estudos,

relatam que as concentrações 10% , 20% e 30% de sólidos produzem microcápsulas que exibem partículas esféricas com um elevado grau de depressões, enquanto com concentração de 40%, tais partículas não exibiram depressões. Caric e Kaláb (1987) e Zilberboim, Kopelman e Talmon (1986) relatam que a morfologia de partículas obtidas por atomização se apresentam como sendo esféricas lisas, podendo ocorrer formação de leves depressões, e apresentando vacúolos de ar incluso no interior da partícula. Saito (1985) relata, em seus estudos, a cristalização da lactose em pós de soro de leite e leite fresco, bem como o estudo da estrutura de tais sistemas. Barbosa-Canovas, Rufner e Peleg (1985), com o auxílio de fotomicrografias obtidas de microscopia eletrônica, observaram a microestrutura de alimentos em pó, compostos por ingredientes cristalinos, proteináceos e amiláceos, classificando-os de acordo com a capacidade de aderência da partícula após a exposição do material a várias umidades relativas. Cal-Vidal (1982), com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura, pôde observar o alto grau de amorfismo da sacarose em suco de maracujá liofilizado. Buchheim (1981) apresentou 16 microestruturas diferentes de produtos lácteos liofilizados, tendo como principal intenção demonstrar como a utilização da microscopia eletrônica pode caracterizar a estrutura e a composição de diferentes produtos alimentícios. Saito (1988) relata o uso da SEM na elucidação do efeito da temperatura numa determinada atividade de água, no estado físico-químico da lactose.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Matéria-Prima

3.1.1 Maracujá

Para preparação das amostras, utilizou-se suco de maracujá concentrado, adquirido no comércio local, com um teor médio de sólidos totais equivalente a 62° Brix. Para obtenção da concentração desejada foram feitas diluições, conforme mostra a Tabela 3.

TABELA 3: Teor de sólidos totais na alimentação.

Sistema	Maracujá (g)	Malto-dextrina (g)	H ₂ O (g)	Brix Final (°)
A	10	10	90	13
B	10	10	90	13

A= Malto-Dextrina Morex-10

B= Malto-Dextrina Moex-20

3.1.2 Agente Tensoativo

Para os pós obtidos por spray drying, foi feita adição do agente tensoativo, nas proporções indicadas na Tabela 4.

Fez-se uso do Mono-Diglicerídeo (HA-52) da GRINDSTED™ (Cotia, São Paulo), cujas propriedades físicas estão apresentadas nas Tabelas 5.

TABELA 4: Níveis de adição dos agentes químicos.

Agente químico		% Concentração		
Mono-diglicerídeo	HA-52	0,00	1,00	1,50

TABELA 5: Características físicas do agente químico HA-52.

Propriedades	Classificação
Teor de Monoglicerídeo	mín. 52%
Índice de iodo	máx. 3cg/g
Glicerol livre	Máx. 2%
Ácidos graxos livres	máx. 1,5%
Ponto de fusão	aprox. 62°C
Cor	Opaca
Odor	Inodoro
Forma	Escamas

3.2 Pré-Tatamento

No produto a ser desidratado foram incorporadas as seguintes substâncias: Malto-Dextrina (Morex-1910) e Malto-Dextrina (Morex-1920) (Refinações de Milho Brasil Ltda., São Paulo), cujas propriedades físico-químicas são apresentadas na Tabela 6. As quantidades incorporadas possibilitaram níveis de concentração de sólidos totais no material, de acordo com a Tabela 3.

TABELA 6: Características físicas dos agentes químicos Malto-Dextrina-10 e Malto-Dextrina-20.

Propriedades	Malto-Dextrina-10	Malto-Dextrina-20
Dextrose equivalente	9-12	19-22
Dextrose	1,00	3,00
Maltose	4,00	6,00
Trissacarídeos	5,00	8,00
Tetrassacarídeos	4,00	7,00
Pentassacarídeos	4,00	7,00
Hexa e superiores	82,0	69,00

3.3 Obtenção dos pós por spray-drying

O pó foi obtido na unidade piloto de spray drying (BÜCHI-190, BÜCHI Laboratory-Techniques LTD, Flawil-Switzerland) do Departamento de Tecnologia Bioquímico-Farmacêutico da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo, São Paulo. Foi utilizada uma condição de processo com o fluxo de ar de secagem concorrente ao material sendo atomizado contendo o agente químico HA-52, (Tabela 4). O material obtido foi armazenado em sacos comerciais (folhas laminadas de aproximadamente 30g) os quais foram armazenados em dessecadores contendo sílica gel até posterior utilização.

TABELA 7: Condições de processo do spray-drying.

Parâmetros	Limites
Temperatura de entrada	120°C ± 3°C
Temperatura de saída	85°C ± 3°C
Pressão do bico	700 NI/h
Fluxo do ar	Corrente
Diâmetro do bico	0,7 mm

3.4 Análises Físicas

3.4.1 Sólidos solúveis

Na determinação de sólidos solúveis totais utilizou-se o refratômetro de ABBÉ.

3.5 Teor de Umidade

3.5.1 Teor de Umidade Inicial das Amostras

O teor de umidade inicial das amostras em pó foi determinado pelo método gravimétrico da AOAC (1990).

As amostras foram desidratadas em duplicata, estufa Olidef CZ (para esterilização e secagem) a 60°C, até atingirem peso constante, e a umidade inicial foi calculada com base nos pesos inicial e final da amostra.

3.6 Obtenção dos Ambientes de Umidade Relativa

Os ambientes de umidade relativa variável foram obtidos no interior de dessecadores contendo 500ml de soluções saturadas de sais, conforme Rockland (1960). As umidades relativas fornecidas pelas soluções estão apresentadas na Tabela 8 e foram aferidas com o auxílio de uma Torre Climática PERCEPTION™ (DAVIS INSTRUMENTS, Califórnia-USA).

TABELA 8: Caracterização das soluções e as porcentagens das respectivas umidades relativas.

Solução Saturada	Umidade Relativa %
	25°C
MgCl ₂ .6H ₂ O	33
K ₂ CO ₃	44
KCl	86

3.7 Condicionamento Ambiental

Amostras controles, contendo agente químico HA-52 apresentando um conteúdo de 1-2g em duplicata, foram colocadas em placas de Petri com diâmetro interno de 4cm, e posteriormente transferidas para dessecadores contendo as soluções salinas com os níveis de umidade relativa estabelecidas (Tabela 8). Em seguida, procedeu-se a evacuação parcial e uniforme dos dessecadores, e as amostras foram mantidas em temperatura ambiente (25°C), nela permanecendo até que apresentassem um equilíbrio com os ambientes condicionados de umidade relativa e, conseqüentemente, apresentassem peso constante.

3.8 Análises Microestruturais

Os aspectos microestruturais da superfície das partículas de suco de maracujá em pó obtidos pelo processo de spray drier, foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (SEM) e por microscopia ótica.

3.8.1 Microscopia Óptica

As partículas obtidas por spray drier de suco de maracujá, com teores de umidade variáveis Tabela 10, foram colocadas sobre lâminas e estas foram ajustadas ao microscópio ótico. As fotomicrografias foram feitas em intervalos regulares de tempo, em um microscópio de polarização Amplival, Carl Zeiss/Zena, com sistema para fotomicrografia BA2, utilizando filme colorido de ASA 100 da Fujifilm.

3.8.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As amostras foram pulverizadas sobre uma fita adesiva, cuja face inferior foi aderida a um suporte metálico. Em seguida, foram recobertas com uma fina camada de ouro (15nm) através Sputter Coating Attachment, da

BALZERS. em evaporador a vácuo. Para observação, fez-se uso do Microscópio Eletrônico de Varredura Joel JSM-T200 (JOEL, Tokio, Japão), operando com uma voltagem de 10kV. As fotomicrografias foram realizadas por uma câmara acoplada ao microscópio. Estas análises foram conduzidas no Laboratório de Fitopatologia da Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais.

3.9 Determinação do Diâmetro da Partícula

As fotomicrografias foram feitas em um microscópio de polarização Amplival, Carl Zeiss/Zena, com sistema para fotomicrografia BA2; utilizado filme colorido de 100 ASA da Fuji Film. Para determinação do tamanho da partícula, aplicou-se o método descrito por Calori, Giarola e Cal-Vidal (1997).

3.10 Delineamento Experimental

O experimento foi montado em Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC), com esquema de desdobramento dos graus de liberdade em dois fatores : sistemas (MD) e tratamento (HA-52). O fator sistema foi composto por dois níveis (MD-10 e MD-20), e o fator tratamento por três níveis (0% HA-52, 1,00% HA-52 e 1,50% HA-52), sendo utilizadas duas repetições no experimento. Para determinar as diferenças significativas entre os tratamentos, foi utilizado o teste F . O quadro ANOVA é mostrado em anexos.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização dos pós obtidos por spray drier

A tabela 9 apresenta os resultados de análises físicas feitas nos pós de suco de maracujá desidratados por spray drier. Verificou-se que os resultados, de uma maneira geral, concordam com os da literatura. Nos sistemas 02, 03, 05 e 06, que apresenta o agente HA-52, consegue-se visualizar um conteúdo menor de unidade final em relação aos sistemas que não apresentam o agente HA-52.

Tabela 9: Características dos pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier.

Sistema	Unidade (%) (base seca)	Cor	Temperatura do Pó (°C)	Tempo Atom.
01: maracujá + malto-dextrina10;	4,1432	Amarelo claro	27	50'00''
02: maracujá + malto-dextrina10 + HA-52 1%;	3,0700	Amarelo claro	25	49'34''
03: maracujá + malto-dextrina10 + HA-52 1,5%;	3,8712	Amarelo claro	28	48'27''
04: maracujá + malto-dextrina20;	4,0365	Amarelo claro	29	50'14''
05: maracujá + malto-dextrina20 + HA-52 1%;	3,9526	Amarelo claro	25	52'36''
06: maracujá + malto-dextrina20 + HA-52 1,5%;	2,3420	Amarelo claro	27	54'46''

4.2 Influência das condições de secagem e do conteúdo da alimentação

A respeito das condições de secagens e do conteúdo de carboidratos do material de alimentação, afirma-se que os mesmos são fatores importantes a serem considerados, já que exercem influência direta nas características finais do pó.

A temperatura de entrada foi mantida constante em função do alto conteúdo de carboidratos existente na alimentação. Durante vários ensaios, alguns resultados obtidos, quando se submeteram os tratamentos a altas temperaturas de entrada ($140^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ e $150^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$) e um conteúdo de carboidratos (monossacarídeos e dissacarídeos), alto (30°Brix , e 50°Brix), proporcionaram um produto final altamente termoplástico, que é excessivamente pegajoso e apresenta um conteúdo elevadíssimo em umidade. O produtos finais destes ensaios foram dispensados por não apresentarem condições satisfatórias para análises.

A temperatura do ar de entrada, quando mantida constante ($120^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$), favoreceu para que o produto na câmara e no ciclone não sofresse o processo de termoplasticização. De acordo com Sorensen (1978), utilizando o "baby foods", isto pode ser alcançado trabalhando com um baixo conteúdo de sólidos na alimentação, mantendo a temperatura do ar quente de entrada mais baixa possível e aquecendo a alimentação dos sistemas a serem atomizados. Como a temperatura das partículas no ciclone depende da temperatura do ar quente de saída, um dos artificios utilizados nesta experimentação foi o borrifamento de água destilada por meio do bico de atomização (com uma temperatura média de 20°C), até que se obtivesse a temperatura do ar de saída ideal ($85^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$), impedindo, assim, o fenômeno da termoplasticização na parede na câmara e no frasco coletor.

4.3 Tamanho médio das partículas

Para determinação do tamanho das partículas obtidas, aplicou-se uma fórmula de conversão de escala sobre os dados conseguidos nas medidas com o paquímetro. Para se chegar a tal fórmula, foi realizada uma seqüência de fotomicrografias de uma lâmina milimetrada (Figura 04). Tais fotomicrografias foram reveladas com a mesma ampliação utilizada para as fotomicrografias das partículas observadas. Pela regra de três simples, conseguiu-se que 9,04 mm na fotomicrografia representasse um tamanho real 0,1 mm na partícula formada.

Através das figuras 5, 6, 7 e 8, pode-se observar a distribuição do tamanho das partículas dos pós de suco de maracujá obtidos por atomização sem e com a presença do agente tensoativo HA-52.

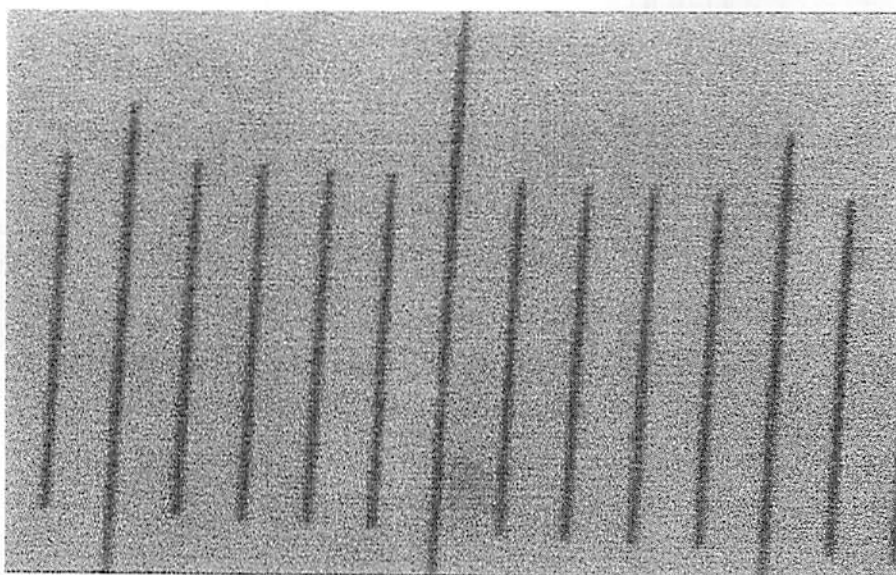


FIGURA 4 Fotomicrografia da lâmina milimetrada em microscópio de polarização Amplival. (objetiva 63x)

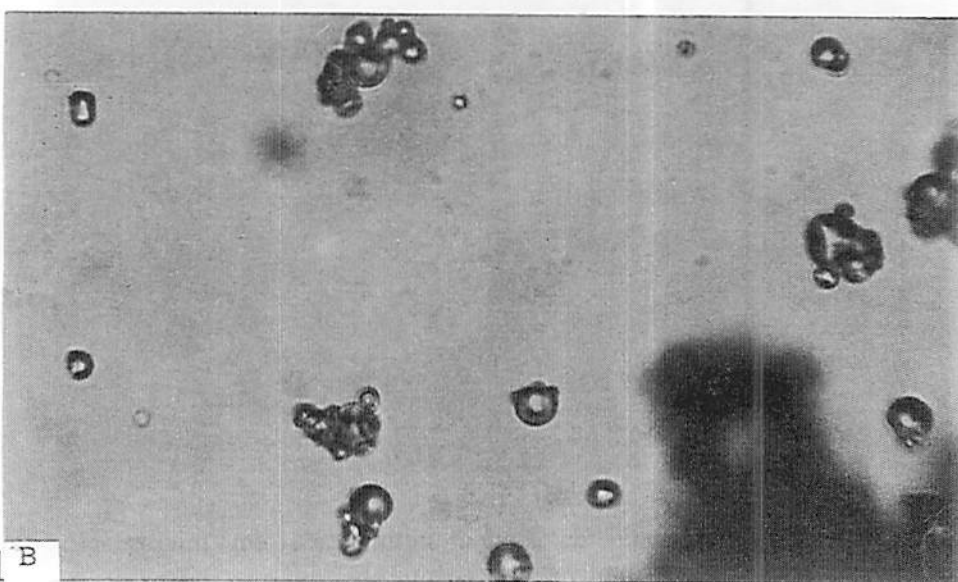
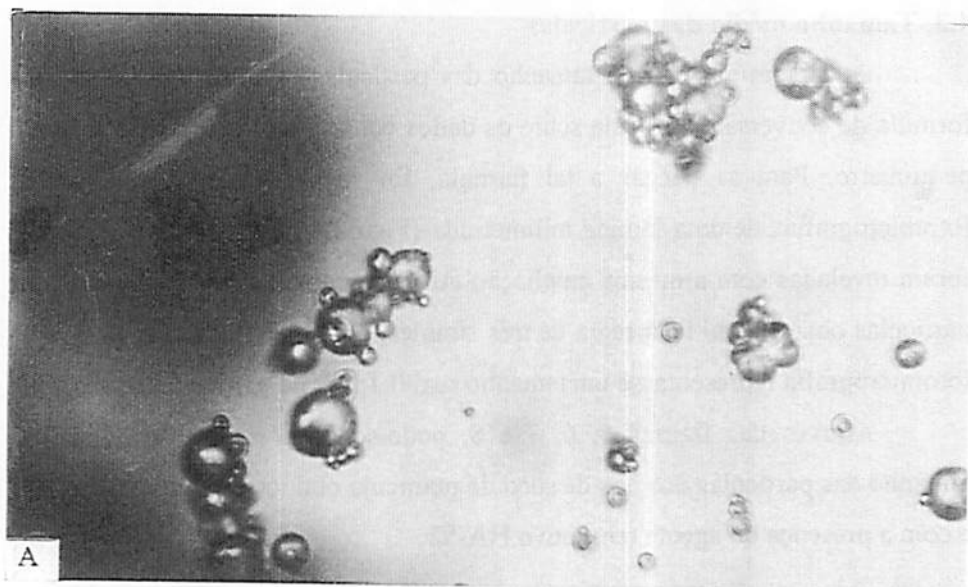


FIGURA 5 Fotomicrografias obtidas por microscopia ótica de partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando sua aparência típica: A) suco de maracujá + MD-10; B) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1%.

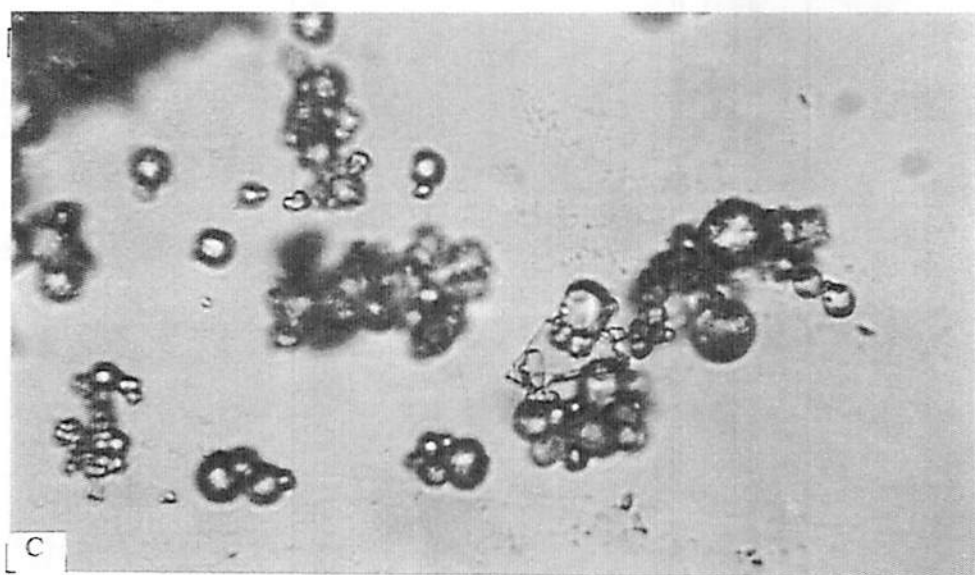


FIGURA 6 Fotomicrografias obtidas por microscopia ótica de partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando sua aparência típica: C) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de 63x; Temperatura = $25 \pm 2^\circ\text{C}$)

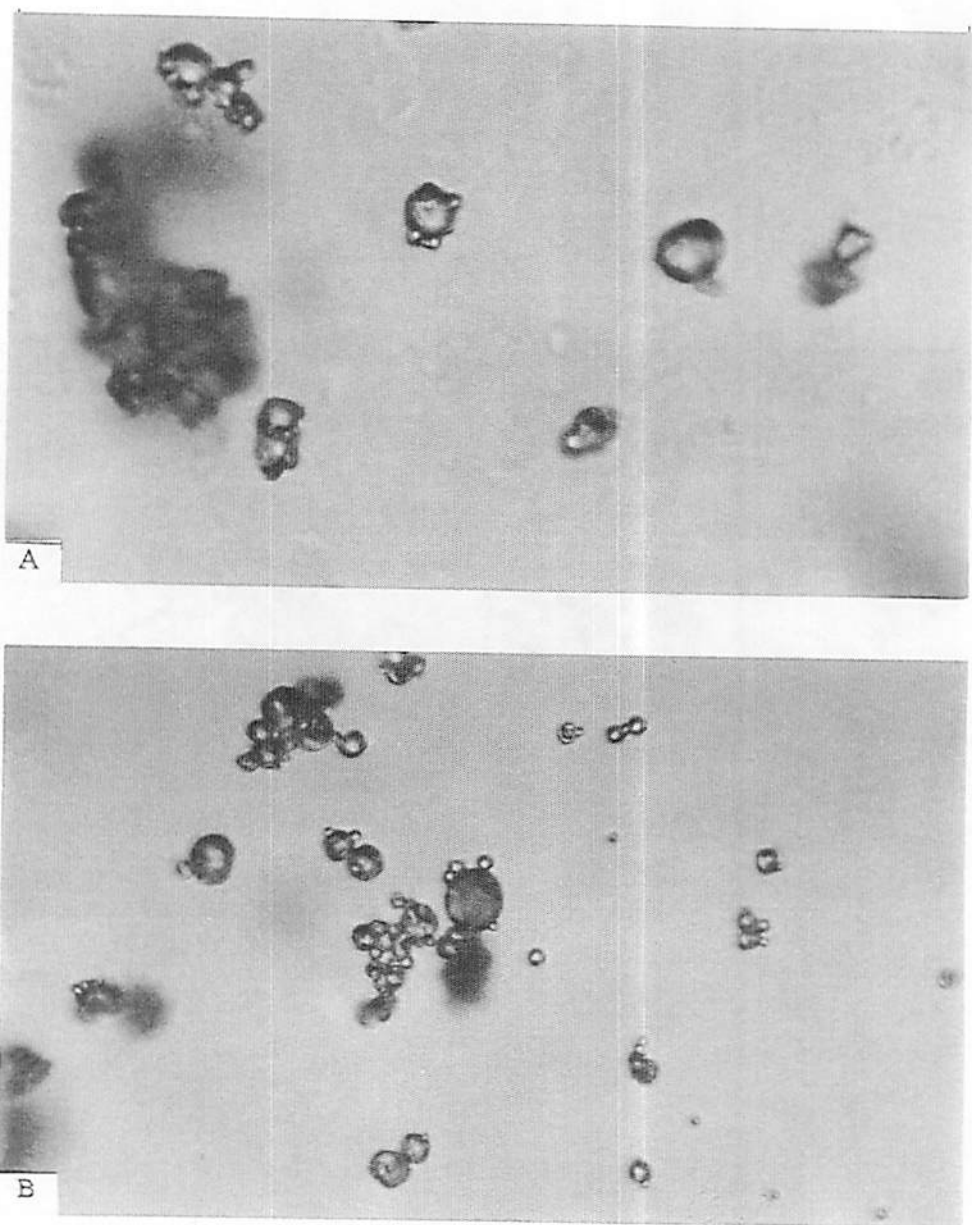


FIGURA 7 Fotomicrografias obtidas por microscopia ótica de partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando sua aparência típica: A) suco de maracujá + MD-20; B) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1%.

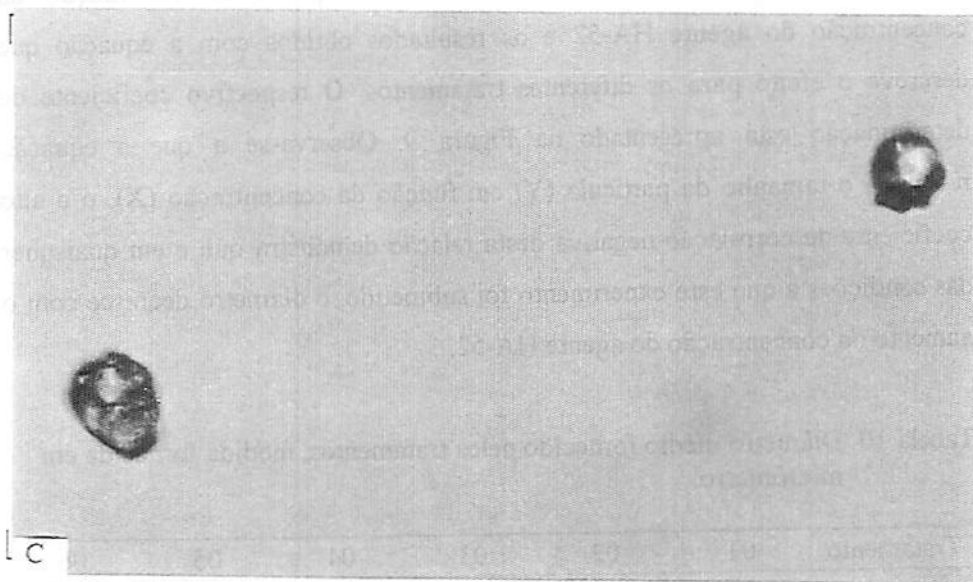


FIGURA 8 Fotomicrografias obtidas por microscópio ótico das partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando sua aparência típica: C) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de 63x; Temperatura = $25 \pm 2^\circ\text{C}$)

O diâmetro fornecido pelos tratamentos estão dispostos na Tabela 10. O diâmetro das partículas fornecido pelos sistemas apresentou um pequeno decréscimo, como pode ser comprovado pela Figura 9, com o aumento da concentração do agente tensoativo HA-52. Pela análise estatística (Tabela 1 - Anexo), pode-se observar que o diâmetro das partículas não apresentou diferenças significativas entre os tratamentos ao nível de 5% pelo teste F. Um modelo de regressão relaciona o diâmetro das partículas em função da concentração do agente HA-52 e os resultados obtidos com a equação que descreve o efeito para os diferentes tratamentos. O respectivo coeficiente de determinação está apresentado na Figura 9. Observa-se a que a equação relaciona o tamanho da partícula (Y) em função da concentração (X), e o alto coeficiente de correlação negativa desta relação demonstra que e em quaisquer das condições a que este experimento foi submetido, o diâmetro decresce com o aumento da concentração do agente HA-52.

Tabela 10 Diâmetro médio fornecido pelos tratamentos, medida fornecida em micrômetro.

Tratamento	01	02	03	04	05	06
Diâmetro μm	45,68	41,75	44,06	47,56	39,81	32,50

- 01: maracujá + malto-dextrima10;
 02: maracujá + malto-dextrima10 + HA-52 1%;
 03: maracujá + malto-dextrima10 + HA-52 1,5%;
 04: maracujá + malto-dextrima20;
 05: maracujá + malto-dextrima20 + HA-52 1%;
 06: maracujá + malto-dextrima20 + HA-52 1,5%.

De uma maneira geral, os valores médios obtidos para os diâmetros em estudos se identificam com os encontrados por alguns autores: Rosenberg e Young (1993); Bhandari et al. (1992), Kim e Morr (1996), entre outros.

Zilberboim, Kopelman e Talmon (1986), em seus estudos, relatam que o decréscimo do diâmetro das partículas pode ser atribuído ao fator baixa

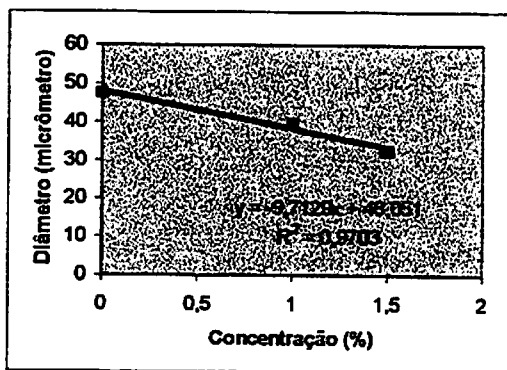


Figura 9 Média do diâmetro das partículas obtidas por atomização sob o efeito da agente HA-52 nos tratamentos (MD-10 e MD-20), expresso em micrômetro (μm).

viscosidade presente no conteúdo de sólidos na alimentação dos sistemas, conduzindo, assim, a formação de partículas esféricas de menor diâmetro. Porém, Kim e Morr (1996) relatam que a viscosidade não é considerada um fator determinante na determinação do diâmetro das partículas. O tamanho das partículas também pode determinar a quantidade de substâncias voláteis na superfície das partículas, como é evidenciado por Kim e Morr (1996). Em seus estudos, pode-se comprovar a existência de uma menor quantidade de voláteis na superfície das partículas de menor diâmetro. Outro fator desfavorável ocasionado por partículas de diâmetro menor pode ser correlacionado com as possíveis formações de pequenos aglomerados, que podem ser formados por partículas de diâmetro menor, dificultando, assim, a fluidez dos pós (Woodhams e Murray, 1976). Porém o decréscimo do grau de fragmentação das partículas podem ser um fator benéfico em relação as partículas de maior diâmetro, como foi observado por Vromans et. Al. (1987), e tal fragmentação posteriormente

poderá acarretar em perdas significativas de componentes voláteis (El-Sayed, Wallack e King, 1990).

Um dos fatores que podem levar à obtenção de partículas com um diâmetro menor é função do conteúdo de sólidos, como pôde ser constatado por Rosenberg, Talmon e Kopelman (1988) estudando a microestrutura de partículas obtidas por spray drier.

4.4 Caracterização das partículas por microscopia óptica

Com auxílio das fotomicrografias (Figuras 5, 6, 7 e 8), pôde-se verificar que a aparência típica das partículas aparece como superfícies esféricas individuais, desenvolvendo, em certos tratamentos, diferentes tamanhos, embora todos os tratamentos tenham recebido a mesma condição de processo (Tabela 7). Outra evidência que pode ser constatada é a presença de uma superfície vítrea que é identificada através da alta refletibilidade existente na área central das partículas. Tal refletibilidade é muito mais expressiva nas fotomicrografias 10A, 10B e 11C e, em menor proporção, nas fotomicrografias 12A, 12B e 13C. Resultados similares (alta refletibilidade) são demonstrados por Gejl-Hansen e Flink (1976), nos quais tais autores demonstraram, em estudos sobre partículas de café em pó, obtidas pelo processo de atomização (com o auxílio de um estéreo microscópio), que este fenômeno pode ser ocasionado pela temperatura de entrada alta, ocasionando, assim, a fundição parcial da superfície das partículas.

As fotomicrografias 14A e 14A₁; 15B e 15B₁ ilustram a aderência de pequenas partículas finas na superfície das grandes partículas. É evidente, nessas fotomicrografias, que há uma preferência clara à superfície das partículas maiores como local de aderência pelas partículas de tamanhos menores. Esta preferência, ou afinidade por tais superfícies, deve-se, provavelmente, à força de atração existente entre as pontes líquidas (Peleg, Mannheim e Passy, 1973; Peleg

e Mennhein, 1977) que se formaram por dissolução das camadas exteriores das partículas. Em geral, esta interação entre partículas pode ser regulada pela relação entre a força do atraente (ou repulsivo) e as forças gravitacionais (i.e. o peso das partículas afetadas) (Barbosa-Canovas, Rufner e Peleg, 1985).

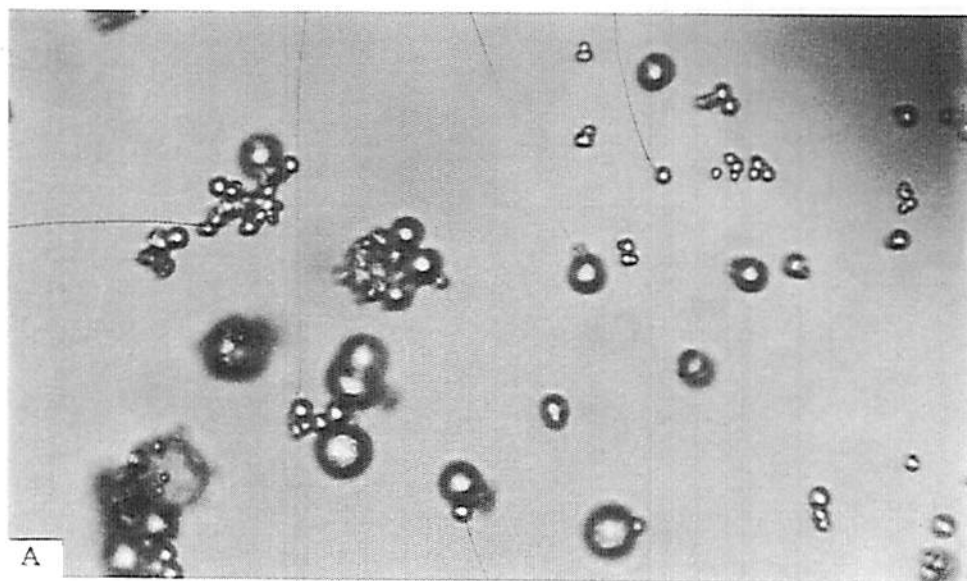


FIGURA 10 Fotomicrografias obtidas por microscopia ótica de partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando a superfície vítrea : A) suco de maracujá + MD-10. (Aumento de 63x; Temperatura = $25 \pm 2^\circ\text{C}$)

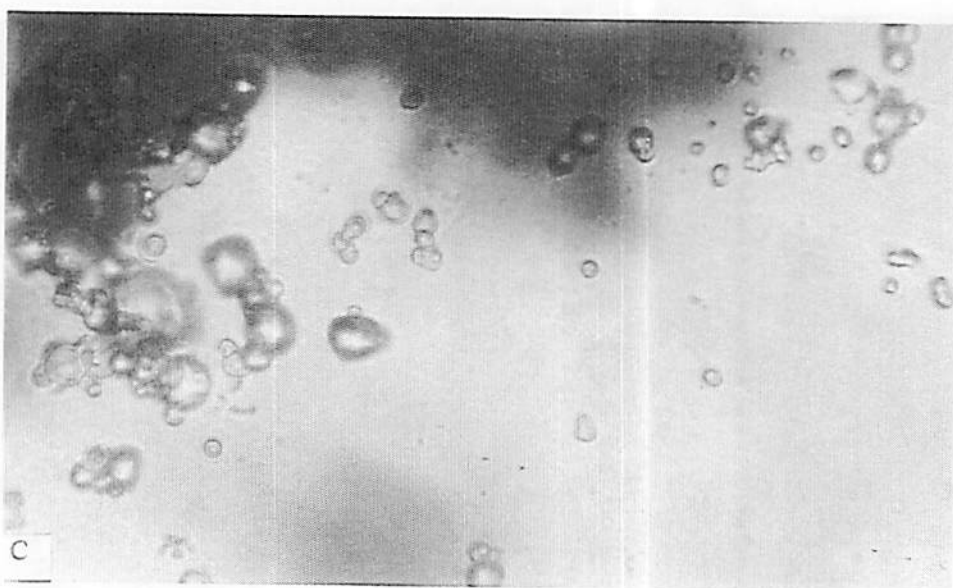
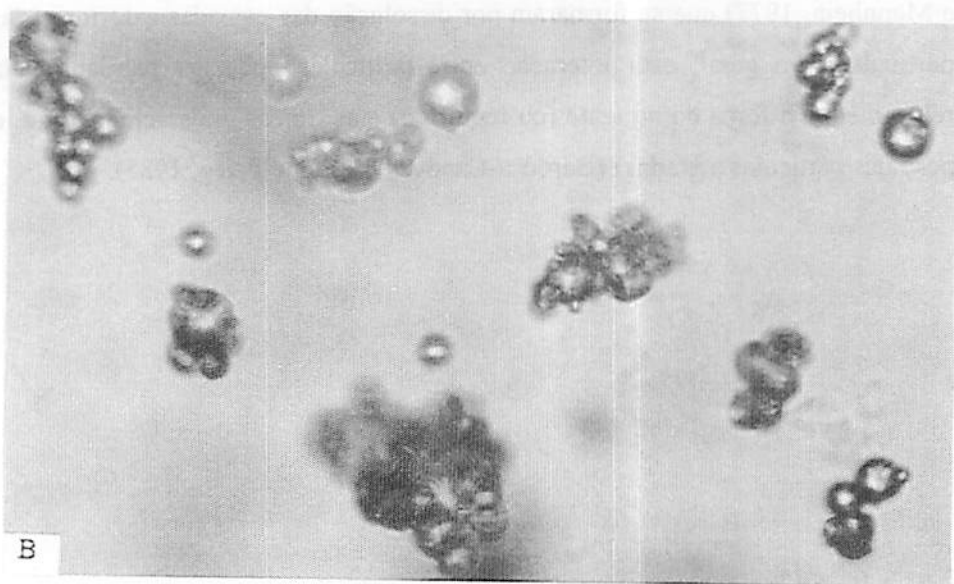


FIGURA 11 Fotomicrografias obtidas por microscopia ótica de partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando a superfície vítrea : B) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1%; C) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de 63x; Temperatura = $25\pm 2^{\circ}\text{C}$)

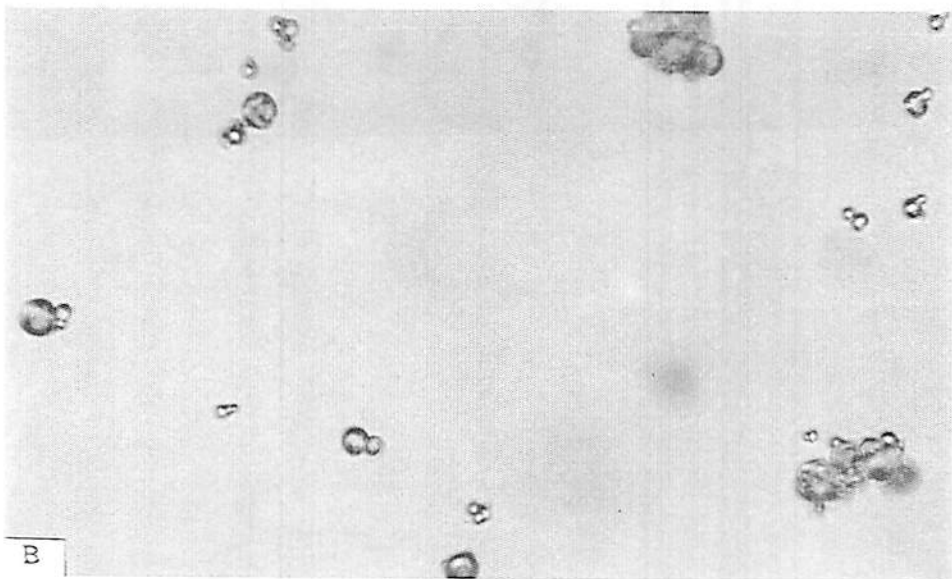
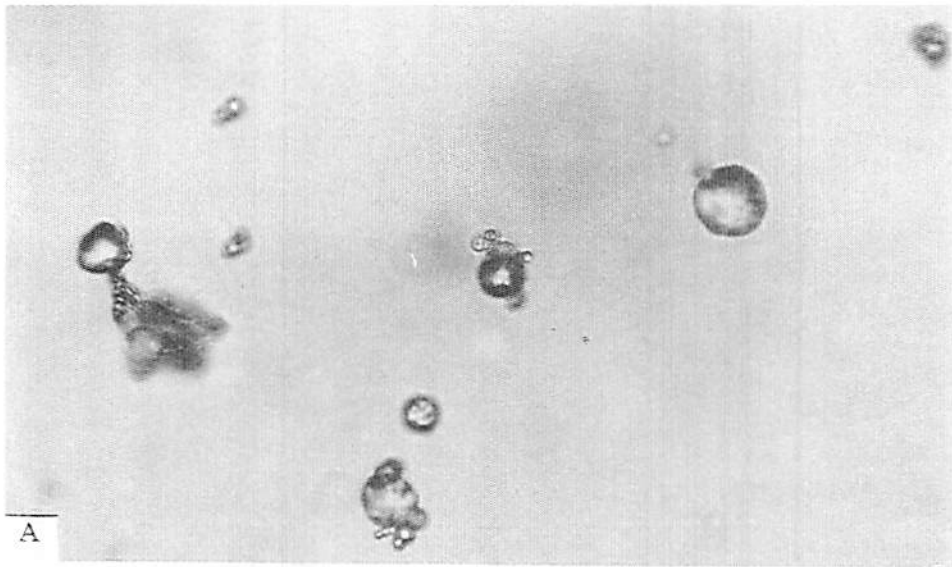


FIGURA 12 Fotomicrografias obtidas por microscópio ótico das partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando a superfície vítrea: A) suco de maracujá + MD-20; B) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1%.

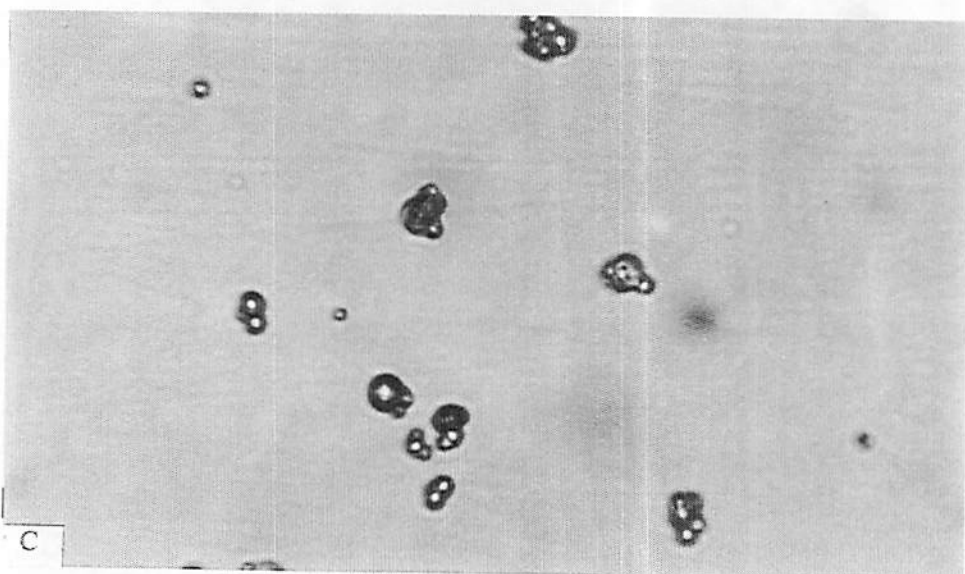


FIGURA 13 Fotomicrografias obtidas por microscopia ótica de partículas de pós de suco de maracujá obtidos por spray-drier mostrando a superfície vítrea : C) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de 63x; Temperatura = $25\pm 2^{\circ}\text{C}$)

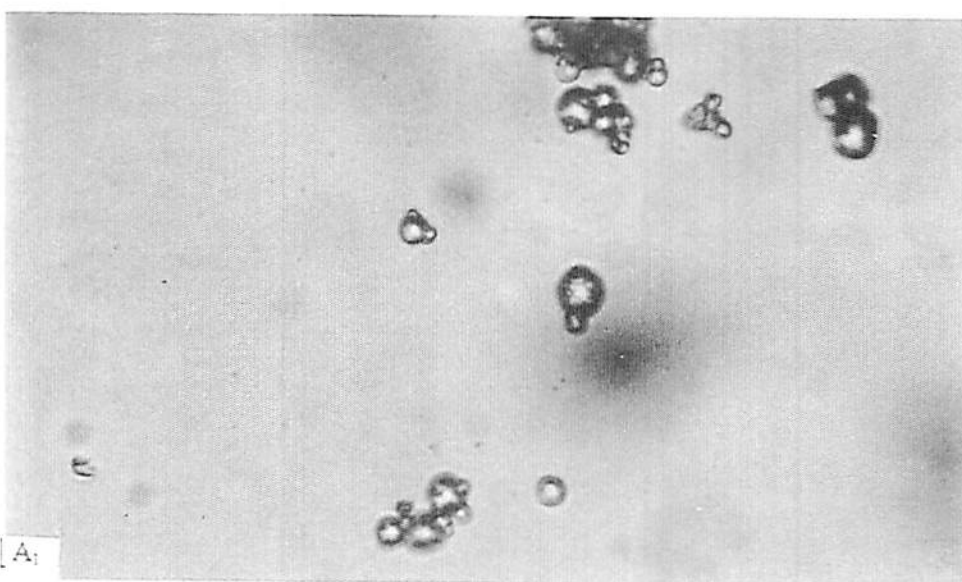
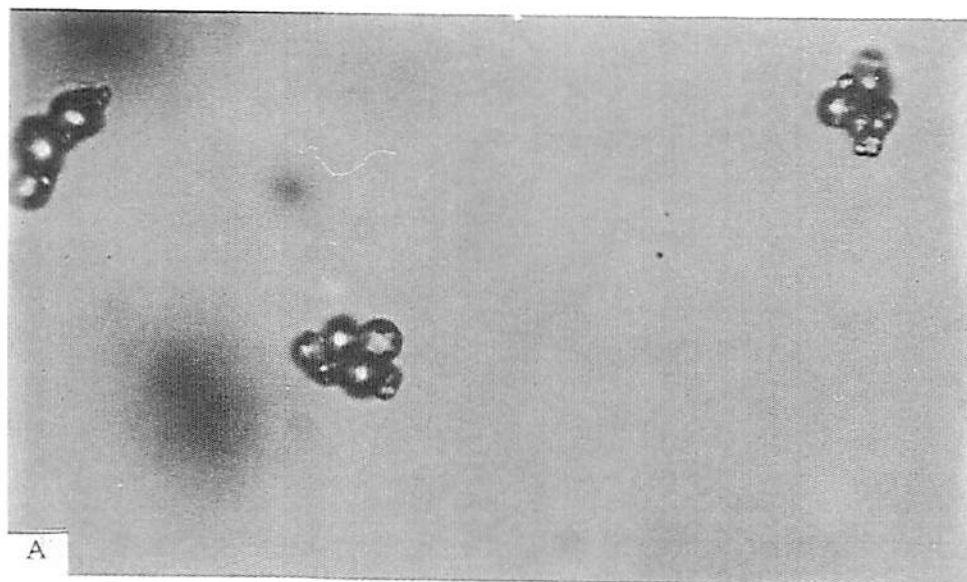


FIGURA 14 Fotomicrografias obtidas por microscópio ótica das partículas de pós de suco de maracujá mostrando a aderência das partículas: A) suco de maracujá + MD-10; A₁) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1%. (Aumento de 63x)

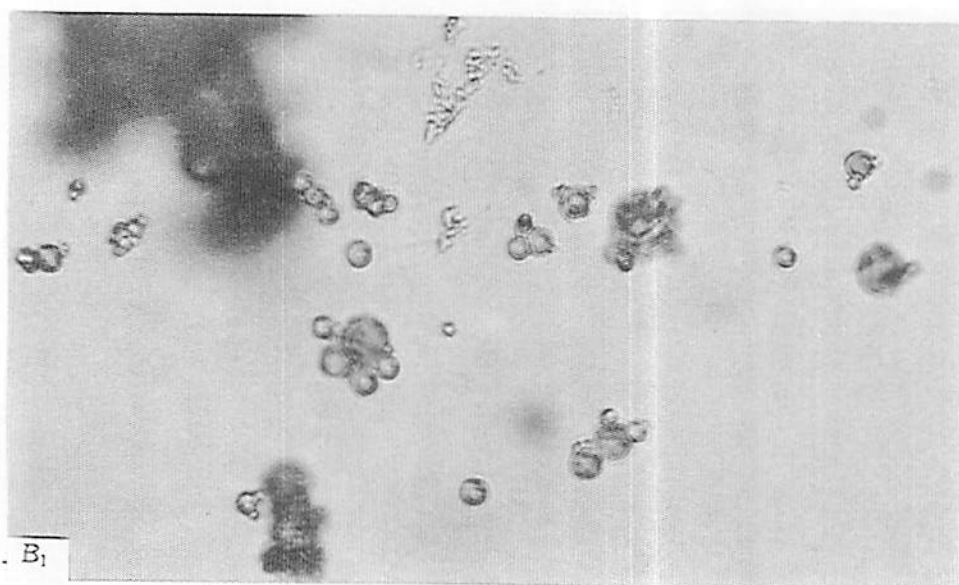
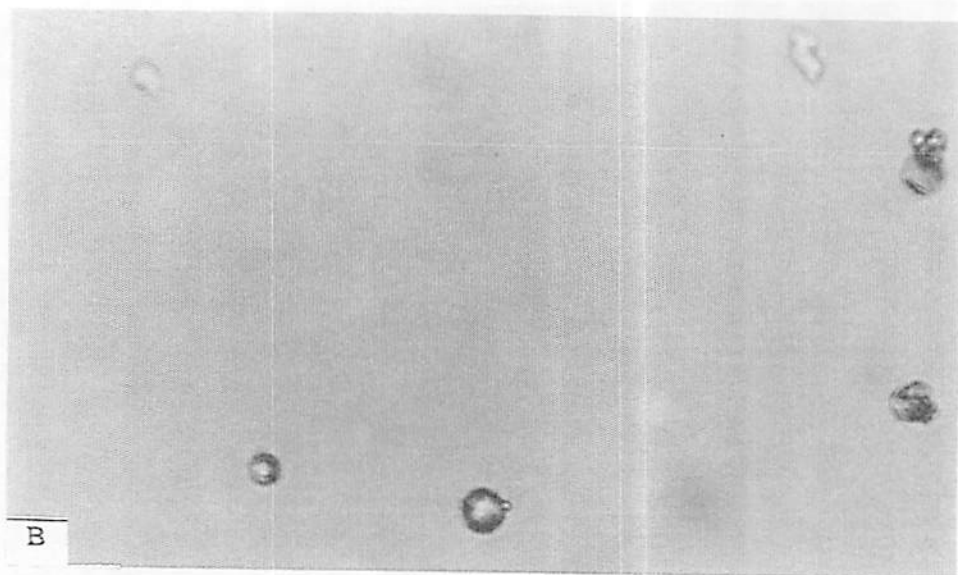


FIGURA 15 Fotomicrografias obtidas por microscópio ótica das partículas de pós de suco de maracujá mostrando a aderência das partículas: B) suco de maracujá + MD-20; B₁) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1,0%. (Aumento de 63x)

4.5 Caracterização das partículas por microscopia eletrônica

O exame da superfície dos pós de maracujá obtidos por spray-drier foi procedido em caráter tridimensional, via análise em microscópio eletrônico de varredura. Através desse procedimento, pôde-se correlacionar a microestrutura das partículas com as características físicas das partículas em pó, tais como volume do vacúolo, densidade, flotabilidade, dimensões, formas e outras (Cáric e Kaláb, 1987).

Quanto à análise da superfície dos pós de sucos obtidos por atomização, utilizou-se o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura. Os resultados estão dispostos nas Figuras de 16 a 19, que mostram as partículas de suco de maracujá, atomizadas em fluxo concorrente com 13% de conteúdo de sólidos totais por spray-drier, em escala laboratorial, utilizando uma temperatura de entrada de 123°C ($\pm 3^\circ\text{C}$). A gota da qual a partícula foi explodida e solidificada formou partículas esféricas, com um alto grau de integridade (não apresentando partículas ocas), parcialmente compactas, não apresentando nenhum tipo de rachadura ou poros nas superfícies externas. Em determinadas seções das fotomicrografias, a superfície das partículas que estão descobertas pode servir como uma ponte de contato com a superfície de outras partículas, como pode ser comprovado nas figuras 19, 20 e 21. Através da figura 19, pode-se evidenciar uma maior atração entre as partículas, causando mudanças estruturais que podem ser originadas principalmente pela absorção de água durante o acondicionamento e/ou armazenamento dos pós. Através da absorção de água pelo material desidratado, ocorre formação pontes líquidas que se solidificarão, dando origem às pontes sólidas, e estas apresentar-se-ão na forma de aglomerados, os quais conduzem às modificações nas propriedades de fluxo e mudanças da retenção de voláteis, o que poderá ser comprovado por análises químicas (Rosenberg, Kopelman e Talmon, 1985).

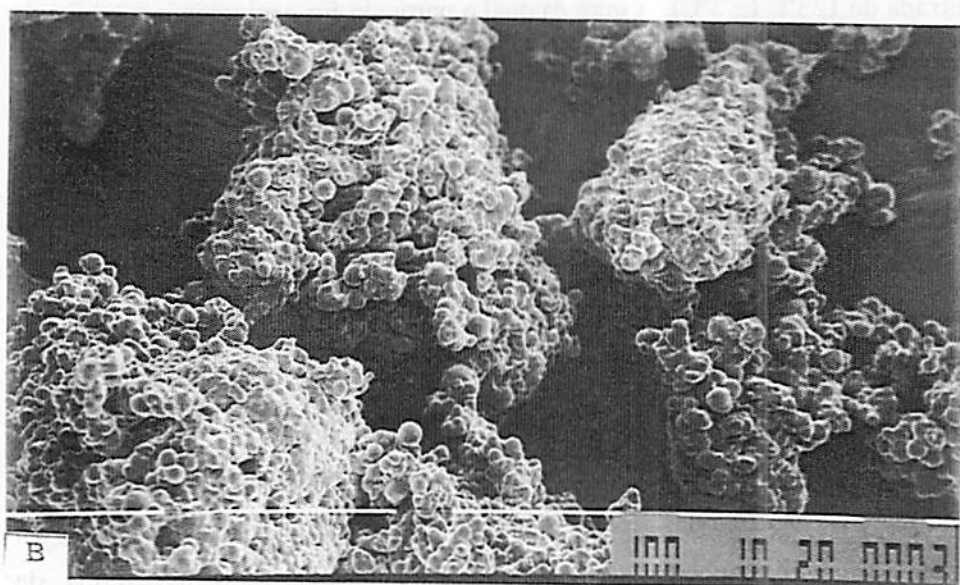
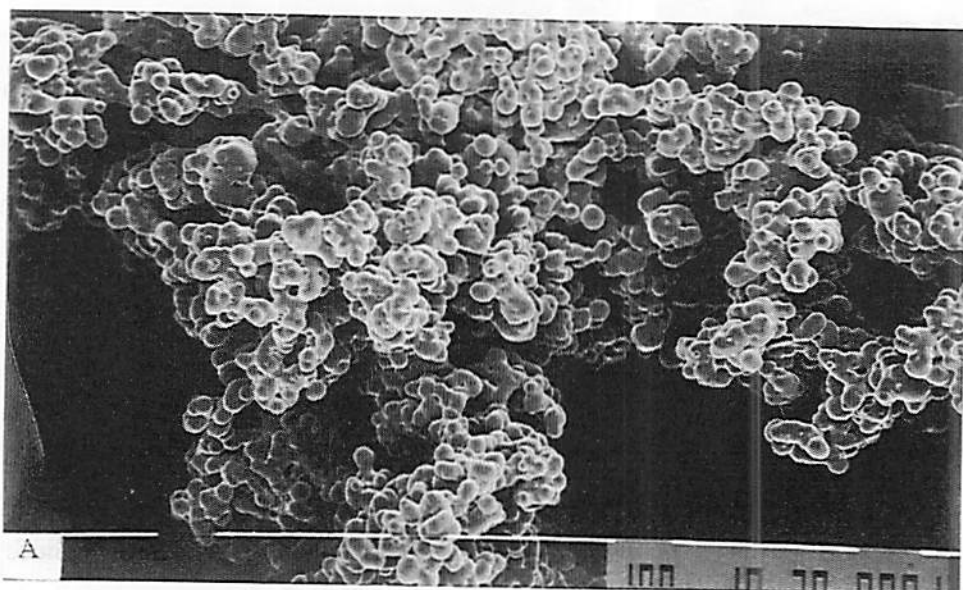


FIGURA 16 Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica das partículas de pós de obtidos por atomização: A) suco de maracujá + MD-10 B) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1% (aumento de x200 - 10kV)

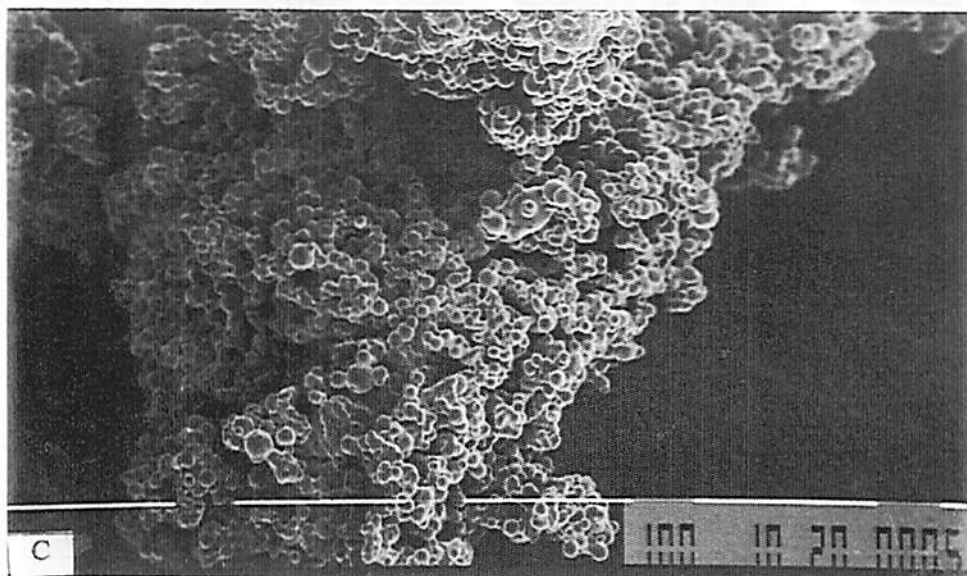


FIGURA 17 Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica das partículas de pós obtidos por atomização: C) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1,5% (aumento de x200 – 10kV)

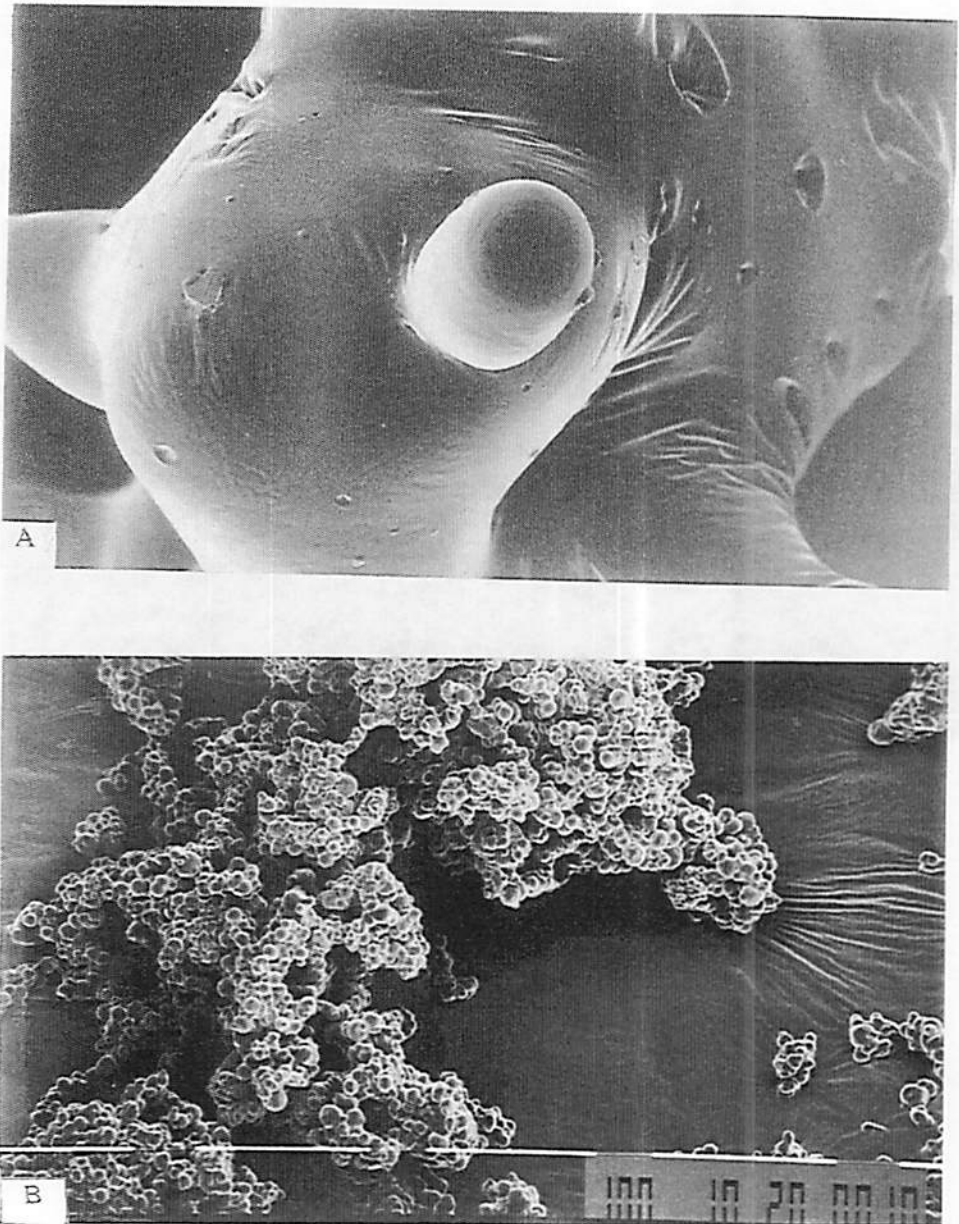


FIGURA 18 Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica das partículas de pós de obtidos por atomização: A) suco de maracujá + MD-20 B) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1% (aumento de x200 – 10kV)

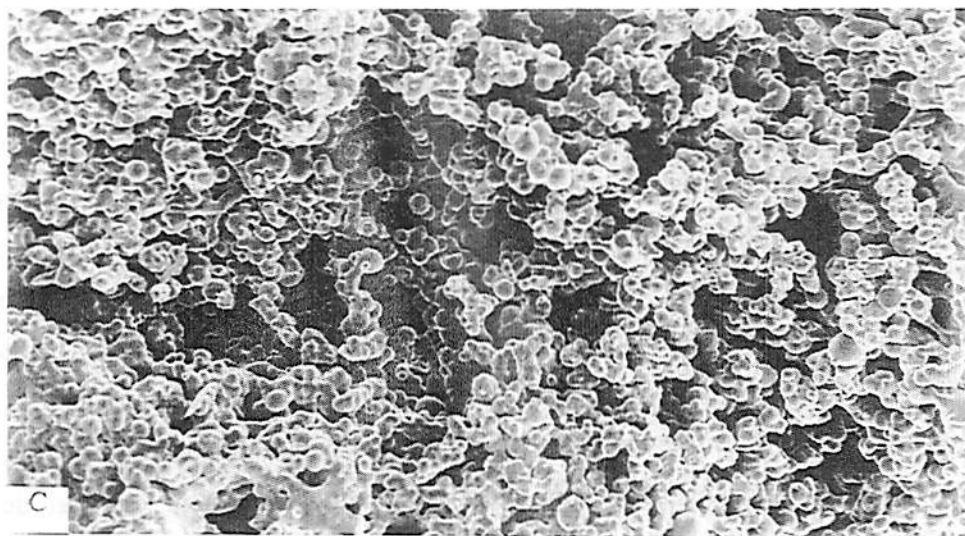


FIGURA 19 Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica das partículas de pós obtidos por atomização: C) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1,5%. (aumento de x200 – 10kV)

Os aspectos microestruturais, obtidos sob o efeito da concentração do aditivo HA-52 nas partículas obtidas por spray drier, são mostrados nas Figuras 22A, 22A₁, 23B, 23B₁, nas quais as condições de secagem foram pré-fixadas : temperatura de entrada 120°C ($\pm 3^\circ\text{C}$), temperatura de saída 85°C ($\pm 3^\circ\text{C}$), e a temperatura de alimentação 60°C ($\pm 3^\circ\text{C}$). Nas figuras 22A₁ e 23B as partículas obtidas apresentaram, como característica geral, um maior grau de homogeneidade no que se refere à forma (superfícies lisas e intactas), embora apresentassem vários tamanhos e raramente serem observadas partículas deformadas. Tais observações fundamentam-se em resultados anteriormente obtidos por Rosenberg e Young (1993) trabalhando com agentes encapsulantes. Porém, um certo porcentual de partículas com maior magnitude apresenta partículas pequenas aderidas na superfície. De acordo com Bhandari et al. (1992), este fenômeno pode ser causado pela coalescência das partículas menores ao redor das partículas maiores, podendo, estas partículas, formar

aglomerados de maior tamanho. Como é visível para algumas partículas, as figuras 22A e 23B₁ mostram partículas apresentando-se com superfícies lisas. Porém, em algumas partículas apresentam superfície rugosa (pequenas depressões), observadas em maior grau nas partículas mostradas nas figuras 20A, 23B, 24A e 24B, e que podem se originar durante o processo de secagem (Kim e Morr, 1996), resfriamento das partículas (Gejl-Hansen e Flink 1976), e também pela baixa temperatura do ar de secagem, juntamente com um baixo conteúdo de sólidos na alimentação (Rosenberg, Talmon e Kopelman, 1988). Em estudos recentes, alguns autores relatam que para eliminação de dobras, podem ser induzidas expansões no interior das partículas, porém, esta fase de expansão deve ocorrer quando a parede das partículas é ainda elástica (apresentar um conteúdo mínimo de água) o bastante para permitir a formação de bolhas no interior das partículas. Entretanto, deve-se ter cuidado com a expansão excessiva das partículas para evitar, durante a fase de secagem, a formação de rupturas em suas superfícies. A finalidade de evitar a formação de rugas é beneficiar algumas propriedades, como a flotabilidade, bem como a solubilidade dos pós, evitando, assim, a formação de aglomerados (Rosenberg e Young, 1993). Nas figuras 21A, 24A ainda são constatadas pequenas rachaduras na superfície das partículas as quais podem ser correlacionadas com a expansão excessiva das cápsulas durante a fase de secagem das partículas, (Rosenberg e Young, 1993); Bhandari, Dumoulin, Richard, Noleau, Lebert 1992) e Rosenberg, Kopelman e Talmon, 1988), (figuras 21A, 21B, 22A, 24A e 24B) que pode ser originada através de danos causados por uma alta dosagem de elétrons na matriz que está sendo analisada. Em alguns casos, quando as doses de elétrons são excessivamente altas, pode-se observar a destruição completa da área examinada. Para prevenir este efeito, deve-se tentar trabalhar com a ampliação mais baixa possível e limitar o tempo de enquadramento, antes da realização da fotomicrografia (Rosenberg, Kopelman e Talmon 1985).

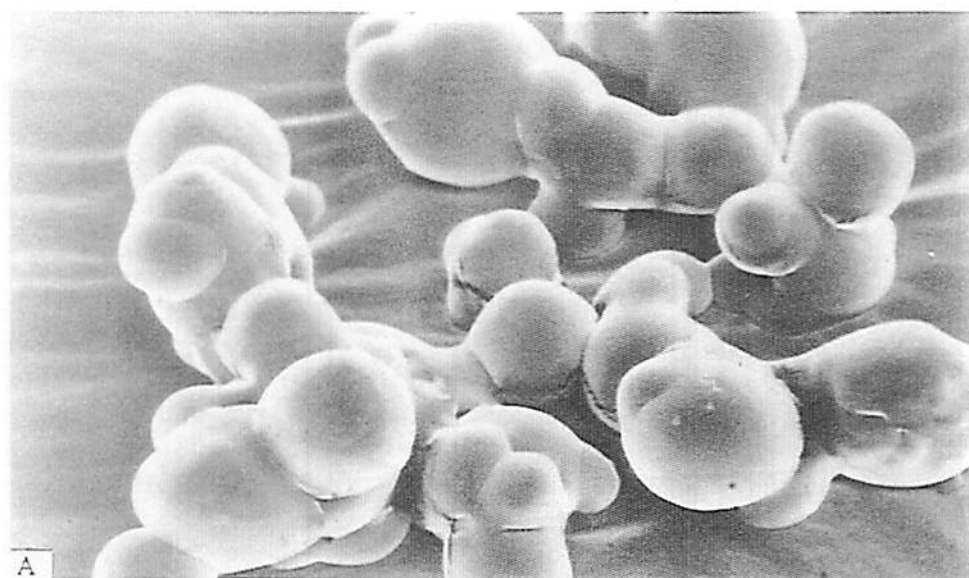


FIGURA 20 Fotomicrografia obtida no microscópio eletrônico de varredura de pós obtidos por atomização, após atingir um estado de aglomeração: A) suco de maracujá + MD-10 (x 2000) e B) suco de maracujá + MD-20. (x200 – 10kV)

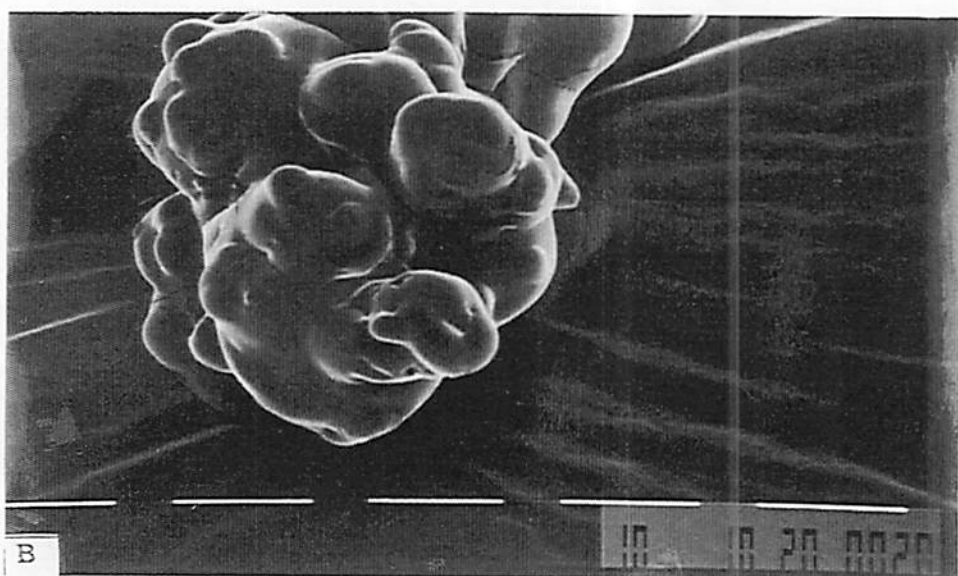
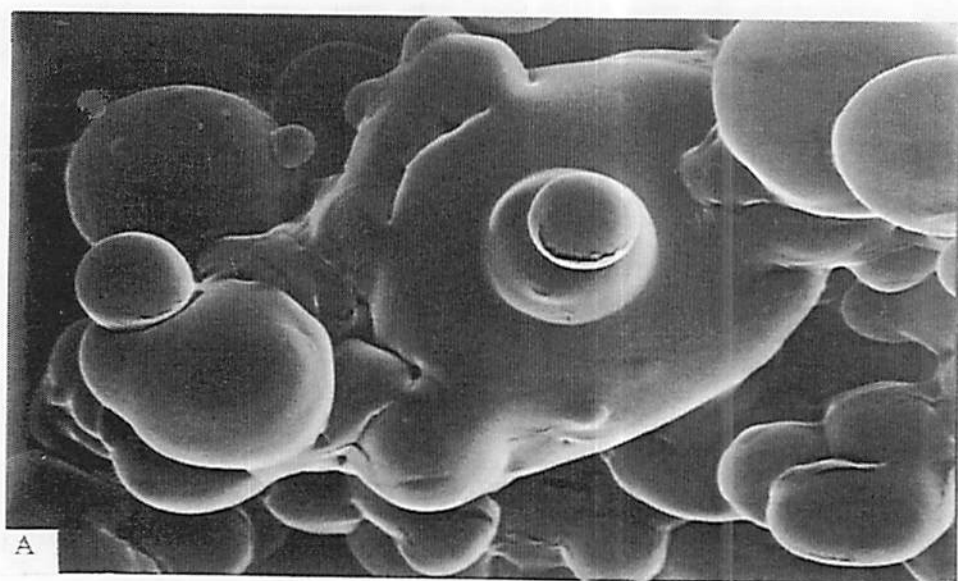


FIGURA 21: Fotomicrografia obtida no microscópio eletrônico de varredura de pós de suco de maracujá obtidos por atomização, após atingir um estado de aglomeração: A) Suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1% (x 2000) e B) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1,5%. (x2000 - 10kV)

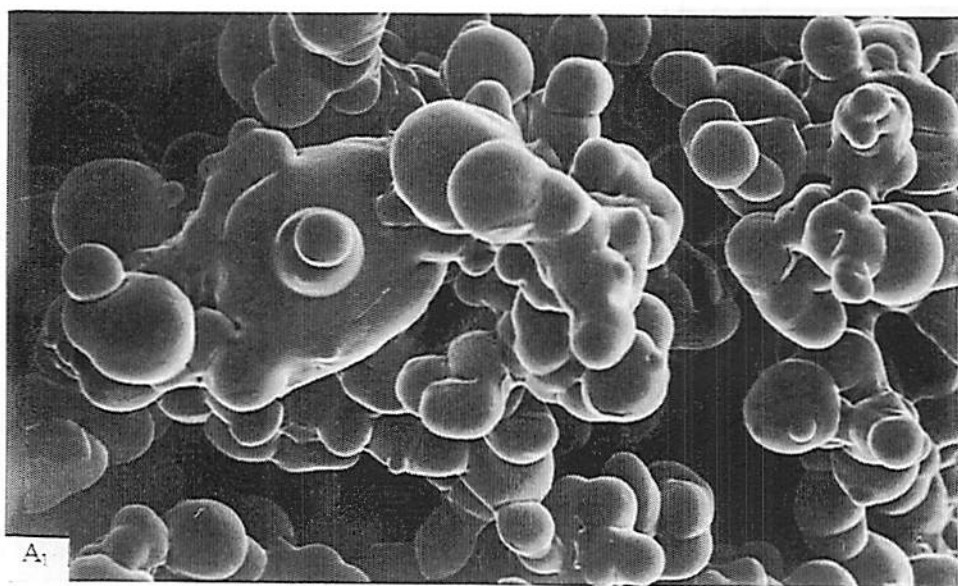
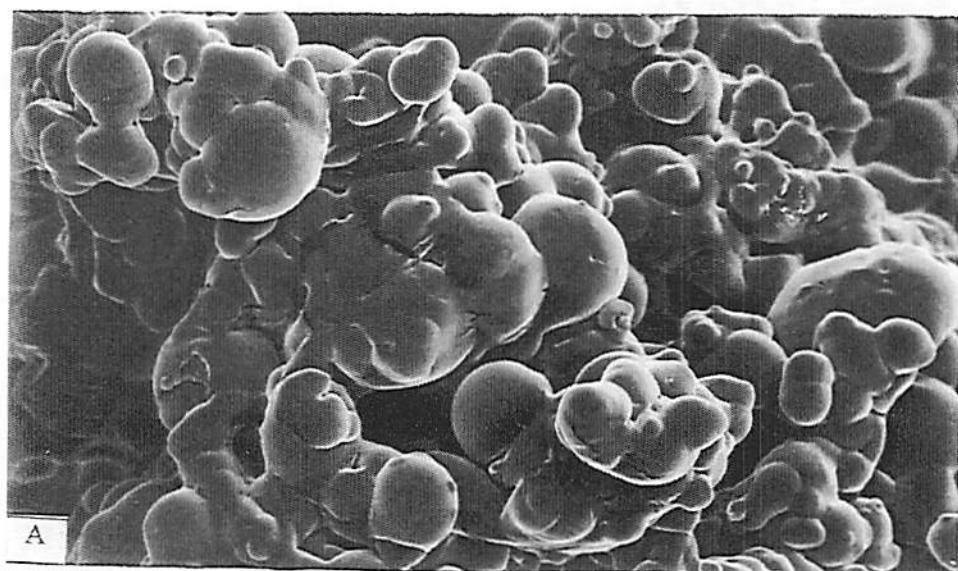


FIGURA 22 Aspectos microestruturais obtidos por microscopia eletrônica sob o efeito da concentração do aditivo HA-52 nas partículas obtidas por spray-drier: A) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1% e A₁) suco de maracujá + MD-10 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de x1000 – 10kV)

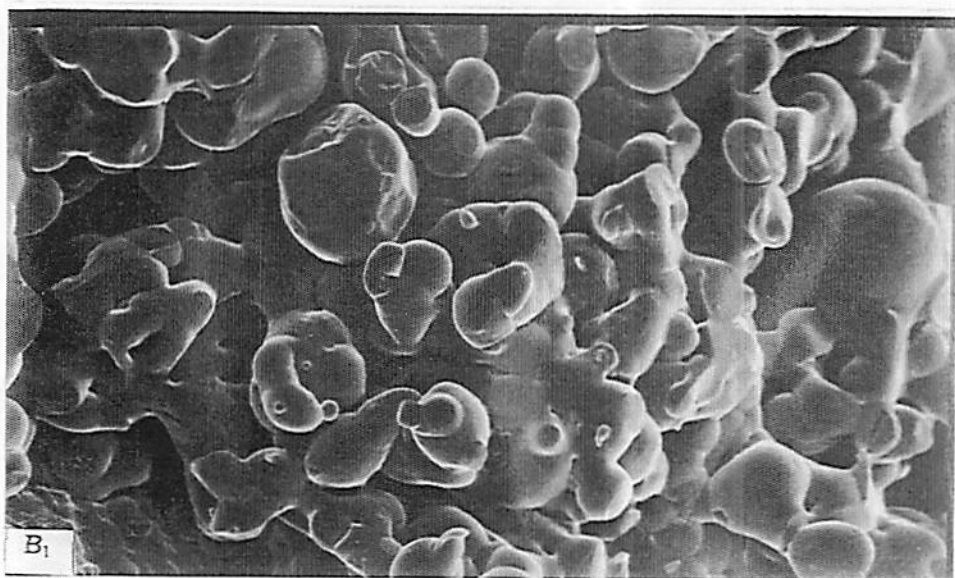
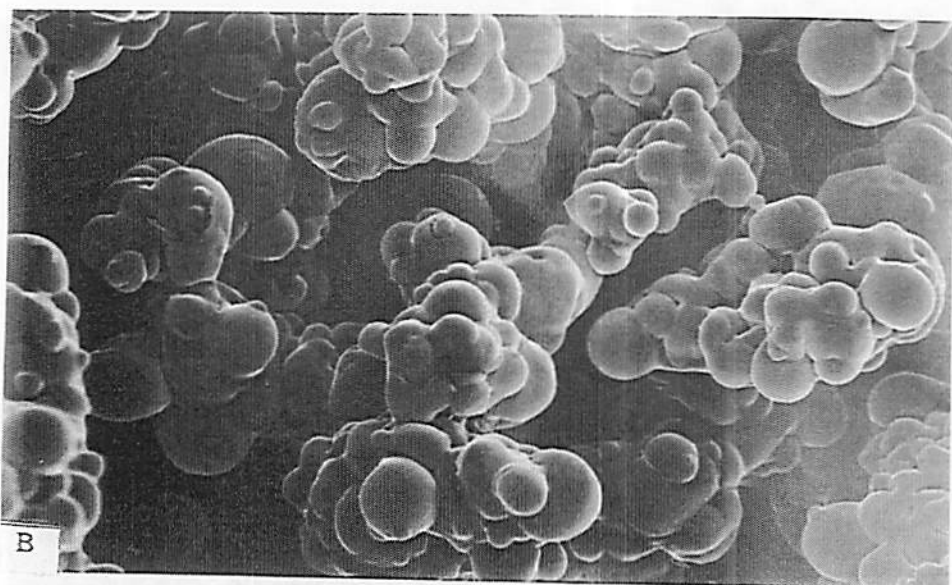


FIGURA 23 Aspectos microestruturais obtidos por microscopia eletrônica sob o efeito da concentração do aditivo HA-52 nas partículas obtidas por spray-drier: B) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1% e B₁) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de x1000 – 10kV)

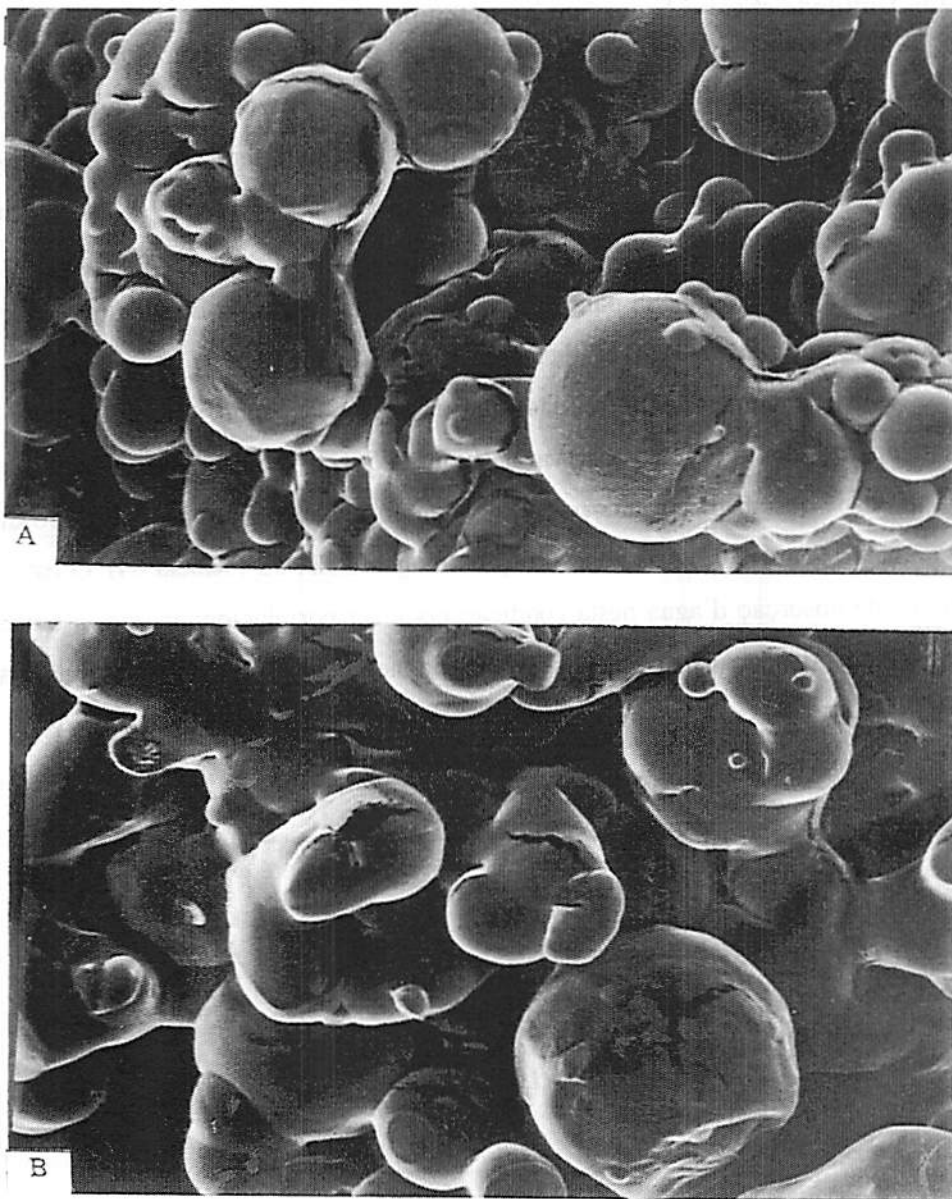


FIGURA 24 Aspectos microestruturais obtidos por microscopia eletrônica sob o efeito da concentração do aditivo HA-52 nas partículas obtidas por spray-drier: A) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1% e B) suco de maracujá + MD-20 com adição de HA-52 a 1,5%. (Aumento de x2000 – 10kV)

4.6 Umidade absorvida em função do tempo

É conhecido que água pode alterar as propriedades físico-química dos pós significativamente. Ganho de água através dos pós contendo carboidratos podem conduzir a mudanças nas propriedades de fluxo, tendo como resultados o caking e a aglomeração (Rosenberg, Kopelman e Talmon 1985, Smith, Mannheim e Gilbert 1981). Através das figuras 25, 26, 27 e 28, pode-se observar o grau de absorção d'água para os pós de suco de maracujá obtidos por spray drier expostos a diversos níveis de umidade relativa.

Na umidade de 33%, não houve diferenças significativas entre os tratamentos. Como se pode observar na Figura 25, ocorre um aumento gradativo na umidade absorvida em função do fator tempo, independentemente do tipo de tratamento (Tabela 03) e da concentração do agente HA-52 (Tabela 04). O baixo índice de absorção d'água nesta condição pode ser correlacionado com a baixa capacidade dos açúcares em absorver água nesta faixa de umidade relativa (BORGES, 1988).

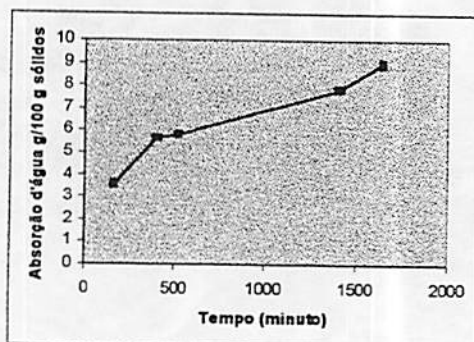


Figura 25 Grau de absorção d'água dos tratamentos obtidos por atomização, expostos a umidade relativa de 33% a temperatura de 25°C.

Pode-se observar pelas figuras 26 e 27, que as curvas, tendem a um decréscimo entre os tempo de 525 e 1645 minutos. Sendo assim, nesta região ocorre uma queda na absorção de umidade pelo material analisado, estágio este que pode corresponder ao fenômeno de dessorção de umidade, podendo ser causado pelo rearranjo de açúcares existente no pó (De Carvalho e Cal-Vidal, 1985) e/ou originada por mudanças estruturais que favorecem uma menor absorção de água pelas partículas. Os resultados obtidos estão relacionando a quantidade de água absorvida em função do tempo e são resultados expressos em gramas de água absorvida por 100 gramas de sólidos. Diferenças significativas na absorção ocorrem em alguns intervalos de tempo, como pode ser constatado pela Tabela 11. Comparando-se os dois tratamentos nesta condição, pode-se afirmar que a absorção d'água no sistema representado pela figura 27 alcançou menores índices comparativamente ao sistema representado pela figura 26. A adição do agente tensoativo HA-52 na concentração de 1,5% exerce uma grande influência no decréscimo do grau de absorção de d'água para o suco de maracujá em pó, para ambos os tratamentos. Supõe-se que, neste caso, ocorra algum tipo de interação entre os componentes do suco e o aditivo, ocasionando uma menor higroscopicidade nos pós obtidos por atomização.

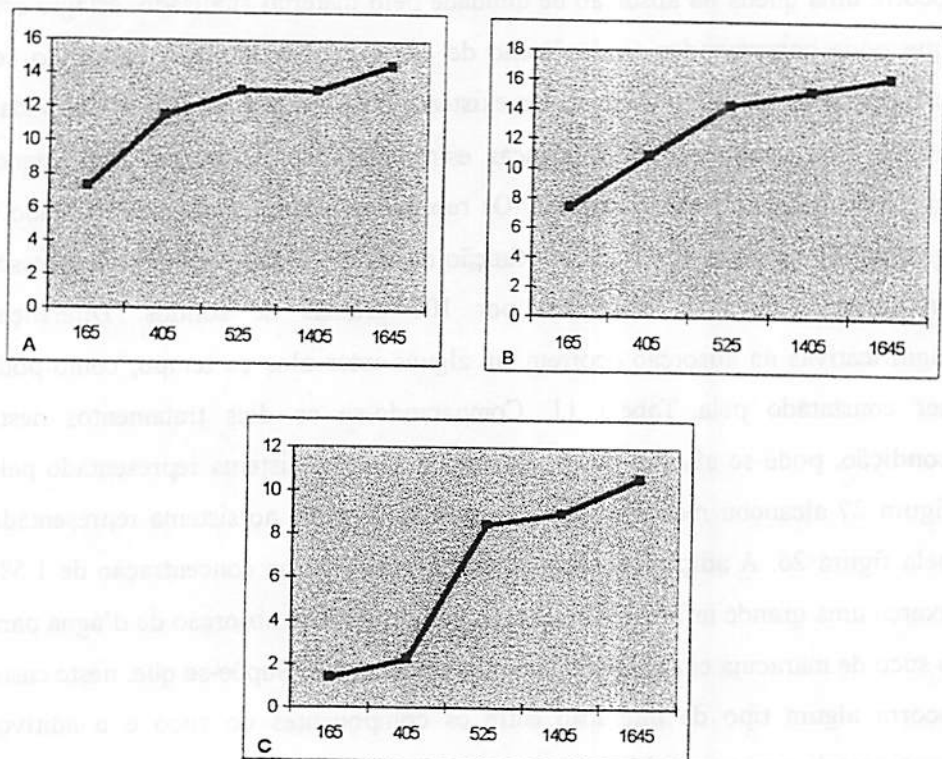


Figura 26 Absorção d'água para o tratamento A (MD-10) com adição do agente HA-52 com os níveis de: A) 0%; B) 1% e C) 1,5%, expostos a umidade de 44% e temperatura de 25°C.

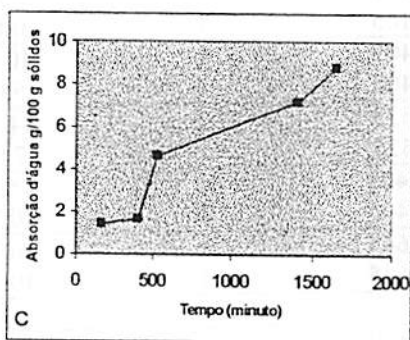
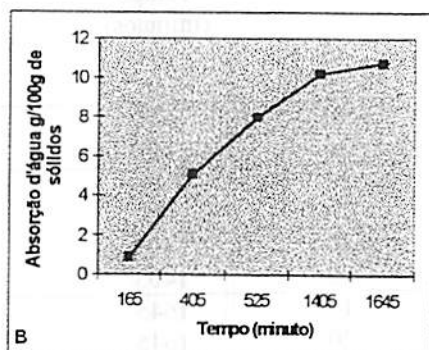
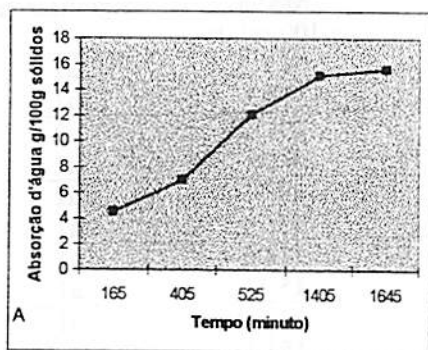


Figura 27 Absorção d'água para o tratamento B com adição do agente HA-52 com os níveis de: A) 0%; B) 1% e C) 1,5%, expostos a umidade de 44% e temperatura de 25°C.

Tabela 11: Valores médios de absorção para os tratamentos com diversos níveis do agente HA-52 ao nível de 44% de umidade relativa.

MD	Tempo (minutos)	Conc. %	Médias g/100 sólidos	Significância
10	165	0	7.29	a2
20	165	0	4.49	a1
10	405	0	11.52	a2
20	405	0	6.95	a1
10	525	0	13.05	a1
20	525	0	12.70	a1
10	1405	0	13.05	a1
20	1405	0	15.11	a1
10	1645	0	14.54	a1
20	1645	0	15.61	a1
10	165	1	7.40	a2
20	165	1	0.85	a1
10	405	1	10.92	a2
20	405	1	5.08	a1
10	525	1	14.34	a2
20	525	1	7.97	a1
10	1405	1	15.28	a2
20	1405	1	10.21	a1
10	1645	1	16.21	a2
20	1645	1	10.79	a1
10	165	1,5	1.39	a1
20	165	1,5	1.43	a1
10	405	1,5	2.24	a1
20	405	1,5	1.64	a1
10	525	1,5	8.46	a2
20	525	1,5	4.66	a1
10	1405	1,5	8.99	a1
20	1405	1,5	7.19	a1
10	1645	1,5	10.62	a1
20	1645	1,5	8.77	a1

Significativo de Teste de Fisher ao nível de 5% de probabilidade.

Na umidade de 86% não houve diferenças significativas entre os tratamentos. Como se pode observar na Figura 28, ocorre um aumento na umidade absorvida em relação ao fator tempo, independentemente do tipo de tratamento (Tabela 03) e da concentração do agente HA-52 (Tabela 04). Esta relação é observada em quaisquer das condições submetidas para esta experimentação.

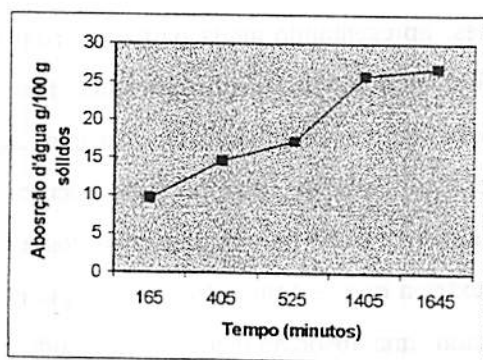


Figura 28 Grau de absorção d'água dos tratamentos obtidos por atomização, expostos à umidade relativa de 86%, à temperatura de 25°C.

5 CONCLUSÕES

A morfologia das partículas dos pós obtidos por atomização de suco de maracujá coincide com morfologias encontradas para outros sistemas alimentícios. Através da SEM podem ser obtidas informações adicionais da microestrutura, as quais apontam certos parâmetros que podem afetar a qualidade do produto final. As partículas encontraram-se na forma esférica, com tamanhos uniformes, apresentando ainda partículas com superfícies rugosas na que podem dificultar algumas de suas propriedades funcionais, como perda de voláteis, fluidez, bem como a solubilidade (formação de aglomerados).

Pôde-se constatar que o uso de uma técnica simples permitiu a determinação do diâmetro médio para as partículas dos tratamentos em estudo.

A malto-dextrina que se comportou melhor perante os tratamentos foi a MD-20, que propiciou uma absorção menor no conteúdo de umidade ao nível de 44% de umidade relativa. O aumento da concentração do agente HA-52 reduziu significativamente a velocidade de absorção de umidade para os tratamentos. A concentração que obteve melhor resultados foi de 1,5%.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar estudos da cinética de absorção d'água para o maracujá em pó a diferentes temperaturas.

Verificar a ação de agentes químicos diversos em outras condições de processamento, incluindo alterações no bico de atomização, pressão para atomização, bem como alterar a concentração do conteúdo de sólidos com a finalidade de estudar a morfologia das partículas obtidas.

Estudar o efeito de agentes químicos na retenção de compostos voláteis.

Estudar a real influência do microscópio eletrônico na determinação da morfologia de partículas obtidas por atomização, mediante o uso de ampliações de maiores.

Construir Isotermas de Absorção de umidade e testar o ajuste de equações usuais de Isotermas, tais como BET, GAB, OSWIN, etc.

7 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGRIANUAL 1997. Anuário Estatístico da Agricultura Brasileira. São Paulo: FNP, 1996. p. 435.
- BARBOSA-CANOVAS, G. V.; RUFNER, R.; PELEG, M. Microstructure of selected binary food powder mixtures. *Journal of Food Science*, Chicago, v.50, p.473-477, 1985.
- BHANDARI, E. D.; DUMOULIN, E. D.; RICHARD, H. M. J.; NOLEAU, I.; LEBERT, A. M. Flavor encapsulation by spray drying: application to citral and linolyl acetate. *Journal of Food Science*, Chicago, v.57, n.2, p.217-221, 1992.
- BORGES, S. V. *Análise higroscópica e microestrutural de flocos de frutas desidratadas*. Lavras: ESAL, 1988. 152p. (Dissertação – Mestrado em Ciência dos Alimentos).
- BORGES, S. S.; CAL-VIDAL, J. *Análise higroscópica e microestrutural de frutos desidratados*. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, v.29, n.5, p.815-821, maio 1994.
- BOYLE, F. P.; SHAW, T. N.; SHERMAN, G. D. Efficient extraction, single strenght technique open up wide uses for new passion fruit juice. *Food Engineering*, New York, v.27, n.9, p.94-95, sept. 1955.
- BUCHHEIN, W. A comparison of the microstructure of dried milk products by freeze-fracturing powder suspensions in non-aqueous media. *Scanning Electron Microscopy*, Chicago, v.3, p.493-502, 1981.
- CALORI, I.; GIAROLA, T. M.; CAL-VIDAL, J. Cinética de caking em mamão liofilizado determinada por microscopia ótica. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, v.32, n.11, p.1199-1204, nov. 1997.
- CAL-VIDAL, J.; FALCONE, M. Autoaglomeração de suco de maracujá liofilizado em pó. *Ciência Tecnologia de Alimentos*, v.7, n.1, p.82-96, 1987.

- CAL-VIDAL, J. Potencial higroscópico como índice de estabilidade de grãos e cereais desidratados. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, v.17, n.1, p.61-76, jan. 1982.
- CAL-VIDAL, J.; BORNHARDT, C; ROTH, T; LONCIN, M. Aromaretenion bei der Sprühtrockum van Modellsystemen. *Lebensmittel Tecnology*, 18/NR. 10-14. 1985.
- CARIC, M.; KALÁB, M. Effects of drying techniques on milk powders quality and microstructure: A review. *Food Microstructure*, Chicago, v.6, n.2, p.171-180, 1987.
- CARVALHO, H. A. Higroscopicidade e autoaglomeração (caking) de pós liofilizados de goiaba (*Psidium guajava* L.) contendo agentes anti-caking. Lavras: ESAL, 1983. 156p. (Dissertação – Mestrado em Ciência dos Alimentos).
- CHAN, H. T. Jr; CHANG, T.S.K; CHENCHIN, E. Nonvolatile acids of passion fruit juice. *Journal Agricultural Food Chemistry*, Washington, v.20, n.1, p.110-112, 1972.
- CHANN, H. T. Jr.; KWOK, S. C .M. Indentification and determination of sugars in some tropical fruit products. *Journal of Food Science*, Chicago, v.40, n.2, p.419-420, Mar./Apr. 1975.
- CHEN, Chu-Chini Kuo, May-Chien; HWANG, L. S; WU, Swi-Bea; WU, Chung-May. Headspace components of passion fruit juice. *Journal Agricultural and Food Chemistry*, Washington, v.30, n.6, p.1211-1215, Nov./Dec. 1982.
- CHINACHOTI, P.; STEIBERG, P. Interaction of sucrose with starch during dehydration as shown by water sorpton. *Journal of Food Science*, Chicago, v.49, n.6, p.1604-1608, Nov./Dec. 1984.
- DA COSTA, J. M. C.; CAL-VIDAL, J. Caking degree of spray dried coconut milk. Preconcentration on drying of food materials. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1988. P.263-275
- DE ALMEIDA, C. L. Indução de cristalinidade durante o congelamento de soluções-modelo (açúcares de frutos) com adição de álcoois para reduzir a higroscopicidade dos correspondentes pós-liofilizados. Lavras: UFLA. 1995. 87p. (Tese – Mestrado em Ciência dos Alimentos).

- DE CARVALHO, R. F.; CAL-VIDAL, J. Higroscopicidade de pó de goiaba liofilizado. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, Brasília, v.20, n.4, p.455-460, Abr. 1985.
- DE GOIS, V. A.; CAL-VIDAL, J. Kinetics of water vapor sorption by freeze-dried papaya. *Drying Technology*, v.22, n.4, p.625-629, 1986a.
- DE GOIS, V. A.; CAL-VIDAL, J. Water sorption characteristics of freeze dried papaya in powdered and granular forms. *Canadian Institute of Food Science Technology*, Ottawa, v.19, n.1, p.7-11, 1986b.
- EL-SAYED, T. M.; WALLACK, D. A.; KING, C. J. Changes in particle morphology during of drops of carbohydrate solutions and food liquids. 1. Effects of composition and drying conditions. *Industrial Engineering Chemistry Research*, Washington, v.29, p.2346-2354, 1990.
- EVANGELISTA, J. *Tecnologia de alimentos*. 2 ed. São Paulo: Atheneu, 1992. P.398-399
- FENNEMA, O.; R.; POWRIE, W. D.; MARTH, E. H. *Química de los alimentos*. Zaragoza: ACRIBIA, 1993. 1095p.
- FLINK, J.; GEJL-HANSEN, F. Retention of organic volatiles in freeze-dried carbohydrate solutions: microscopic observations. *Journal Agricultural and Food Chemistry*, Washington, v.20, n.3, p.691-694, May/June 1972.
- FLINK, J.; GEJL-HANSEN, F.; KAREL, M. Microscopic investigations of the freeze drying of volatile-containing model food solutions. *Journal of Food Science*, Chicago, v.38, n.6 p.1174-1178, Dec. 1973.
- GEJL-HANSEN, F.; FLINK, J. M. Application of microscopic techniques to the description of structure of dehydrated food systems. *Journal of Food Science*, Chicago, v.41, n.3, p.483-489, May/June 1976.
- HARTEL, R. W. Controlling sugar crystallization in food products. *Food Technology*, Chicago, v.47, n.11, p.99-107, Nov. 1993.
- HIU, D. N.; SCHEUER, P. J. The volatile constituents of passion fruit juice. *Journal Food Science*, Chicago, v.26, n.6, p.557-563, Nov./Dec. 1961.

- IGLÉSIAS, H. A.; CHIRIFE, J.; BOQUET, R.** Prediction of water sorption isotherms of foods models from know ledge of components sorption behavior. **Journal of Food Science**, Chicago, v.45, n.3 p.450-452, May/June 1980.
- KERKHOF, P. J. A. M. & THIJSEN, H. A. C.** Quantitative study of the effects of process variables on aroma retention during the drying of liquid foods. **AIChE SIMPOSIUM SERIES**. v.73, n.163, p.33-46, 1977.
- KIM, Y.D.; MORR, C. V.** Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins: spray-dried orange oil emulsion particles. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, Washington, v.44, n.5, p.1314-1320, May 1996.
- LABUZA, T. P.** Sorption phenoma in foods. **Food Tecnology**. Chicago, v.22, n.3, p.15-24, Mar. 1968.
- LYNE, C. W.** A review of spray drying. **Bristish Chemical Engineering**, London, 16:370-373. 1971.
- MCCABE, W.L.; SMITH, J.C.; HARRIOT, P.** Unit operations of chemical engineering. 5.ed. Singapore: McGraw-Hill, 1993. Crystallization, p.803-806.
- MAIA, M. C. A.; CAL-VIDAL, J.** Kinetics of water uptake by citrus juices in powder form. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v.29, n.2, p.137-141, Apr. 1994.
- MAKOWER, B.; DYE, W. B.** Equilibrium moisture content and crystallization of amorphous sucrose and glucose. **Agricultural and Food Chemistry**, Chicago, v.4, n.1, p.72-77, Jan./Fev. 1956.
- MASSALDI, H. A.; KING, C. J.** Volatiles retention during freeze-drying of synthetic emultions. **Journal Food Science**, Chicago, v.39n.3, p.438-445, May/June 1974.
- MASTERS, K.** Spray drying: [An introduction to principles operational practice and applications.] Londres. 684 p. 1976.
- MEAD, R. E.** Combination process dries crystallizable materials. **Food Technology**, Chicago, v.27, n.12, p.22-26, Dec. 1973.

- MENTING, L. C.; HOOGSTAD, B. Volatiles retention drying of aqueous carbohydrate solutions. *Journal of Food Science*, Chicago, v.32, n.1, p.87-90, Jan./Feb. 1967.
- MULLER, C. J., KEPNER, R. E.; WEBB, A. D. Some volatile constituents of passion fruit wine. *Journal Food Science*, v.29, n.5, p.569-575, Sept./Oct. 1964.
- NIEDIEK, E. A. Effect of processing on the physical state and aroma sorption properties of carbohydrates. *Food Technology*, Chicago, v.42, n.10, p.81-84, Oct. 1988.
- PARLIMENT, T. H. Same volatile constituents of passion fruit. *Journal and Agricultural Food Chemistry*, v.20, n.6, p.1043-1045, Nov./Dec. 1972.
- PAZOLA, Z.; JANKUN, J. Characteistics properties of powder foods. *Lebensmittelindustrie*, Leipzig, v.29,n.1, p.248-250, 1982.
- PELEG, M.; MANNHEIN, C. H. The mechanism of caking of powdered anion. *Journal of Food Processing and Preservation*, Westport, v.1, p.3-11. 1977.
- PELEG, M.; MANNHEIN, C. H.; PASSY, N. Flow properties of some food powders. *Journal Food Science*, Chicago, v.38, n.6, p.959-964, Nov./Dec. 1973.
- PRUTHI, J. S. Physiology, chemistry, and tecnology of passion fruit. *Advances in Food Research*, New York, v.12, p.203-282, 1963.
- PRUTHI, J. S.; LAL, G. Chemical composition of passion fruit (*passiflora edulis*, Sims). *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.10, p.188-192, Mar./Apr. 1959.
- PRUTHI, J. S.; SINGH, L. J.; LAL, G. The equilibrium relative humidity of garlic powder. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, Oxford, v.10n.10, p.359-361, Oct. 1959.
- QUAST, D. G.; TEIXEIRA NETO, R. O.. Moisture problems of foods in tropical climates. *Food Technology*, Chicago, v.30, n.5, p.98-105, May 1976.

- REINNECIUS, G. A.; COULTER, S. T. Flavor retention during drying. *Journal Dairy Science*, Champaign, v.52, n.8, p.1219-1223, Aug. 1969.
- ROCKLAND, L. B. Saturated salt solutions for static control of relative humidity between 5 and 40°C. *Analytical Chemistry*, Washington, v.32, n.10, p.1375-1376, Oct. 1960.
- ROSEMBERG, M., KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. *Journal of Food Science*, Chicago, v.50, n.11, p.138-144, Jan./Feb. 1985.
- ROSENBERG, M.; TALMON, Y.; KOPELMAN, I. J. The microstructure of spray-dried microcapsules. *Food Microstructure*, Chicago, v.7, n.5, p.15-23, 1988.
- ROSENBERG, M.; YOUNG, S. L. Whey proteins as microencapsulation agents. Microencapsulation of anhydrous milkfat. Structure evaluation. *Food Structure*, Chicago, v.12, p.31-41 1993.
- SAITO, Z. Lactose crystallization in commercial whey powders and in spray-dried lactose. *Food Microstructure*, Chicago, v.7, n.1, p.75-81, 1988.
- SAITO, Z. Particle structure in spray-dried whole milk in and instant skin milk powder as related to lactose crystallization. *Food Microstructure*, Chicago, v., n.2, p.4333-340, 1985.
- SALTMARCH, M.; LABUZA, T. P. Influence of relative humidity on the physicochemical state of lactose in spray-dried sweet whey powders. *Journal of Food Science*, Chicago, v.45, n.5, p.1230-1236, Sep./Oct. 1980a.
- SALTMARCH, M.; LABUZA, T. P. SEM investigation of the effect lactose crystallization on the storage properties of spray dried whey. *Scanning Electron Microscopy*, Chicago, v.3, p.659-665, 1980b.
- SANTOS, S. C. S. Grau de caking de pós de abacate (*Persea americana*, Mill) obtidos por spray drying. Lavras: ESAL, 1983. 103p. (Tese-Mestrado em Ciência dos Alimentos).
- SHEU, T-Y; ROSENBERG, M. Microstructure of microcapsules consisting of whey proteins and carbohydrates. *Journal of Food Science*, v.63, n.3, p.91-494, May/June 1998.

- SLOAM, A. E.; LABUZA., T. P. Humectant water sorption isotherms. Food Product Development, Chicago, v. 9, n. 4, p. 68, 1975.**
- SMITH, D. S.; MANNHEIN, C.; GILBERT, S. G. Water sorption isotherms of sucrose and glucose by inverse gas chromatography. Journal of Food Science, Chicago, v.46, n.4, p.1051-1053, July/Aug. 1981.**
- SINGH, B. P.; NARAIN, A. I.; SINGH, H. Kinetics of water sorption by whot flour from saturated atmosphere. Journal of Food Science and Technology, v.22, n.12, p.1561-1564, 1981.**
- SORENSEN, I. H. Baby food powder. Danish Dairy Industry. Denmark. p. __, 1978.**
- VARSHENEY, N. N.; OJHA, T. P. Water vapor sorption properties of dried milk baby foods. Journal of Dairy Research, Londres, v.44, n.1, p.92-101, Jan. 1977.**
- VROMANS, H. et al. . Studies on tableting properties of lactose. VII. The effect of variations in primary particle size and percentage of amorphous lactose in spray dried lactose products. International Journal of Pharmaceutics, Amsterdam, v.35, p.29-37, 1987.**
- WALLACK, D. A.; EL-SAYED, T. M.; KING, C. J. Change in particle morphology during of drops of carbohydrate solutions and food liquids. 2. Effects in during rate. Industrial Engineering Chemistry Research, Washington, v.29, p.2354-2357, 1990.**
- WHITE, G. W.; SHELTON, A. J. Food microscopy – chocolate and sugar confectionery. Journal of Association of Public Analysts, London, v.18, p.129-132, 1980.**
- WOODHAMS, D. J.; MURRAY, M. J. Properties of spray dried milk powders. New Zealand Dairy Research Institute, New Zealand, n.650, p.172-178, 1976.**
- ZILBERBOIM, R.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. Microstructure by a dehydrating liquid: A microstructural study by scanning electron microscopy. Journal of Food Science, v.51, n.5, p.307-1310, Sept./Oct. 1986.**

CONTENIDO

1	ANEXO I. Descripción de los trabajos que se realizaron en el curso de la investigación.
2	ANEXO II. Descripción de los trabajos que se realizaron en el curso de la investigación.
3	ANEXO III. Descripción de los trabajos que se realizaron en el curso de la investigación.
4	ANEXO IV. Descripción de los trabajos que se realizaron en el curso de la investigación.

ANEXOS

LISTA DE ANEXOS

1	Análise de variância para o diâmetro das partículas obtidas por atomização para os tratamentos.....	65
2	Análise de variância para o grau de absorção d'água (g/100 g de sólidos) dos sistemas expostos à temperatura de 25°C e 33% de umidade relativa.....	65
3	Análise de variância para o grau de absorção d'água (g/100 g de sólidos) dos sistemas expostos à temperatura de 25°C e 44% de umidade relativa.....	66
4	Análise de variância para o grau de absorção d'água (g/100 g de sólidos) dos sistemas expostos à temperatura de 25°C e 86% de umidade relativa.....	66

Tabela 1: Análise de variância para o diâmetro das partículas obtidas por atomização para os tratamentos

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
MD	1	176.812698	176.812698	0.928	0.3390
HA	2	855.332959	427.666480	2.244	0.1124
MD*HA	2	704.059898	352.029949	1.847	0.1641
erro	84	16010.250000	190.598214		
Total corrigido		99	17746.455556		
CV (%) =		32.47			
Média geral:		42.5222222			

Tabela 2: Análise de variância para o grau de absorção d'água (g/100 g de sólidos) dos sistemas expostos à temperatura de 25°C e 33% de umidade relativa.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
MD	1	96.812104	96.812104	4.372	0.0815
HA-52	2	81.436423	40.718212	1.839	0.2383
MD*HA-52	2	75.580347	37.790173	1.707	0.2590
erro 1	6	132.861678	22.143613		
Tempo	4	206.894839	51.723710	46.571	0.0000
MD*Tempo	4	8.954969	2.238742	2.016	0.1243
HA-52*Tempo	8	17.849286	2.231161	2.009	0.0892
MD*HA-52*Tempo	8	20.369204	2.546150	2.292	0.0555
erro 2	24	26.655473	1.110645		
Total corrigido 59		667.414322			
CV 1 (%) =		74.15			
CV 2 (%) =		16.61			
Média geral:		6.3457833			

Tabela 3: Análise de variância para o grau de absorção d'água (g/100 g de sólidos) dos sistemas expostos à temperatura de 25°C e 44% de umidade relativa.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
MD	1	117.074189	117.074189	12.765	.0117
HA-52	2	373.548895	186.774448	20.365	.0021
MD*HA-52	2	71.612228	35.806114	3.904	.0820
erro 1	6	55.029109	9.171518		
Tempo	4	673.925562	168.481390	170.913	.0000
MD*Tempo	4	9.893746	2.473436	2.509	.0686
HA-52*Tempo	8	14.208853	1.776107	1.802	.1263
MD*HA-52*Tempo	8	30.296877	3.787110	3.842	.0049
erro 2	24	23.658487	0.985770		
Total	59	1369.247945			
CV 1 (%) =		33.81			
CV 2 (%) =		11.08			
Média geral:		8.9585333			

Tabela 4: Análise de variância para o grau de absorção d'água (g/100 g de sólidos) dos sistemas expostos à temperatura de 25°C e 86% de umidade relativa.

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
MD	1	180.978034	180.978034	0.955	.3661
HA-52	2	324.910572	162.455286	0.857	.4704
MD*HA-52	2	197.425264	98.712632	0.521	.6185
erro 1	6	1136.816426	189.469404		
Tempo	4	2584.937754	646.234438	63.944	.0000
MD*Tempo	4	57.501081	14.375270	1.422	.2569
HA-52*Tempo	8	29.916969	3.739621	0.370	.9262
MD*HA-52*Tempo	8	73.983442	9.247930	0.915	.5210
erro 2	24	242.551224	10.106301		
Total	59	4829.020766			
CV 1 (%) =		73.16			
CV 2 (%) =		16.90			
Média geral:		18.8158833			