



UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA – UESB
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
CIÊNCIA DE ALIMENTOS



Área de Concentração: Ciência de Alimentos

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE SECAGEM POR *SPRAY DRYING* DA POLPA DE
NONI (*Morinda citrifolia* Linn) FILTRADA**

Autora: Alexandra Fernandes dos Santos

Orientador: Prof. Dr. Modesto Antônio Chaves

ITAPETINGA
BAHIA - BRASIL
Fevereiro 2019

ALEXANDRA FERNANDES DOS SANTOS

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE SECAGEM POR *SPRAY DRYING* DA POLPA DE
NONI (*Morinda citrifolia* Linn) FILTRADA**

Dissertação apresentada como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia.

Orientador: Prof. Dr. Modesto Antônio Chaves

ITAPETINGA
BAHIA - BRASIL
Fevereiro 2019

634 Santos, Alexandra Fernandes dos
S233o Otimização do processo de secagem por *spray drying* da polpa de noni (*Morinda citrifolia* Linn) filtrada. / Alexandra Fernandes dos Santos. - Itapetinga: UESB, 2019.
120p.

Dissertação apresentada como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Sob a orientação do Prof. D.Sc. Modesto Antônio Chaves.

1. Polpa de noni – Filtração - Atomização. 2. Noni - Secagem - *Spray drying*.
3. *Morinda citrifolia* Linn. I. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos. II. Chaves, Modesto Antônio. III. Título.

CDD(21): **634**

Catálogo na fonte:

Adalice Gustavo da Silva – CRB/5-535
Bibliotecária – UESB – Campus de Itapetinga-BA

Índice Sistemático para Desdobramento por Assunto:

1. Polpa de noni – Filtração - Atomização.
2. Noni - Secagem - *Spray drying*
3. *Morinda citrifolia* Linn



Áreas de Concentração: Engenharia de Alimentos
Ciência de Alimentos

DECLARAÇÃO DE APROVAÇÃO

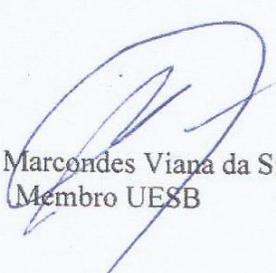
Título: OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE SECAGEM POR SPRAY DRYING DA POLPA DE NONI (*Morinda citrifolia* Linn) FILTRADA

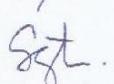
Autor (a): ALEXANDRA FERNANDES DOS SANTOS

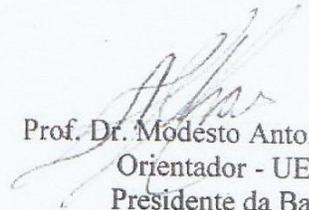
Orientador (a): Prof. Dr. Modesto Antonio Chaves

Coorientador (a):

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de **MESTRE EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE ALIMENTOS, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CIÊNCIA DE ALIMENTOS**, pela Banca Examinadora.


Prof. Dr. Marcondes Viana da Silva
Membro UESB


Prof.ª Dr.ª Simone Andrade Gualberto
Membro UESB


Prof. Dr. Modesto Antonio Chaves
Orientador - UESB
Presidente da Banca

Itapetinga-BA, 28 de fevereiro de 2019.

“Se Deus disse que eu posso, então eu posso. Irei e não temerei mal algum.”

Filipenses 4:13

À Deus, que permitiu que tudo acontecesse e que deu a graça de passar por todas as dificuldades

Ao meu pai e à minha mãe que sempre estiveram ao meu lado, especialmente nos momentos mais difíceis da caminhada

Aos meus mestres, pelos conhecimentos passados, especialmente ao meu Orientador Modesto Chaves, pelos ensinamentos valiosos, por todo auxílio, incentivo, cuidado, amizade e paciência.

DEDICO

AGRADECIMENTOS

À Deus pelo dom da vida, pela fidelidade e infinito amor em todos os momentos;

À Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, por ter me possibilitado desenvolver este trabalho;

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos;

Ao meu Orientador Modesto Chaves, pela receptividade, confiança, por todas as contribuições e conhecimentos passados, por proporcionar meios necessários para a realização da pesquisa, pela disponibilidade sempre que precisei e pela amizade;

Aos meus pais, pelo amor incondicional, incentivo, pelo colo sempre que precisei renovar as minhas forças. Aos demais familiares pelo carinho, cuidado, preocupação e pelas orações;

À amiga Oscalice, pelas orações e por todo bem que tem proporcionado a mim e minha família.

À amiga Thamilly, pelo incentivo, companheirismo e por todas as contribuições, muitas vezes abrindo mão do seu tempo de descanso ou de suas tarefas para me ajudar;

Aos amigos Keila, Dhionantan, Joyce e Elane, pelos ensinamentos, pelo auxílio sempre que necessitei, pelo cuidado, companheirismo, carinho e amizade;

Aos colegas do laboratório de Propriedades Físicas dos Alimentos, pela parceria e ensinamentos, sobretudo à Hudson, por todas as contribuições. Aos ICs, especialmente à Tajjana, pelo auxílio nas tarefas e companheirismo; À todos do CEDETEC, pelo cuidado e amizade, em especial aos amigos Jabson, Abdias, Maicon, Virgínia e Angelita;

À todos do LTPOV, LAPRON e NECAL pela receptividade e disponibilidade em ajudar, especialmente à Professora Andréa por me receber durante o Estágio em sua disciplina e por todos os ensinamentos valiosos. À Professora Simone, pelos conhecimentos passados, por conceder o espaço do laboratório e os recursos necessários à pesquisa. Ao Professor Marcondes, pela disponibilidade e pelos ensinamentos e, aos amigos Júnior, Cléia e Marcel por todos os conhecimentos compartilhados e pela amizade.

Aos colegas do curso, especialmente à Jozane e Jaqueline pelo acolhimento aqui em Itapetinga e auxílio nos estudos;

Aos Professores da Banca por terem aceitado o convite e pelas valiosas contribuições.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	xi
LISTA ARQUIVOS DO APÊNDICE	xii
RESUMO	xiii
ABSTRACT	xiv
I - REFERENCIAL TEÓRICO	1
1. Introdução	1
2. Revisão de Literatura	3
2.1 Noni (<i>Morinda citrifolia</i> Linn)	3
2.1.1 Aspectos gerais	3
2.1.2 Diferentes usos e comercialização	5
2.1.3 Características físico- químicas e composição química	5
2.1.3.1 Compostos bioativos	7
2.2. Secagem de alimentos	8
2.2.1 Aspectos gerais	8
2.2.2 Secagem por <i>spray drying</i>	10
2.2.2.1 Condições do processo de secagem por <i>spray drying</i>	14
2.2.3 Agentes carreadores	17
2.2.3.1. Maldodextrina	18
2.2.3.2. Gelatina	20
II - OBJETIVOS	22
1. Objetivo geral	22
2. Objetivos específicos	22
III – MATERIAIS E MÉTODOS	23
1. Aquisição e pré - preparo da amostra	23
2. Caracterização da polpa de noni <i>in natura</i>	24
2.1. Caracterização físico-química	24
2.1.1. Determinação do teor de água (TA)	24
2.1.2. Determinação da atividade de água (Aw)	24
2.1.3. Determinação de sólidos solúveis totais (SST)	24

2.1.4. Determinação de acidez titulável (AT)	24
2.1.5. Determinação do potencial hidrogeniônico (pH)	24
2.1.6. Determinação do teor de vitamina C (Vit. C)	24
2.1.7. Determinação de proteínas totais (PT)	25
2.1.8. Determinação de lipídeos totais (LT)	25
2.1.9. Determinação de cinzas (C)	25
2.1.10. Determinação de fibra bruta (FB)	25
2.2. Caracterização física	25
2.2.1. Análise de cor	25
2.3. Caracterização química	26
2.3.1. Preparo dos extratos metanólicos	26
2.3.2. Determinação de constituintes fenólicos	26
2.3.3. Determinação de flavonoides totais	26
2.3.4. Determinação do índice de atividade antioxidante (IAA) por DPPH	27
3. Testes preliminares realizados com a polpa de noni.....	27
3.1. Teste de filtração	27
3.1.1. Caracterização físico-química, física e química da polpa de noni filtrada	29
3.2. Testes de secagem utilizando diferentes tipos e concentrações de agentes carreadores	29
3.2.1. Caracterização físico-química dos pós da polpa de noni obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores	30
3.2.2. Morfologia dos pós da polpa de noni obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores	30
3.3. Teste de secagem utilizando diferentes temperaturas de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador	30
3.3.1. Caracterização físico-química dos pós obtidos em diferentes temperaturas de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador	31
4. Planejamento experimental da secagem por <i>spray drying</i> , da polpa de noni filtrada	31

5. Secagem por <i>spray drying</i> da polpa de noni filtrada	32
5.1. Caracterização físico-química dos pós da polpa de noni filtrada	34
5.2. Caracterização física dos pós da polpa de noni filtrada	34
5.2.1. Densidade aparente (D)	34
5.2.2. Solubilidade (S)	34
5.2.3. Higroscopicidade (H)	34
5.2.4. Morfologia dos pós da polpa de noni filtrada	34
5.3. Caracterização química dos pós da polpa de noni filtrada	35
6. Tratamento estatístico	35
6.1. Análise dos testes preliminares utilizando diferentes concentrações de agentes carreadores	35
6.2. Análise do experimento em DCCR por Metodologia de Superfície de Resposta (MRS)	35
IV – RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
1. Caracterização da polpa de noni integral	37
2. Testes preliminares realizados com a polpa de noni	41
2.1. Testes de filtração	41
2.1.1. Caracterização da polpa de noni filtrada	44
2.2. Testes de secagem utilizando diferentes agentes carreadores e concentrações	46
2.2.1. Caracterização físico-química dos pós da polpa de noni obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores	47
2.2.2. Morfologia dos pós da polpa de noni obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores	49
2.3. Teste de secagem utilizando diferentes temperaturas de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador e, caracterização físico- química dos pós	51
3. Estudo do processo de secagem por <i>spray drying</i> da polpa de noni filtrada, por Metodologia de Superfície de Resposta (MSR)	52
3.1. Teor de água (TA)	53
3.2. Atividade de água (Aw)	57
3.3. Densidade aparente (D)	62

3.4. Solubilidade (S)	65
3.5. Higroscopicidade (H)	69
3.6. Vitamina C (Vit. C)	73
3.7. Índice de atividade antioxidante (IAA)	77
3.8. Morfologia dos pós da polpa de noni filtrada	81
V – CONCLUSÃO	85
VI – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	86
VII – APÊNDICE	98

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. Árvore do noni	3
FIGURA 2. Fruto do noni	4
FIGURA 3. Esquema de funcionamento do <i>spray dryer</i> tipo bico duplo-fluido	13
FIGURA 4. Representação da estrutura química da maltodextrina	19
FIGURA 5. Estrutura química da gelatina	21
FIGURA 6. Sistema de filtração para a polpa de noni desenvolvido no CEDETEC	29
FIGURA 7. Secador <i>spray dryer</i> utilizado na secagem da polpa de noni	33
FIGURA 8. Imagem frontal e posterior do sistema de filtração da polpa de noni	41
FIGURA 9. Imagem da lateral esquerda e direita do sistema filtração da polpa de noni	42
FIGURA 10. Micrografias da polpa de noni em pó com 10% de agentes carreadores	49
FIGURA 11. Micrografias da polpa de noni em pó com 15% de agentes carreadores	49
FIGURA 12. Micrografias da polpa de noni em pó com 20% de agentes carreadores	50
FIGURA 13. Gráfico dos efeitos principais da variável teor de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	54
FIGURA 14. Gráfico das interações da variável teor de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	55
FIGURA 15. Superfície de resposta para a variável teor de água	57
FIGURA 16. Superfície de contorno para a variável teor de água	57
FIGURA 17. Gráfico dos efeitos principais da variável atividade de água para fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	59
FIGURA 18. Gráfico das interações da variável atividade de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	59
FIGURA 19. Superfície de resposta obtida para a variável atividade de água	61
FIGURA 20. Superfície de contorno para a variável atividade de água	61
FIGURA 21. Gráfico dos efeitos principais da variável densidade aparente para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	63
FIGURA 22. Superfície de resposta obtida para a variável densidade aparente	64
FIGURA 23. Superfície de contorno para a variável densidade aparente	65
FIGURA 24. Gráfico dos efeitos principais da variável solubilidade para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	66

FIGURA 25. Gráfico das interações da variável solubilidade para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	67
FIGURA 26. Superfície de resposta para a variável solubilidade	69
FIGURA 27. Superfície de contorno para a variável solubilidade	69
FIGURA 28. Gráfico dos efeitos principais para a variável higroscopicidade para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	70
FIGURA 29. Gráfico das interações da variável higroscopicidade para os fatores Temperatura e Vazão de ar do bico	71
FIGURA 30. Superfície de resposta para a variável higroscopicidade	72
FIGURA 31. Superfície de contorno para a variável higroscopicidade	73
FIGURA 32. Gráfico dos efeitos principais para a variável vitamina C para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	74
FIGURA 33. Gráfico das interações da variável vitamina C para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	75
FIGURA 34. Superfície de resposta obtida para a variável vitamina C	76
FIGURA 35. Superfície de contorno para a variável vitamina C	77
FIGURA 36. Gráfico dos efeitos principais da variável índice de atividade antioxidante para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador	78
FIGURA 37. Gráfico das interações da variável índice de atividade antioxidante para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador ...	79
FIGURA 38. Superfície de resposta obtida para a variável índice de atividade antioxidante	80
FIGURA 39. Superfície de contorno para a variável índice de atividade antioxidante	81
FIGURA 40. Micrografias dos pós da polpa de noni filtrada, produzidos nas temperaturas de 132, 160 e 188°C, com vazão de ar do bico atomizador de 30 L.min ⁻¹	82
FIGURA 41. Micrografias dos pós da polpa de noni filtrada, obtidas com diferentes vazões de ar do bico atomizador (16, 30 e 44 L.min ⁻¹) e temperatura de entrada do ar de secagem de 160°C	84

LISTA DE TABELAS

TABELA 1. Composição centesimal, características químicas e físico-químicas do noni	7
TABELA 2. Condições dos testes de filtração da polpa de noni	28
TABELA 3. Condições dos testes de secagem com diferentes tipos e concentrações de agentes carreadores	30
TABELA 4. Temperatura de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador utilizados nos testes de secagem	31
TABELA 5. Níveis das variáveis independentes utilizados na secagem da polpa de noni filtrada	32
TABELA 6. Matriz do planejamento (DCCR) utilizado nos ensaios de secagem da polpa de noni filtrada	32
TABELA 7. Médias e Desvio Padrão das determinações da composição centesimal e características físico-químicas, físicas e químicas da polpa de noni integral	37
TABELA 8. Resultados e observações dos testes da filtração da polpa de noni	43
TABELA 9. Médias e desvio padrão das determinações físico-químicas da polpa de noni filtrada	44
TABELA 10. Resultados dos testes de secagem da polpa de noni filtrada, utilizando diferentes tipos e concentrações de agentes de carreadores.....	46
TABELA 11. Médias e desvio padrão das determinações físico-químicas dos pós da polpa de noni filtrada obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores	47
TABELA 12. Médias e Desvio Padrão das determinações físico-químicas dos pós da polpa de noni obtidos em diferentes temperaturas de entrada do ar e vazões de ar	51
TABELA 13. Médias e desvio padrão das determinações físico-químicas, físicas e antioxidante dos pós da polpa de noni filtrada	53
TABELA 14. Análise de variância para a variável teor de água	54
TABELA 15. Análise de variância para a variável atividade de água	58
TABELA 16. Análise de variância para a variável densidade aparente	62
TABELA 17. Análise de variância para a variável solubilidade	66
TABELA 18. Análise de variância para a variável higroscopicidade	70
TABELA 19. Análise de variância para a variável vitamina C	74
TABELA 20. Análise de variância para a variável IAA	78

LISTA DE ARQUIVOS DO APÊNDICE

FIGURA 1A. Curva analítica de ácido gálico obtida para determinação dos constituintes fenólicos	98
FIGURA 2A. Curva analítica de quercetina obtida para determinação dos flavonóides..	98
FIGURA 3A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni integral	99
FIGURA 4A. Croqui do sistema de filtração utilizado para filtrar a polpa de noni	99
FIGURA 5A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni filtrada	100
FIGURA 6A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio1)	100
FIGURA 7A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio2)	100
FIGURA 8A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio3)	101
FIGURA 9A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio4)	101
FIGURA 10A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio5)	101
FIGURA 11A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio6)	102
FIGURA 12A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio7)	102
FIGURA 13A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio8)	102
FIGURA 14A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio9)	103
FIGURA 15A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio10)	103
FIGURA 16A. Curva analítica de determinação da CE ₅₀ da polpa de noni em pó (Ensaio11)	103

RESUMO

SANTOS, A. F. **Otimização do processo de secagem por *spray drying* da polpa de noni (*Morinda citrifolia* Linn) filtrada.** Itapetinga, BA: UESB, 2019. 120p. Dissertação. (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos, Área de Concentração em Ciência de Alimentos).*

O noni tem despertado interesse devido ao seu potencial terapêutico, conferido pela presença de substâncias bioativas. Entretanto, o rápido avanço dos estádios de maturação do fruto pode levar à redução das propriedades funcionais e intensificar o forte odor típico da fruta, necessitando de intervenções tecnológicas que minimizem tais fatores. A desidratação por *spray drying* mostra-se promissora no controle destas características, sendo capaz de proporcionar maior estabilidade e possibilidades de consumo da fruta. Objetivou-se neste trabalho, elaborar os pós da polpa de noni filtrada e analisar o efeito da secagem por *spray drying* sobre as propriedades físico-químicas, físicas e antioxidantes das partículas, por meio da metodologia de superfície de resposta, a fim de identificar as condições ótimas do processo. Após a obtenção e caracterização da polpa de noni integral, foram realizados testes preliminares a fim de se estabelecer as melhores condições de diluição e filtração da polpa, tipo e concentração de agentes carreadores e, limites máximos e mínimos dos parâmetros operacionais do secador para o planejamento experimental da secagem. O estudo do processo de secagem da polpa filtrada foi realizado através de um fatorial 2^2 , em Delineamento Composto Central Rotacional e Metodologia de Superfície de Resposta, tendo como variáveis independentes a temperatura de entrada do ar de secagem (140 a 180°C) e vazão de ar do bico atomizador (20 a 40 L.m⁻¹) e, como variáveis dependentes, teor de água, atividade de água, densidade aparente, solubilidade, higroscopicidade, teor de vitamina C e índice de atividade antioxidante. Observou-se que tanto a temperatura quanto a vazão apresentaram efeito significativo ($p < 0,05$) sobre as respostas estudadas. A região ótima identificada para a secagem da polpa do noni filtrada corresponde à faixa de temperatura de entrada do ar de 160 a 173°C e vazão de ar do bico atomizador de 21,5 a 30 L.min⁻¹. Os pós obtidos apresentaram características promissoras, detonando potencial tecnológico e funcional de interesse para a indústria de alimentos.

Palavras-chave: filtração, atomização, DCCR, metodologia de superfície de resposta.

*Advisor: Dr. Modesto Antônio Chaves, UESB.

ABSTRACT

SANTOS, A. F. **Optimization of the drying process by spray drying of the filtered noni pulp (*Morinda citrifolia* Linn)**. Itapetinga, BA: UESB, 2019. 120p. Dissertation. (Master in Food Science and Engineering, Food Science Concentration Area).*

The noni has aroused interest due to its therapeutic potential, conferred by the presence of bioactive substances. However, the rapid advancement of fruit maturation stages may lead to reduced functional properties and intensify the strong fruit odor, necessitating technological interventions that minimize these factors. The spray drying dehydration shows promise in the control of these characteristics, being able to provide greater stability and fruit consumption possibilities. The objective of this work was to elaborate the powders of the filtered noni pulp and to analyze the effect of drying by spray drying on the physicochemical, physical and antioxidant properties of the particles, by means of the response surface methodology, in order to identify the process conditions. After obtaining and characterizing the whole noni pulp, preliminary tests were carried out in order to establish the best pulp dilution and filtration conditions, type and concentration of carrier agents, and maximum and minimum limits of the operating parameters of the dryer for the planning experimental study of drying. The study of the drying process of the filtered pulp was done through a factorial 2², in Rotational Central Compound Design and Response Surface Methodology, having as independent variables the inlet temperature of the drying air (140 to 180 °C) and flow (20 to 40 Lm⁻¹) and, as dependent variables, water content, water activity, apparent density, solubility, hygroscopicity, vitamin C content and antioxidant activity index. It was observed that both temperature and flow had a significant effect ($p < 0.05$) on the responses studied. The optimum region identified for the drying of the filtered noni pulp corresponds to the air inlet temperature range of 160 to 173 °C and the atomizer nozzle air flow of 21.5 to 30 L.min⁻¹. The obtained powders presented promising characteristics, denoting technological and functional potential of interest for the food industry.

Keywords: filtration, atomization, DCCR, surface response methodology.

*Advisor: Dr. Modesto Antônio Chaves, UESB.

I – REFERENCIAL TEÓRICO

1. INTRODUÇÃO

O noni (*Morinda citrifolia* Linn) é uma planta originária do sudeste asiático que se difundiu pela ilhas do Pacífico e, atualmente, possui distribuição pantropical. É considerado um alimento funcional, devido à presença de substâncias bioativas, responsáveis por diversos efeitos benéficos à saúde humana. O fruto é constituído em sua maioria por água e carboidratos e, em menor proporção, por proteínas, lipídeos e fibras. Possui aproximadamente 200 fitoquímicos, sendo os mais abundantes os constituintes fenólicos, ácidos orgânicos e alcalóides. (NELSON, 2006; ABOU ASSI *et al.*, 2017).

O consumo milenar do noni, desde os colonizadores polinésios, é associado à existência de propriedades terapêuticas como, atividade antioxidante, antitumoral, imunoestimulante, antiinflamatória, hipotensora, hipoglicemiante, hipolipemiante, analgésica, antifúngica, anti-helmíntica, dentre outras (SINGH *et al.*, 2015). De acordo com Chan-Blanco (2006) e Altaf, Khan e Ahmad (2019), tais propriedades são relacionadas aos fitoquímicos encontrados em diversas partes da planta, principalmente no fruto. No entanto, Abou Assi *et al.* (2015) e Barbosa *et al.* (2017), mostram que os dados disponíveis na literatura apresentam divergência em relação à composição química e propriedades funcionais, indicando a relevância de novos estudos com a espécie.

O fruto do noni apresenta um rápido avanço nos estádios de maturação, durante o período pós-colheita, responsável por alterações como, a perda da firmeza da fruta, o que pode ocasionar danos mecânicos mais facilmente. As injúrias causadas por danos mecânicos levam à redução da qualidade sensorial (alteração da cor e consistência) e nutricional (redução de compostos bioativos) devido à ação enzimática. Adicionalmente, a polpa da fruta madura apresenta odor butírico forte e rançoso, sendo este um fator limitante para o consumo (CHITARRA e CHITARRA, 2005; DANTAS *et al.*, 2018; LOPES, 2018). Estas características demonstram a necessidade do emprego de tecnologias que possam prolongar o uso da fruta, de maneira a manter suas propriedades nutricionais e funcionais, bem como atenuar fatores limitantes relacionados ao seu uso, facilitando a comercialização e o consumo da mesma.

Nesse sentido, as técnicas de desidratação constituem uma estratégia de conservação dos alimentos, que ao combinar transferência de calor e massa, reduzem o teor de água

presente no material, especialmente a água disponível para o crescimento microbiano, reações enzimáticas e outras reações de origem química e física, tornando-se um atrativo para a indústria de alimentos, por facilitar operações de transporte e armazenamento, além de aumentar a vida de prateleira do produto (FELLOWS, 2006; GAVA, SILVA e FRIAS, 2009).

Uma técnica de desidratação muito utilizada pela indústria de alimentos é a secagem por *spray drying*. Trata-se de um dispositivo usado para transformar líquidos ou pastas, em pó, a partir da aspensão do fluído em uma câmara com ar aquecido, resultando em partículas sólidas, sendo empregada, também, para encapsular pigmentos e compostos de aroma e sabor, por oferecer maior estabilidade e proteção ao produto (GHARASALLAOUI et al., 2007).

Apresenta vantagens em relação a outras técnicas de secagem, por proporcionar um custo relativamente menor, possibilidade de trabalhar em larga escala, alta reprodutibilidade e versatilidade, proporcionando o ajuste das condições operacionais do secador (OBON et al., 2009; VOS et al., 2010). Entretanto, a secagem de frutas por *spray drying*, requer, muitas vezes, etapas de preparo prévio como, extração da polpa ou suco, concentração, filtração e adição de agentes que auxiliam no processo de secagem e na obtenção de um pó com melhor qualidade (MURUGESAN e ORSAT, 2011).

Considerando que a secagem por *spray drying* pode representar uma tecnologia de uso potencial, capaz de reduzir perdas pós-colheitas do noni, aumentando a *shelf-life* desta fruta, bem como as possibilidades de comercialização e consumo, acredita-se que esta ferramenta possa ser uma alternativa viável para elaborar o pó da polpa de noni filtrada, com qualidade superior a outros métodos de secagem existentes.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1. Noni (*Morinda citrifolia* Linn)

2.1.1. Aspectos gerais

Cientificamente denominado *Morinda citrifolia* Linn, o noni, como é conhecido comercialmente, pertence à família *Rubiaceae*. É uma pequena árvore sempre verde, com altura entre 3 a 6 metros, folhas grandes, elípticas, de cor verde-escura. Possui flores pequenas, tubulares, de coloração branca e frutos ovais, com superfície ligeiramente enrugada e coloração variando de verde a um branco-amarelado translúcido, conforme estágio de maturação. Os frutos são polposos e com muitas sementes, medindo entre 3 a 10 cm de comprimento e 3 a 6 cm de largura, podem atingir o peso de 300g, apresentam odor forte e desagradável que aumenta conforme maturação, no período pós-colheita. Após seu cultivo, quando em condições favoráveis, a planta inicia produção em nove meses que se mantém perene (McCLATHEY, 2002; WANG, 2002; CHAN-BLANCO et al., 2006; NELSON, 2006).



Figura 1. Árvore do noni.
Fonte: Nelson (2006).



Figura 2. Fruto do noni.

Fonte: Pesquisa.

De acordo com Singh (2015), a *Morinda citrifolia* L. pertence ao domínio Eukarya, reino Plantae, filo Magnoliophyta, classe Magnoliopsida, ordem Rubiales, família Rubiaceae, gênero *Morinda* e espécie *Citrifolia*. Existem dois cultivares reconhecidos de *M. citrifolia*, o cultivar *M. citrifolia* do cultivar *citrifolia* e *M. citrifolia* do cultivar *bracteata* (PAWLUS e KINGROM, 2007).

Nativa do Sudeste asiático, a planta é encontrada nas regiões tropicais do planeta. Seu cultivo se expandiu para a Ásia Meridional e Ilhas banhadas pelo Pacífico, como a Austrália, Polinésia Francesa, inclusive Havaí e Taiti, região onde a planta é tipicamente cultivada, sendo comum também na Índia, Caribe, América Central e América do Sul. O consumo desse vegetal na Polinésia é milenar e era uma das plantas mais valorizadas pelos colonizadores do Havaí que a utilizavam para tratar enfermidades e como corante. Chegou ao Brasil, com um forte apelo comercial, devido aos benefícios na saúde humana associados à sua ingestão. Há relatos que a introdução dessa espécie no território brasileiro ocorreu de forma empírica, realizada por pessoas que trouxeram as sementes da planta, do Caribe e da Polinésia, as quais eram comercializadas principalmente pela internet. Atualmente pode ser encontrada principalmente nas regiões Centro-Oeste e Nordeste (WANG et al., 2002; NELSON, 2006; PALIOTO et al., 2015).

O noni possui outras denominações populares como: mulberry, nuna ou ach na Índia, mengkudu na Malásia, nhaut no Sudeste Asiático e cheese fruit no Caribe (ABOU ASSI et al., 2015).

2.1.2. Diferentes usos e comercialização

Seu uso tradicional pelos colonizadores polinésios, há aproximadamente 2 mil anos, se deve as suas propriedades farmacológicas como: atividade antioxidante, antifúngica, antiviral, antibacteriana, antitumoral, anti-helmíntica, analgésica, antiinflamatória, hipotensora e imunoestimulante (WANG et al, 2002).

Porém Abou Assi (2015) relata que não possuem estudos suficientes que comprovem tais propriedades e que o uso farmacológico da planta é embasado apenas por evidências baseadas em estudos *in vitro*, *in vivo* ou ensaios clínicos.

O cultivo comercial é praticado em alguns países da Polinésia a exemplo do Havaí e Taiti, local onde são produzidos a maior parte dos sucos comercializados mundialmente. As plantas comercializadas são cultivadas a partir das sementes.

Nos Estados Unidos, os derivados do fruto são comercializados desde a década de 90 e o início do século atual, 19 patentes já haviam sido registradas. Nesse mesmo período, o consumo do suco foi legalizado pelo Comitê Científico Europeu de Alimentos e vem se difundindo por todo o mundo (ABOU ASSI et al., 2015; BARBOSA et al., 2017).

No Havaí, o consumo do noni costuma ser realizado através do líquido obtido da decomposição dos frutos, porém outros produtos estão sendo desenvolvidos a fim de facilitar a comercialização, aumentar o consumo e prazo de validade. Os produtos são elaborados a partir de frutos maduros ou quase maduros, sem decomposição ou adição de água, e vão desde bebidas e extratos concentrados, na forma de pós liofilizados e encapsulados, além de preparações utilizando a casca do fruto. O fruto também é comercializado seco, através de operações agrícolas, pode ser posteriormente reidratado para extração do suco em fábricas distantes do local de colheita (CETOX, 2018).

No Brasil, o consumo do noni é recente e, portanto, ainda não liberado pela ANVISA, alegando não haver estudos suficientes que assegurem tal prática. Ainda assim, é possível encontrar o suco da fruta pura ou em mix de frutas, associada a suco de uva ou açaí, a fim de atenuar o sabor amargo da fruta (ANVISA, 2007; CETOX, 2018).

2.1.3. Características físico-químicas e composição química

As diferentes partes removidas de uma planta, assim como em todos os organismos vivos contem diferentes constituintes químicos, com uma variação considerável na

composição química. Um órgão vegetal metabolicamente ativo, muda sua composição química quase que constantemente. A velocidade e extensão com que essas mudanças ocorrem podem depender das condições de cultivo da planta, bem como do reservatório genético da célula e do ambiente pós-colheita (FENNEMA, 2010).

As reservas de tais constituintes no tecido vegetal que compõem as partes comestíveis são influenciadas por fatores genéticos, clima, iluminação, temperatura e poluentes no período pré-colheita, fatores relacionados ao cultivo da planta, como a disponibilidade de água e nutrientes no solo, estágio de maturação do órgão no momento da colheita, fatores ambientais pós-colheita, manipulação e a duração do período entre colheita e consumo, podem influenciar na composição química desses alimentos (FENNEMA, 2010).

As frutas são consideradas uma das principais fontes de nutrição humana, porém a variedade de seus constituintes bioquímicos são determinantes para a composição e qualidade destas (VERMA e JOSHI, 2000).

A composição química do noni pode variar não somente a depender da parte da planta, como também do país de origem e época de colheita, influenciando na determinação da sua composição físico-química. Assim, os dados existentes na literatura, relacionados à composição química do noni, não são bem estabelecidos, podem apresentar diferenças qualitativas e quantitativas (CHAN-BLANCO et al., 2006; PALIOTO et al., 2015).

A fruta possui 90% de água e a matéria seca parece ser constituída por sólidos solúveis, proteínas e fibras alimentares, além de quantidade significativa de carboidratos, como sacarose, frutose e glicose em proporções variáveis (CHAN-BLANCO, 2006; JENSEN, 2005). No suco do noni a composição proteica corresponde a aproximadamente 11,3%, sendo os principais: ácido aspártico, ácido glutâmico e isoleucina no que corresponde a matéria seca, enquanto os minerais representam 8,4%, constituído principalmente por potássio, cálcio, fósforo e traços de selênio. Dentre as vitaminas pode-se destacar como as mais abundantes o ácido ascórbico e o betacaroteno (NASCIMENTO, 2012; COSTA, 2011).

Um estudo realizado por Correia *et al.* (2011), ao avaliar as características químicas e físico-químicas da polpa do noni cultivado no Estado do Ceará, mostrou que a polpa da fruta possui alto teor de umidade e atividade de água, baixos teores de proteínas e lipídeos e quantidade significativa de carboidratos, além de elevado teor de compostos fenólicos e

vitamina C, essa última pode alcançar o dobro da quantidade encontrada na laranja. Os resultados obtidos nesse estudo podem ser observados na Tabela 1 abaixo:

Tabela 1. Composição centesimal, características químicas e físico-químicas do noni.

PARAMETROS	VALORES
Umidade (%)	91,91
Cinzas (%)	0,63
Lipídeos totais (%)	0,08
Proteínas (%)	1,06
Carboidratos totais (%)	6,32
Fibra bruta (%)	1,76
Vitamina C (mg/100g ⁻¹)	122,54
Fenólicos totais (mg de EAG/100g ⁻¹)	216,67
Sólidos solúveis totais (°Brix)	9,20
Acidez total titulável (g. 100g ⁻¹)	0,63
Atividade de água (aW)	0,93

EAG: Equivalente de Ácido Gálico.

Fonte: Adaptado de Correia et al. (2011).

2.1.3.1. Compostos bioativos

Os bioativos fitoquímicos, diferem de acordo com a parte da planta e podem estar na forma livre ou ligados a açúcares e proteínas, possuem diversas funções importantes na proteção e desenvolvimento da planta e ao serem consumidos, também proporcionam inúmeros benefícios à saúde humana (CHAN-BLANCO et al., 2006; LIU, 2007).

Em geral, os fitocompostos são conhecidos por apresentarem várias atividades biológicas, como efeitos antienvhecimento, antiinflamatório, antimicrobiano, auxiliam na prevenção e controle das doenças cardiovasculares, doenças metabólicas, câncer, além da proteção contra doenças neurodegenerativas (ALTAF, AHMAD KHAN e AHMAD, 2019; ORTEGA e CAMPOS, 2019).

Uma revisão realizada por Barbosa et al. (2017), mostra a existência de diferentes bioativos nas diversas partes da planta da *Morinda citrifolia* e em diferentes modos de preparo, sendo os principais:

- Folhas – foram identificados iridoides, flavonóide glicosilado e triterpeno;
- Frutas – flavonóides, antocianinas, carotenóides e vitamina C, além de antraquinonas, cumarinas e alcalóides;

- Raiz – Iridoides, antraquinonas, fitosterol, carotenoide, monoterpenos, polifenóis e cumarina;
- Polpa – iridoides e triterpenoides;
- Suco – Iridoides.

Kumar et al. (2014), avaliaram extratos da fruta de *Morinda citrifolia*, elaborados a partir de diferentes solventes (etanol, água e acetato de etila), quanto à sua atividade antioxidante, triagem fitoquímica e identificação de grupos funcionais por espectroscopia FTIR, observaram a presença diversos fotoquímicos, como flavonóides, taninos, saponinas, terpenóides, alcalóides e esteróides em todos os extratos, sendo que o maior teor de constituintes fenólicos, atividade antioxidante e, eliminação de radicais superóxido e hidroxil, foram identificados na fração acetato de etila. Além disso, os estudos espectrais mostraram a presença de vários grupos funcionais como polifenóis dos quais flavonóides, cumarinas, antraquinonas e constituintes fenólicos, confirmando a presenças de tais compostos, além da atividade antioxidante e eliminação de radicais livres nos extratos da fruta.

De acordo com Chan-Blanco et al. (2006), foram identificados 160 compostos bioativos na polpa, os principais micronutrientes foram compostos fenólicos, ácidos orgânicos e alcalóides. Porém, ainda não há uma informação concreta, se há relação entre o isolamento e identificação dos bioativos e o estágio de maturação do fruto (ABOU ASSI et al., 2017).

Lujan e colaboradores (2014), ao avaliarem o fruto da *M. citrifolia* cultivado em solo mexicano, durante diferentes estádios de maturação (1 – 4), observaram que os constituintes fitoquímicos, como ácido ascórbico, rutina e fenóis apresentaram altos teores, independente do grau de maturação do fruto. Entretanto, Satiro (2016), ao estudar os constituintes fitoquímicos do noni em diferentes estádios de maturação, encontrou cerca de 50% e 90% a mais de compostos fenólicos nos frutos pré-maduros e maduros.

2.2. Secagem de alimentos

2.2.1. Aspectos gerais

Desde tempos remotos a secagem é utilizada como um método de conservação dos alimentos, mas somente no século XVIII surgiram as primeiras secagens artificiais, tendo estreita relação com as guerras ocorridas no mundo, porém, apenas em meados do século XX foi adotada como tecnologia industrial (VAN ARSDEL; COPLEY, 1963; GREENSMITH, 1998).

Trata-se de um processo que combina transferência de calor e massa, resultando na redução do teor de água do alimento, e, principalmente, da água disponível para o crescimento microbiano, reações enzimáticas e outras reações de origem química e física. Pode ser classificada como secagem natural, realizada ao sol ou vento, e secagem artificial ou desidratação, que ocorre sob condições controladas (GAVA e SILVA; FRIAS, 2009; PARK, YADO e BROD, 2001).

Nesse sentido, a transferência de calor envolve três mecanismos: convecção, condução e radiação, enquanto que na transferência de massa estão presentes os processos de difusão e fluxo de líquido e vapor. A difusão de líquido depende do gradiente de concentração; a difusão de vapor do gradiente de pressão de vapor, causado pela diferença de temperatura, enquanto que os fluxos de líquido e de vapor são dependentes da diferença de pressão externa, concentração, capilaridade e temperatura elevada (PARK et al., 2007).

Durante a secagem ocorre a migração da água do interior do alimento para a superfície, evaporando para o ambiente. Tal movimentação das moléculas de água é decorrente da diferença de temperatura entre o ambiente aquecido e a superfície úmida do material, ocasionando a transferência de calor e massa. (MUJUMDAR, 1995; PARK, YADO e BROD, 2001).

A taxa de secagem é controlada tanto por fatores externos, como condições do processo e projeto do equipamento, quanto pelos internos, como as características físico-químicas do material. Ao iniciar a secagem de um alimento, há um rápido período de adaptação deste às condições de secagem e estabilização da temperatura em sua superfície. Em seguida o processo se intensifica e a taxa de secagem aumenta até níveis críticos, quando se tem o aumento da resistência interna do alimento, dificultando a saída da água remanescente e então a taxa de água que sai do alimento torna-se inferior àquela presente no ar de secagem, finalizando o processo (FELOWS, 2006; CELESTINO, 2010).

Dentre as diversas vantagens deste método de conservação dos alimentos, pode-se citar a redução do teor de água e atividade de água, contribuindo com a estabilidade do material e aumento do que se chama de *shelf-life*, ou vida de prateleira, concentração dos nutrientes, redução de perdas pós-colheita, permitindo o consumo do alimento fora do período sazonal, aumento das possibilidades de consumo e, ainda, redução do peso e volume, facilitando as operações de embalagem, transporte e armazenamento, o que contribui com

menor custo na cadeia produtiva (FELLOWS, 2006; GOULA e ADAMOPOULOS, 2010; VASCONCELOS e MELO FILHO, 2010).

Entretanto, os produtos secos podem apresentar alterações indesejáveis nas suas características, influenciando negativamente a qualidade sensorial (cor, textura e *flavor*) e nutricionais. As altas temperaturas, geralmente empregadas na desidratação, provocam alterações físicas e químicas na superfície do alimento, modificando as características sensoriais como a cor, devido à degradação de pigmentos presentes na superfície do alimento, e aroma provocado pela perda de componentes voláteis. Dentre as alterações nutricionais, as vitaminas são os nutrientes mais afetados, ocorrendo a redução parcial de alguns destes micronutrientes, especialmente da vitamina C (ORDÓÑEZ, 2005; VASCONCELOS e MELO FILHO, 2010).

2.2.2. Secagem por *spray drying*

Dentre as diversas técnicas de secagem disponíveis, o *spray drying* é uma das mais utilizadas pela indústria de alimentos para produzir pós secos e aglomerados. A secagem por atomização é um dos melhores métodos para transformar materiais fluídos em partículas sólidas e semissólidas, tendo em vista fatores relacionados aos custos operacionais, tempo de secagem, aspectos higiênicos e a qualidade do material produzido (CANO-CHAUCA et al., 2005; YOUSEFI, EMAM-DJOMEH e MOUSAVI, 2011).

Também conhecida por *spray drying* ou nebulização, a secagem por atomização teve início ainda no século 19, no ano de 1865, na primeira secagem de ovos por pulverização patenteada. Mas sua utilização na indústria de alimentos ocorreu somente na década de 1920, sendo o leite bovino um dos primeiros produtos a ser processado em larga escala. Os primeiros secadores por atomização, em escala industrial, surgiram em 1933 nos Estados Unidos. Nos dias atuais, sua aplicação é vasta, estendendo-se desde ramos industriais da química, mineração, tratamento de resíduos, farmacêutico e alimentos. O secador *spray dryer* é amplamente utilizado na desidratação de alimentos líquidos, como leite ou café solúvel, suco de fruta e alimentos pastosos (ROSA, TSUKADA e FREITAS, 2006; MOREIRA et al., 2007).

Segundo Vos et al. (2010) esse procedimento apresenta vantagens para os processos industriais, tais como: ser relativamente barato, equipamento de fácil aquisição, quando realizado de forma adequada, é altamente reprodutível, versátil e rápido, apresenta a

possibilidade de trabalhar com grandes quantidades, variando de gramas até toneladas. Para Obon et al., (2009), esse processo mostra-se vantajoso para a indústria de alimentos, pois é possível obter um produto final de boa qualidade e estável do ponto de vista microbiológico, devido ao baixo teor de água livre e peso reduzido, facilitando as atividades de armazenamento e transporte.

A secagem por *spray drying*, consiste na atomização de um fluído na forma de solução, emulsão ou suspensão, em direção a uma câmara por onde ocorre a dispersão das pequenas gotas do material que entram em contato com um gás aquecido, geralmente o ar, onde são transformadas em partículas sólidas (pó), direcionadas para o ciclone em que ocorre a separação partícula/ar e em seguidas coletadas. Esta operação é realizada em um único equipamento, conferindo agilidade no processo e segurança do produto obtido (GHARASALLAOUI et al., 2007; JYOTHI et al., 2010; SOUZA et al., 2014).

O processo de secagem por atomização ocorre em três etapas básicas:

1. Atomização: o líquido é bombeado através do bocal em direção à câmara de secagem, gerando o menor tamanho de gotas possível, a fim de aumentar a área superficial de contato com o ar de secagem;
2. Contato da gota com o ar de secagem: caracteriza-se pelo contato da gota com o ar quente, ocorrendo o aquecimento do líquido até alcançar a temperatura de bulbo úmido do ar de secagem, iniciando a desidratação;
3. Desidratação: Considerando que durante a desidratação a evaporação da água presente na gota, é realizada a uma temperatura e pressão de vapor parcial da água constantes, a taxa de difusão da água presente no interior da gota até a superfície, é considerada constante e igual a taxa de evaporação na superfície. A finalização desta fase se dá quando o teor de água da gota alcança um nível crítico, ocorrendo a formação de uma crosta resistente na superfície do material. O processo torna-se dependente da difusão da água através desta crosta e a taxa de transferência de calor torna-se maior que a transferência de massa, ocorrendo a elevação da temperatura da gota até o equilíbrio com o ar;
4. Recuperação do pó: a partícula é direcionada para o ciclone, sendo coletada em seguida.

Esta última fase é caracterizada pela separação das partículas e do ar através de um ciclone e recuperação do material. A depender da flexibilidade e da permeabilidade da crosta formada na superfície do material, no final da desidratação, é possível obter diversos materiais

secos, desde esferas intactas, ou com superfície apresentando deformações ou fragmentada, sólidas ou ocas (MASTER, 1985; GHARASALLAOUI et al., 2007; PATEL et al., 2009).

De acordo com Dziezak (1988), o período em que ocorre a evaporação da água é muito pequeno, devido a alta relação área de superfície/volume das gotículas. Assim, o tempo de exposição das partículas ao calor é curto, e, portanto, a temperatura interna da gota não ultrapassa 100°C, possibilitando a secagem de materiais termo-sensíveis, sem afetar drasticamente suas propriedades. Outra vantagem é que o reduzido tamanho da partícula formada na atomização proporciona uma elevada solubilidade do pó.

Neste processo, o fluxo de entrada do líquido é pulverizado a partir de um bocal na câmara, entrando em contato com uma corrente de vapor quente. O bocal é responsável pela formação das gotas, que devem ser tão pequenas quanto possível, a fim de maximizar a transferência de calor e a taxa de vaporização da água. Os secadores *spray drying* são muito usados por serem superiores a muitos outros métodos de secagem, pois transformam um líquido ou pasta em partículas secas na forma de pó, em um único passo, o que pode ser vantajoso do ponto de vista econômico para a indústria (MURUGESAN e ORSAT, 2011).

O tamanho do bocal depende do tamanho do equipamento, sendo que atomizadores de menor porte usa bocais menores, enquanto atomizadores de escala industrial necessitam de um bocal maior. O tamanho da gota varia entre 20 µm a 180 µm a depender do bocal. O objetivo desta etapa é maximizar a superfície para transferência de calor entre o ar seco e o líquido, a fim de otimizar as transferências de calor e massa. A escolha da configuração do atomizador depende da natureza e da viscosidade da alimentação e das características desejadas do produto seco (MASTER, 1986; PATEL et al., 2009).

Um dos fatores de maior relevância no processo de secagem por *spray* é o tamanho de gota obtido na atomização. A atomização é realizada através da dispersão de gotículas do material dentro da câmara de secagem na forma de *spray*. Nesse processo, 1 m³ de líquido resulta em aproximadamente 2×10^{12} partículas uniformes com diâmetro 100 µm, equivalente a uma área superficial de 60.000 m² (MASTERS, 1979). De acordo com o tamanho, as cápsulas podem ser classificadas em nano (< 0,2 µm), micro (0,2 a 500 µm), ou macropartículas (> 500 µm) (RÉ, 1998).

O aumento da área superficial da gota a ser atomizada é possível a partir do incremento da velocidade de secagem. A atomização é resultante da energia aplicada sobre o

líquido até o seu rompimento e desintegração criando um *spray* de gotículas. Existem diferentes técnicas de atomização classificadas a partir de diversas formas de energia aplicadas sobre o líquido, sendo mais comumente encontradas as seguintes: estas são classificadas de acordo com os tipos de atomizadores, os mais comumente encontrados são: bicos de pressão, duplo fluido e atomizador centrífugo (KAJIYAMA e PARK, 2011).

No atomizador de pressão, o alimento é bombeado para o bico a altas pressões (100 a 600 kgf/cm²), sendo obrigado a passar por um orifício de diâmetro muito pequeno, o que gera energia para a formação das gotas. Já no bico pneumático ou duplo fluido, o líquido é rompido pela força gerada a partir da diferença de velocidade entre ele e outro fluido, geralmente o ar. Enquanto que, no bico centrífugo ou disco rotativo, a pulverização do material ocorre através de um disco que gira na extremidade de um eixo, onde é injetado o líquido, o disco é acelerado radialmente pulverizando o material na câmara de secagem (FILKOVÁ e MUJUMDAR, 1987; BROADHEAD; ROSA, TSUKADA e FREITAS, 2006; OLIVEIRA e PETROVICK, 2010).

A entrada do fluxo de ar aquecido na câmara do secador varia a depender da configuração do equipamento. Assim, a gota pode entrar em contato com o ar da seguinte forma: fluxo concorrente em que o ar e a gota se movem na mesma direção, fluxo contracorrente, o ar e a partícula se movimentam em direções opostas, e fluxo misto, a gota é submetida a ambos os fluxos do ar, concorrente e contracorrente (LIU, 2015). Na Figura 3 está apresentado um esquema ilustrativo do funcionamento do *spray dryer* com atomizador tipo duplo-fluído ou pneumático.

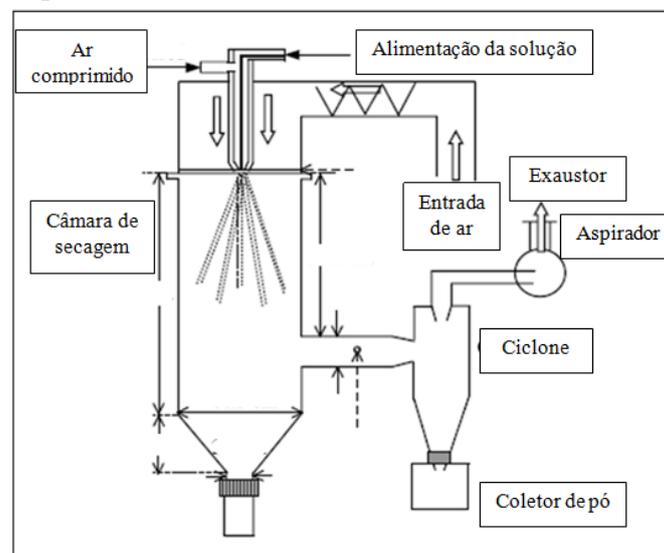


Figura 3. Esquema de funcionamento do *spray dryer* tipo bico duplo-fluído.
Fonte: Adaptado de Goula e Adamopoulos (2003).

2.2.2.1. Condições do processo de secagem por *spray drying*

A qualidade do pó resultante pode ser controlada pelas condições do processo. Devido à alta flexibilidade operacional, a secagem por pulverização oferece um controle muito preciso sobre as propriedades das partículas de pó, tais como estabilidade físico-química, solubilidade, morfologia e fluidez (AMERI e MAA, 2006).

As variáveis operacionais do equipamento têm sido amplamente estudadas durante a secagem por atomização. Essas variáveis incluem razão aditivo de secagem/núcleo, tipo de aditivo utilizado, teor de sólidos do líquido a ser seco, taxa de alimentação da emulsão, solução ou dispersão, temperaturas de entrada e de saída do ar de secagem, vazão do ar de secagem, vazão de ar do bocal de pulverização, pressão de ar comprimido ou velocidade de atomização, diâmetro do bico de pulverização, taxa de aspiração, umidades de entrada e de saída do ar de secagem, dentre outras. (OLIVEIRA e PETROVICK, 2010; YOUSEFI et al., 2011).

Um dos principais fatores que podem afetar as propriedades do pó, são os aditivos de secagem ou agentes carreadores, esses exercem influência sobre o rendimento, teor de umidade, atividade de água, viscosidade, higroscopicidade do pó e retenção de bioativos presentes no núcleo.

Santana et al., (2014), ao estudarem efeito da concentração de agente de secagem (15 - 30%) sobre o rendimento da polpa de pequi, observaram que a concentração de maltodextrina exerceu efeito negativo sobre o rendimento do pó, devido à maior viscosidade da gota, reduzindo a taxa de secagem.

Goula e Adamopoulos (2010), observaram maior teor de umidade e atividade de água do suco de laranja em pó, elaborado com elevadas concentrações de agente carreador. Os autores atribuíram esse resultado à formação prévia de uma crosta rígida impedindo a difusão da água, o que resultou em pós mais úmidos.

Já Jittanit et al., (2010), notaram redução do teor de umidade do suco de abacaxi em pó, após aumentarem a concentração de maltodextrina no suco. Para Sheresta et al., (2007), a maltodextrina tem a capacidade de bloquear o efeito dos açúcares presentes no suco de fruta em pó, reduzindo sua higroscopicidade, ou seja, a capacidade de absorver a umidade do ambiente.

Ao avaliarem a influência das condições de secagem sobre as propriedades químicas e nutricionais da bebida de abacate em pó, produzida por *spray drying*, Dantas e colaboradores (2018), observaram que as formulações com maior concentração de agente carreador (23% de maltodextrina), preservou o teor de proteínas, ácido ascórbico e compostos fenólicos em todas as condições de secagem utilizadas. Os autores explicam que maiores concentrações de agente carreador, proporcionam uma distancia maior entre a superfície da gota formada e do núcleo, onde estão localizados tais compostos, reduzindo a exposição destes à temperatura de secagem.

A vazão de ar comprimido no bico atomizador, a pressão do ar comprimido ou a velocidade de atomização, são parâmetros dos diferentes tipos de atomizador que influenciam o tamanho da gota gerada na atomização e que tem grande relevância na qualidade do pó. De acordo com Masters (1985), um aumento da energia disponível para a atomização, seja aumento do fluxo de ar com uma vazão de líquido constante nos bicos pneumáticos, aumento da pressão do bico atomizador nos atomizadores de pressão, ou aumento da velocidade do disco de atomização, é suficiente para reduzir o tamanho da partícula, minimizando os efeitos de altas concentrações de sólidos e viscosidade do material que podem reduzir a taxa de secagem. (MASTERS, 1985; CROSBY e MARSHALL, 1958). Dessa forma, é possível verificar que as alterações no padrão de atomização (vazão de ar no bico atomizador, pressão de ar no bocal ou velocidade de rotação do disco) levam a variações no tamanho da gota influenciando nas propriedades do pó.

Kajiyama e Park (2010), ao estudarem a influencia do tamanho da partícula sobre a umidade de materiais secos por atomização, concluíram que gotas maiores levam ao aumento do teor de umidade dos pós por reduzir a área superficial de contato do líquido com o ar de secagem, conseqüentemente, reduzindo a taxa de secagem. Isso exige um aumento no tempo de permanência do líquido dentro da câmara, o que pode causar a degradação de substâncias ativas termolábeis.

Fazaeli et al., (2012), ao secar polpa de amora-preta, observou que o teor mínimo de umidade no pó, foi produzido utilizando o valor máximo da vazão de ar comprimido (800 L/h). Chaul et al. (2017), observaram que o aumento na vazão de ar no bico atomizador é inversamente proporcional aos teores de umidade e atividade de água, melhorando os padrões de estabilidade do pó, e diretamente proporcional à de solubilidade, pois uma área superficial

maior leva a uma melhor interação da partícula com o soluto ao seu redor durante a dissolução do pó.

Os dados disponíveis sobre o efeito da velocidade de atomização sobre a densidade aparente do pó são controversos, pois Knipschildt (1986) e Chegini e Gobadian (2005), referem que o aumento da velocidade do atomizador leva a um aumento da densidade aparente do pó, já para Greenwald e King (1981), o aumento na velocidade de atomização conduz a uma redução na densidade aparente, devido ao maior espalhamento da gota em uma superfície resultando em uma gota menor. Este último concorda com os achados por Goula e Adamopoulos (2004).

A taxa de alimentação do líquido influencia o teor de umidade, densidade e rendimento do processo. Tonon et al. (2008), observou maior teor de água, menor rendimento do processo e maior deposição do material seco na câmara de secagem, ao secar suco de açaí. Os autores atribuíram esse comportamento ao fato que ao aumentar a vazão de líquido dentro da câmara, há um menor tempo de contato deste com o ar quente, reduzindo as transferências de calor e massa, além de observarem também, um maior gotejamento do produto dentro da câmara, resultando em menor recuperação do pó.

Esse efeito foi observado também por Toneli et al. (2006). No entanto, Chaul et al., (2017), diz que o aumento da taxa de alimentação do extrato de alecrim, pareceu ser vantajoso, pois uma gota maior foi formada, contribuindo para o aumento da densidade e consequentemente, da recuperação do pó, já que há uma menor perda de partículas finas que ficam suspensas no ar após a separação do produto, confirmando a necessidade de ajuste das condições do equipamento de acordo com as características do material a ser seco.

A temperatura do ar de entrada exerce grande influência sobre as propriedades do pó, como teor de água, densidade, tamanho de partícula, higroscopicidade e morfologia. Souza et al. (2009), ao estudarem o efeito das condições de secagem sobre as propriedades físicas da polpa de tomate, observaram que o aumento da temperatura influenciou na redução de umidade dos pós, devido o aumento da taxa de secagem, corroborando com os dados obtidos por Goula e Adamopoulos (2010), os quais indicam que o aumento da temperatura do ar de entrada levou a uma redução na densidade do suco de laranja concentrado. Os autores referem que tal redução pode ser explicada pelo aumento da taxa de secagem, uma vez que as taxas de

evaporação são mais rápidas resultando em partículas com uma estrutura mais porosa ou fragmentada.

Daza et al. (2016), estudando o efeito das condições de secagem sobre propriedades físicas dos extratos da fruta de cagaita em pó, notaram que os extratos secos utilizando a goma arábica como agente carreador, a elevação da temperatura de secagem foi o fator que mais influenciou na redução do teor de umidade e atividade de água, e no aumento da higroscopicidade do pó. Os autores explicam que altas temperaturas de secagem podem levar a formação de partículas menores, aumentando a área de exposição à temperatura de secagem, levando a redução nos teores de água do pó. O comportamento mais higroscópico, pode ser explicado devido ao fato de que a capacidade de adsorver a umidade ambiente está relacionada ao gradiente de concentração de água entre o produto e o ar do ambiente (TONON et al., 2008).

Esses dados confirmam a influencia exercida pelas condições de secagem sobre as propriedades do alimento seco e alertam para a necessidade de ajuste desses parâmetros de acordo com a característica de cada alimento a ser submetido ao processo de secagem.

2.2.3. Agentes carreadores

A secagem de alguns alimentos como frutas e suco de frutas muitas vezes se torna difícil, origina pós com características que indicam uma baixa qualidade do produto. Isso geralmente ocorre devido a baixa temperatura de transição vítrea (T_g) desses alimentos, decorrente da presença de constituintes de baixo peso molecular, como açúcares e ácidos orgânicos. A T_g é a temperatura em que a fase amorfa de um polímero se transforma em um material com aspecto gomoso com aspecto de borracha, ou vítreo (BHANDARI et al., 2010; JITTANIT et al., 2010).

Durante a secagem por atomização, devido ao pouco tempo em que os solutos com baixo peso molecular ficam expostos às condições de secagem, tornam-se substâncias amorfas, podendo sofrer alterações nas suas propriedades físicas resultando em um pó altamente pegajoso, com a possibilidade de aderência às paredes da câmara do secador, o que leva a um baixo rendimento do produto, além de alta higroscopicidade, alta solubilidade (ROOS e KAREL, 1991; JAYA e DAS, 2009; TONON et al., 2009).

A adição de alguns agentes carreadores a esses alimentos, antes da secagem, pode auxiliar no aumento da T_g , solucionando estes problemas, sendo possível obter pós de alta

qualidade. Muitos polímeros vêm sendo utilizados neste sentido, além de serem empregados também para a encapsulação de compostos sensíveis às condições do ambiente, ou afim de atenuar sabores e aromas, reduzir a volatilidade e reatividade dos compostos presentes no núcleo, valorizando o produto comercialmente (JITTANIT et al., 2010).

Uma grande diversidade de polímeros naturais e sintéticos são usados como agentes carreadores, desde os mais simples aos de estruturas mais complexas. Dentre estes estão os carboidratos (amidos, maltodextrinas, ciclodextrinas, dextranas, celulose e derivados), gomas (arábica, ágar e carragena), lipídeos (ceras, parafina e diglicerídeos) e proteínas (proteínas do trigo, caseínas do leite, gelatinas, albuminas, hemoglobinas e peptídeos). Para seleção do agente carreador mais adequado, visando obter um produto final de qualidade, é essencial conhecer as características do material que se deseja secar. Isto, porque a estabilidade do núcleo depende da matriz do agente carreador, condições de processamento e suas correspondentes interações (BRENNAN; HERRERA e JOWITT, 1971; SHAHIDI; HAN, 1993; DRUSCH e MANNINO, 2009).

Os aditivos mais comumente utilizados na secagem de produtos de frutas são a maltodextrina e goma arábica, porém a substituição da goma arábica tem sido incentivada, devido ao alto custo e disponibilidade. Muitas vezes, pelo fato de um mesmo composto não englobar todas as propriedades necessárias à produção de um pó com maior qualidade, usam-se misturas destes agentes, sendo possível combinar diferentes tipos, como proteínas e polissacarídeos (SHAHIDI e HAN, 1993). A combinação de agentes carreadores mostra resultados positivos na proteção contra perdas térmicas e oxidativas de antocianinas, ácido ascórbico e compostos fenólicos totais, além de redução no teor de umidade e higroscopicidade e aumento da Tg, densidade aparente e solubilidade (DANTAS et al., 2018).

Dentre os agentes carreadores mais utilizados, destaca-se a maltodextrina e a gelatina, temática a ser trabalhada nos pontos posteriores.

2.2.3.1. Maltodextrina

Um dos agentes carreadores mais utilizados na indústria de alimentos, empregada principalmente para a secagem de sucos de fruta é a maltodextrina. Esta é oriunda da hidrólise ácida ou enzimática do amido e são classificadas pelo equivalente de dextrose (DE), pelo qual é possível identificar o nível de hidrólise do amido. São classificadas como maltodextrinas, os amidos com grau de DE correspondentes a no máximo 20 (20DE), os compostos que

apresentam DE maior que 20, são classificados como xarope de glicose seco (CANO-CHAUCA et al., 2005; TONTUL e TOPUZ, 2017).

O grau de DE é inversamente proporcional ao seu peso molecular médio, assim como, a temperatura de transição vítrea (T_g) é dependente do grau de DE, variando entre 100 a 243°C. Tais propriedades são capazes de influenciar nas características do produto final (pó), como higroscopicidade, solubilidade, viscosidade, potencial antioxidante, retenção de voláteis e bioativos, dentre outros. As maltodextrinas que apresentam menor DE e, portanto, maior peso molecular, possuem alta T_g , baixa viscosidade e boa solubilidade (GOULA e ADAMOPOULOS, 2008).

A maltodextrina é um polímero inodoro, de sabor suave, cor clara, pertencente à classe dos carboidratos. Sua fórmula química é $[(C_6H_{12}O_5)_n H_2O]$ e consiste em cadeias de D-glicose ligadas entre si por ligações glicosídicas do tipo α -1,4 conforme Figura 4 (SHAHIDI; HAN, 1993; GHARSALLAOUI et al., 2007; TONON et al., 2009).

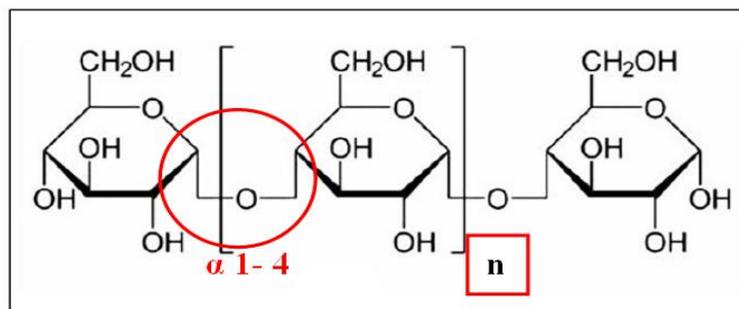


Figura 4. Representação da estrutura química da maltodextrina.

Fonte: Adaptado de Kennedy; Knill e Taylor (1995).

São amplamente utilizadas visto que apresentam desempenho satisfatório, baixo custo, além de serem altamente solúveis em água, contribuindo para a redução significativa da viscosidade do líquido atomizado, resultando em um melhor padrão de atomização e secagem (VLADIĆ et al., 2016).

De acordo com Dantas et al. (2018), a maltodextrina leva a uma melhor distribuição das moléculas presentes no líquido a ser seco, melhora a fluidez e facilita a atomização do fluido. Além de aumentar a temperatura de transição vítrea e, conseqüentemente, aumentam o rendimento do produto.

Para Zang et al. (2010), a adição de maltodextrina aumenta o teor de sólidos e reduz a viscosidade, facilitando a difusão da água e, obtenção de pós com menor teor de água e

atividade de água. Maiores concentrações deste polímero são responsáveis por reduzirem o tamanho da partícula, elevarem a taxa de secagem, além de oferecerem alta proteção aos bioativos, devido seu efeito protetor contra a temperatura do ar de secagem. No entanto, maltodextrinas de maior DE podem resultar em maior teor de umidade, o que possivelmente ocorre devido a presença de um elevado número de grupos hidrofílicos na sua molécula, ligando-se facilmente a água do ambiente durante a manipulação, após passar por processo de secagem por atomização. Além disso, apresentam alta viscosidade, pois acarretam baixa elevação da Tg resultando em aumento da densidade aparente (GOULA e ADAMOPOULOS, 2008; TONON et al., 2009).

2.2.3.2. Gelatina

A gelatina é um dos biopolímeros mais utilizados na indústria de alimentos, farmacêutica e fotográfica, apresenta propriedades funcionais e tecnológicas ímpares. No setor alimentício, a popularidade da gelatina se deve a suas propriedades gelificante, emulsificante e estabilizante, conferindo mastigabilidade, textura e estabilização de espumas, e cremosidade aos alimentos com reduzido teor de gordura, dentre outras. No setor farmacêutico, é empregada principalmente como encapsulante, matriz para princípios ativos e estabilizante em vacinas e na cicatrização de feridas (KARIM E BHAT, 2009).

Sua preferência pela indústria para a formação de micropartículas se deve as propriedades de formação de gel, biocompatibilidade e biodegradabilidade total em ambientes fisiológicos. Além disso, a gelatina é um polímero atóxico, com boa estabilidade durante o período de armazenamento, apresenta relação custo benefício vantajosa para a indústria, além da facilidade no preparo (YAO et al., 2004; KUIJPERS et al., 2000).

Por ser um alimento hipocalórico, é recomendada como ingrediente alimentício a fim de aumentar a ingestão proteica, principalmente para o público de academia e atletas, em alimentos destinados ao aumento de massa magra. Além disso, a gelatina é também usada em formulações especiais, com redução de carboidratos ou gorduras, indicadas para pacientes diabéticos ou portadores de outras alterações cardiometabólicas (KARIM e BHAT, 2009).

A gelatina é originada a partir da hidrólise do colágeno, da proteína fibrosa da pele, ossos e tecido conjuntivo de animais. A hidrólise parcial do colágeno que dá origem à gelatina é também conhecida como condicionamento. Ao passar por este processo, o colágeno nativo do material animal, cru, é tratado com ácido (gelatina tipo A) ou álcali (gelatina tipo B),

ocorre a clivagem parcial das ligações cruzadas que reforçam e estabilizam as cadeias laterais da proteína, com redução da massa molar, até a solubilização do colágeno em água quente, dando origem a gelatina. A depender do processo de hidrólise, a gelatina apresenta múltiplos fragmentos, que dão origem a uma mistura com diversas massas molares e diferentes proporções dos aminoácidos, como resultado do processo de fabricação e do material do qual teve origem (boi, peixe ou porco) (SCHRIEBER e GAREIS, 2007; KARIM e BHAT, 2009; YANNAS, 1972). A Figura 5 ilustra a estrutura química da gelatina.

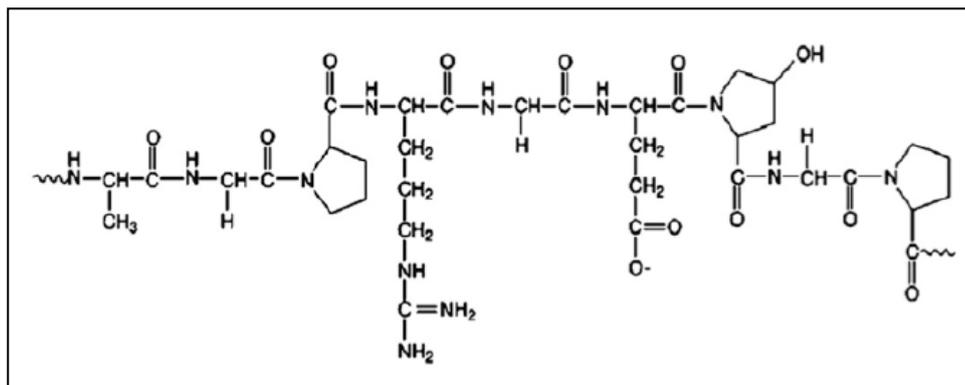


Figura 5. Estrutura química da gelatina.

Fonte: Kommareddy (2005).

Por conta da presença de múltiplos grupos funcionais nas sequências primárias dos polipeptídios e sua natureza elétrica, a gelatina tem a possibilidade de criar inúmeras interações com os compostos bioativos. Tal propriedade, fornece a capacidade de formar matriz estável, protegendo o núcleo da degradação do meio e proporcionando uma liberação controlada. Esse fator despertou a atenção tanto do público de academia, quanto da indústria de alimentos, devido a capacidade de transportar substâncias bioativas de uma ampla variedade de alimentos (CHEN et al., 2006).

O uso de gelatina como agente carreador tende a reduzir a higroscopicidade dos pós, possivelmente devido a presença das cadeias laterais hidrofóbicas da gelatina, impedindo a ligação da água. Do ponto de vista da estabilidade do produto, essa característica pode não ser bem vista, já que em altas concentrações, ao ser submetida a elevadas temperaturas no processo de secagem, pode formar uma crosta rígida ao redor da gotícula, dificultando a difusão da água presente no núcleo das partículas até a superfície, dando origem a um pó com maior teor de umidade e atividade de água, em relação àqueles com adição de carboidratos. Essa característica pode representar também, menor solubilidade quando comparado ao poder de dissolução dos carboidratos e gomas (KONG et al, 2011; TONTUL e TOPUZ, 2017).

II – OBJETIVOS

1. Objetivo geral

- ✓ Elaborar os pós da polpa de noni filtrada e analisar o efeito da secagem por *spray drying* sobre as propriedades físico-químicas, físicas e antioxidantes das partículas, por meio da metodologia de superfície de resposta, a fim de identificar as condições ótimas do processo.

2. Objetivos específicos

- ✓ Obter a polpa de noni integral;
- ✓ Caracterizar a polpa de noni integral quanto aos parâmetros físico-químicos, físicos e antioxidantes;
- ✓ Realizar testes preliminares para definir as melhores condições de diluição e filtração da polpa;
- ✓ Caracterizar a polpa filtrada quanto aos parâmetros físico-químicos, físicos, e antioxidantes;
- ✓ Realizar testes preliminares para definir o melhor tipo e concentração dos agentes carreadores;
- ✓ Caracterizar polpa filtrada quanto aos parâmetros físico-químicos, físicos e antioxidantes;
- ✓ Realizar testes preliminares visando definir os limites de temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar no bico atomizador para elaboração do Planejamento Experimental;
- ✓ Caracterizar as amostras dos pós por parâmetros físico-químicos;
- ✓ Elaborar Planejamento Experimental através do Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR);
- ✓ Realizar ensaios conforme Planejamento Experimental (DCCR);
- ✓ Caracterizar os pós da polpa de noni, obtidos através dos ensaios do Planejamento Experimental, quanto aos parâmetros físico-químicos, físicos e antioxidantes;
- ✓ Realizar análise dos dados do experimento através da metodologia de superfície de resposta e identificar as condições ótimas das variáveis operacionais estudadas.

III – MATERIAL E MÉTODOS

Os estudos foram conduzidos no Laboratório de Propriedades Físicas dos Alimentos, do Centro de Desenvolvimento de Difusão de Tecnologias (CEDETEC), com ressalva para a extração da polpa, realizada no Laboratório de Tecnologia de Produtos de Origem Vegetal (LTPOV) e, as determinações químicas realizadas no Laboratório de Pesquisa de Produtos Naturais (LAPRON), localizados na Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Itapetinga, Bahia, no período de agosto de 2017 a janeiro de 2019.

A realização da pesquisa experimental se deu inicialmente a partir da obtenção e caracterização da polpa de noni integral, seguida de testes preliminares a fim de fixar as melhores condições de diluição e filtração da polpa, o tipo e concentração de agentes carreadores utilizados, além dos ensaios preliminares realizados em diferentes condições operacionais do secador, visando definir os limites máximos e mínimos dos fatores estudados no processo de secagem por *spray drying*, da polpa de noni filtrada, em Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR), conforme detalhado nos itens seguintes.

1. Aquisição e pré-preparo da amostra

Os frutos de noni (*Morinda citrifolia* Linn) foram adquiridos em propriedades rurais do município de Maiquinique – BA. Como agente carreador utilizou-se maltodextrina comercial 20DE, New Millen (Cajamar – SP, Brasil) e gelatina comestível natural, ambos adquiridos no comércio de Itapetinga - BA.

A seleção dos frutos foi realizada conforme estágio de maturação ideal para seu processamento, identificado pela aparência da cor da casca, branco-amarelada translúcida, e textura macia. Estes foram lavados em água corrente para retirada das sujidades, higienizados e imersos em solução clorada na concentração de 100 mg de cloro ativo por litro de água, durante 15 minutos, com posterior enxágue. Em seguida, foram despulpados em despulpadeira bonina modelo 0.25 df, ITAMETAL (Itabuna – BA, Brasil), equipada com peneira de 0,4 mm. A polpa foi acondicionada em sacos de polietileno de baixa densidade e congelada em freezer horizontal à $-18^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, para posterior utilização.

Na ocasião dos procedimentos experimentais, a polpa foi submetida ao degelo programado por um período de 12 horas, em refrigerador, com temperatura programada para a $2^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

2. Caracterização da polpa do noni integral

2.1. Caracterização físico-química

2.1.1. Determinação do teor de água (TA)

O teor de água foi determinado pelo método gravimétrico em estufa MD 1.1, Medicate (Itu – SP, Brasil), a 105°C até peso constante e os resultados foram expressos em $\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$, conforme a metodologia descrita pela AOAC (2016).

2.1.2. Determinação da atividade de água (Aw)

A atividade de água foi determinada pelo método “chilling mirror” usando medidor digital AQUALAB-4TE (Pullman – WI, EUA), com sensibilidade de 0,001 à temperatura de 25°C ($\pm 0,2^\circ\text{C}$), conforme especificações do fabricante.

2.1.3. Determinação de sólidos solúveis totais (SST)

Determinou-se através da análise por refratometria, utilizando o Refratômetro de bancada, DAS, E-Scan, Electron Machine (Umatilla – OR, EUA), com escala graduada em °Brix.

2.1.4. Determinação da acidez titulável (AT)

Pesou-se em torno de 5 g da amostra, em seguida, essa foi diluída com 50 mL de água destilada e adicionadas 3 gotas de solução de fenolftaleína a 1%. A titulação foi realizada contra uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M, FC= 1,0025, sob agitação constante, até coloração rósea persistente por 30 segundos. Os resultados foram expressos em g de ácido cítrico. 100g^{-1} da polpa de noni integral (AOAC, 2016).

2.1.5. Determinação do potencial hidrogeniônico (pH)

A medida do pH foi realizada por potenciometria, utilizando-se entre 50 e 100 g de amostra. A leitura foi realizada utilizando pHmetro digital Dm-23, Digimed (São Paulo – SP, Brasil), através de leitura direta (AOAC, 2016).

2.1.6. Determinação do teor de vitamina C (Vit. C)

A vitamina C foi determinada por titulação, usando iodato de potássio. Aproximadamente 5 g da amostra, foram transferidos para um erlenmeyer, diluída em 50 mL de água destilada, 10 mL de ácido sulfúrico, 1 mL de iodeto de potássio 10% (m.v⁻¹) e 1 mL de solução de amido e titulada em seguida com iodato de potássio até coloração azul persistente, conforme a metodologia descrita pelo AOAC (2016), com adaptações. Os resultados foram expressos em g de ácido ascórbico por 100 g de polpa de fruta ($\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$).

2.1.7. Determinação de proteínas totais (PT)

Foi determinada usando o método de Kjeldahl, baseado no teor de nitrogênio dos alimentos, usando como fator de conversão para proteína vegetal 5,75, a fim de se obter o valor da proteína bruta, de acordo com a metodologia descrita pela AOAC (2016). Os resultados foram expressos em $\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ de polpa.

2.1.8. Determinação de lipídeos totais (LT)

Foi obtido por extração direta em Soxhlet, com éter de petróleo. A determinação do teor de lipídeos foi realizada por diferença do peso do balão, conforme a metodologia descrita pela AOAC (2016) e os resultados foram expressos em g de lipídeos por g de polpa noni ($\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$).

2.1.9. Determinação de cinzas (C)

A determinação de cinzas foi realizada por gravimetria, procedendo com calcinação da amostra em murfla a 550°C , por período entre 3 a 5 horas, de acordo com método descrito pela AOAC (2016) e os resultados expressos em $\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ de polpa de noni.

2.1.10. Determinação de fibra bruta (FB)

A determinação de fibra bruta foi realizada conforme a metodologia descrita pela AOAC (2016) e os resultados foram expressos em $\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ de polpa de noni.

2.2. Caracterização física

2.2.1. Análise da cor

A medida da cor foi realizada através de análise direta em colorímetro Color Quest XE, Hunter Lab (Reston – VA, USA), conectado a um computador com software Easy Match QC, equipado com iluminante D65/8°, com especular. A cor foi determinada utilizando as coordenadas representativas das cores de acordo com o sistema Hunter Lab, assim distribuídas:

- L^* que varia do preto (0) ao branco (100) representa luminosidade, ou seja, a capacidade de refletir a luz incidida;
- a^* varia do vermelho (+100) ao verde (-80); e
- b^* variando do azul (-70) ao amarelo (+70).

2.3. Caracterização química

2.3.1. Preparo dos extratos metanólicos

Os extratos foram preparados de acordo com a metodologia de Samavardhana et al. (2015), com adaptações. A extração foi realizada a partir de três extrações sucessivas do pó reconstituído, em banho ultrassônico (Ultra Cleaner, USC 1400, Unique, Brasil), utilizando metanol 50% (v.v⁻¹), como solvente extrator. Em seguida o extrato foi centrifugado a 6.000 rpm, por 10 minutos. O sobrenadante foi transferido para um recipiente protegido da radiação luminosa e armazenado a -18°C, até realização das análises.

2.3.2. Determinação de constituintes fenólicos

A determinação do teor de fenólicos totais presentes na amostra foi realizada por meio de espectroscopia na região do visível utilizando o método de Folin-Ciocalteu, seguindo a metodologia ISO (2005), com modificações. Os constituintes fenólicos do noni foram quantificados à partir dos extratos hidrometanólicos a 50% (m.v⁻¹), diluído em água destilada, em balões volumétricos de 5,0 ml, alcançando a concentração de 34 (mg.mL⁻¹).

Em tubos de ensaio âmbar, foram adicionados 500 µL da amostra, 500 µL do reagente de Folin-Ciocalteu e 6 mL de água deionizada, agitando-se por 60 segundos, em agitador vórtex AP56, Phoenix Luferco (Araraquara – SP, Brasil). A mistura foi acrescida de 2 mL da solução aquosa de carbonato de sódio a 15% (m.v⁻¹), procedendo a agitação do tubo por mais 30 segundos. Finalmente, a solução teve seu volume ajustado para 10 mL com água deionizada. Após 2 horas, realizou-se a leitura das absorbâncias a 750 nm, em triplicata, utilizando-se cubetas de quartzo, tendo como "branco" o metanol e todos os reagentes, menos o extrato.

O teor de fenólicos totais foi determinado por interpolação das absorbâncias da amostra contra uma curva analítica construída com padrões de ácido gálico (40 a 200 µg.mL⁻¹ – Figura 1A do APÊNDICE) e os resultados foram expressos como mg de equivalentes de ácido gálico (EAG) por g de extrato.

2.3.3. Flavonoides totais

A quantificação dos flavonoides totais foi realizada por meio de ensaio colorimétrico, usando cloreto de alumínio como agente cromóforo, de acordo metodologia adaptada por Santos et al. (1998), com modificações. Para a realização do ensaio foi utilizada a concentração de 9 mg.mL⁻¹ do extrato hidrometanólico da polpa de noni integral. Em tubos de ensaio âmbar, alíquotas de 1,0 mL da amostra foram agitadas com 500 µL de solução

metanólica de cloreto de alumínio a 10% (m.v⁻¹) e o volume ajustado para 5 mL com solução metanólica de ácido acético a 5%. Após 30 minutos as leituras das absorvâncias foram realizadas em espectrofotômetro (SHIMADZU UV- 1200) a 425 nm, tendo como branco o metanol e todos os reagentes, menos a amostra.

Para determinar o teor de flavonoides construiu-se a curva analítica de quercetina, utilizando-se concentrações entre 5,0 a 25,0 µg.mL⁻¹, em triplicata, procedendo conforme o preparo da amostra descrito acima. O teor de flavonoides totais foi determinado por interpolação das absorvâncias da amostra na equação de regressão linear obtida a partir da curva analítica (Figura 2A do APÊNDICE) e os resultados foram expressos como mg de equivalentes de quercetina (EQ) por g de fruta.

2.3.4. Determinação do índice de atividade antioxidante por DPPH

A avaliação quantitativa da capacidade antioxidante foi realizada de acordo com a metodologia proposta por Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995) e adaptada por Rufino et al. (2007). Esta se baseia no sequestro do radical DPPH (2,2-Diphenyl-1-picryl-hidrazil). Os extratos foram diluídos em diferentes concentrações, estabelecidas a partir do estudo da amostra e cinética da reação. Alíquotas de 0,1 mL de cada diluição foram adicionadas a 3,9 mL da solução metanólica de DPPH a 0,06 mM e, após agitação em vórtex, os tubos foram deixados em repouso ao abrigo da luz. As leituras das absorvâncias foram realizadas, após 30 minutos (tempo definido a partir da cinética da reação), a 515 nm. As absorvâncias obtidas foram plotadas em função da concentração do extrato, para obtenção da curva analítica (as curvas estão ilustradas no APÊNDICE, seção VII). Na sequência, foi calculada a concentração efetiva 50 (CE₅₀), valor que estima a quantidade de amostra necessária para reduzir em 50% a concentração inicial do radical livre DPPH. A ação antioxidante dos extratos foi expressa a partir do Índice de Atividade Antioxidante (IAA), calculado de acordo com Scherer e Godoy (2009), a partir da seguinte equação: $IAA = \text{concentração de DPPH} (\mu\text{g.mL}^{-1}) / CE_{50} (\mu\text{g.mL}^{-1})$. Tanto a concentração de DPPH quanto a concentração do extrato utilizados nos ensaios foram consideradas para calcular este índice.

3. Testes preliminares realizados com a polpa do noni

3.1. Testes de filtração

De acordo com as observações realizadas nos testes iniciais de secagem da polpa de noni, houve a necessidade de implementar o processo com uma etapa prévia de filtração, devido à consistência gelatinosa da polpa integral, que ao passar pelo bocal do atomizador

ficou retida, obstruindo o fluxo de líquido. Na busca de um método de filtração eficiente e que pudesse manter o quanto possível as características da polpa integral, foram realizados sete testes, utilizando diferentes diluições (polpa:água) e métodos de filtração, conforme descritos na Tabela 2.

Após o degelo, a polpa de noni foi adicionada de 0,0025% (v.v⁻¹) de ácido ascórbico P.A. (BRASIL, 1999; BRASIL, 2013), sendo homogeneizada em um homogeneizador Ultra-Turrax T 18 basic (Brisgóvia - BW, Alemanha), IKA, a 11.200 rpm, por 2 minutos. Para a realização dos testes de filtração, utilizou-se filtro de papel n° 103, liquidificador doméstico Turbo Premium L 1.000 W, Mondial (Barueri – SP, Brasil), provido de filtro, na velocidade 5, por 0,5 minuto e, um sistema de filtração por discos (Figura 6), em 13 etapas de 5 minutos cada, procedendo com a troca do refil do filtro, entre cada etapa (condições previamente estabelecidas em experimentos paralelos).

Tabela 2. Condições dos testes de filtração da polpa de noni.

Teste	Volume de polpa (ml)	Volume de água (ml)	Tipo de filtração
1	1000	1000	Filtro de papel n° 103
2	1000	0	Filtro de discos 120 mesh
3	1000	250	Filtro de discos 120 mesh
4	1000	375	Filtro de discos 120 mesh
5	1000	400	Filtro de discos 120 mesh
6	1000	500	Filtro de discos 120 mesh
7	1000	400	1ª etapa: Filtro de liquidificador; 2ª etapa: Filtro de discos 120 mesh.

Fonte: Dados da pesquisa.

O sistema de filtração por discos foi desenvolvido no Laboratório de Propriedades Físicas dos Alimentos do CEDETEC – UESB, a partir de um recipiente plástico com capacidade equivalente a 10 litros, para o acondicionamento da polpa; mangueiras de irrigação transparentes, a fim de facilitar a visualização do fluxo interno, equipadas com registros de esfera, necessários para o controle do fluxo. Além de filtro de polipropileno contendo um refil de discos equivalente a 120 mesh de filtragem e, uma motobomba periférica, SHP 35, Somar (Blumenau – SC, Brasil), com pressão de 35 mca (3,5 bar). O filtro foi montado em um móvel construído com chapas de madeirite compensado, tratado com revestimento selante, próprio para madeira e coberto com uma manta laminada, para facilitar o processo de higienização do equipamento, conforme mostrado na Figura 6. Este sistema é ilustrado no *Croquis* apresentado na Figura 4A, do APÊNDICE.

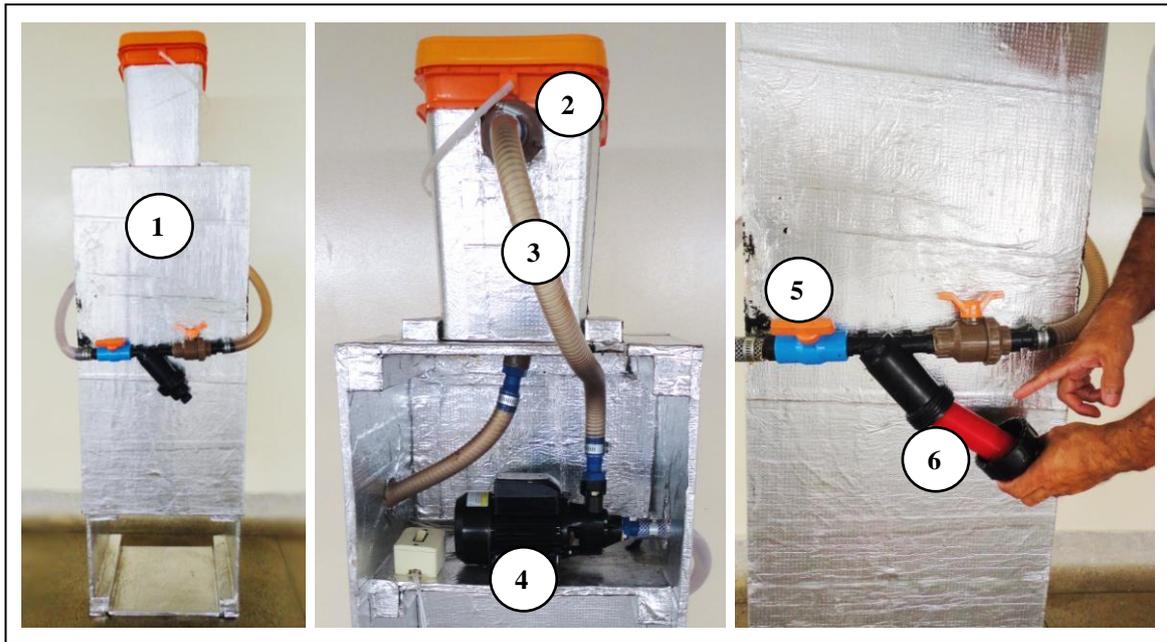


Figura 6. Sistema de filtração para a polpa de noni desenvolvido no CEDETEC.

Legenda: 1: móvel; 2: reservatório com capacidade para 10 L; 3: mangueira transparente; 4: motobomba SHP 35; 5: registro; 6: filtro com refil de discos.

Fonte: Pesquisa.

3.1.1. Caracterização físico-química, física e química da polpa de noni filtrada

Após determinação das melhores condições de diluição e filtração, a polpa obtida foi caracterizada quanto ao teor de água, atividade de água, sólidos totais, sólidos solúveis, acidez total titulável, pH, vitamina C, constituintes fenólicos, índice atividade antioxidante e análise de cor, conforme metodologias descritas no item 2, referente a caracterização da polpa integral.

3.2. Testes de secagem utilizando diferentes tipos e concentrações de agentes carreadores

Após a filtração, as polpas adicionadas com agentes carreadores foram homogeneizadas em homogeneizador Ultra-Turrax T 18 basic, IKA (Brisgóvia - BW, Alemanha), a 20.000 rpm, por 15 minutos. A polpa filtrada ou as misturas obtidas, foram submetidas à secagem por *spray drying*, em secador atomizador escala piloto MSD 3.0, Labmaq do Brasil (Ribeirão Preto – SP, Brasil), fixando-se as seguintes condições: bico duplo fluido com abertura: $1,2 \times 10^{-3}$ m; vazão do ar de entrada: $2,5 \times 10^{-4}$ m³ s⁻¹, vazão de alimentação de $1,05 \times 10^{-7}$ m³ s⁻¹; e, pressão do ar comprimido para o fluxo de pulverização ajustada para 3,0 Pa. As demais condições estão descritas na Tabela 3.

Tabela 3. Condições dos testes de secagem com diferentes tipos e concentrações de agentes carreadores.

Teste	Volume de polpa filtrada (mL)	Volume de aditivo de secagem (mL)	Temperatura (°C)
1	400	0	140°C
2	360	40 de maltodextrina (10%, v.v ⁻¹)	140°C
3	320	80 de maltodextrina (20%, v.v ⁻¹)	140°C
4	360	40 de gelatina comestível hidratada conforme orientações do fabricante (10%, v.v ⁻¹)	140°C
5	360	40 de gelatina comestível em pó (10%, v.v ⁻¹)	140°C
6	900	67 de maltodextrina + 33 de gelatina comestível em pó (10%, v.v ⁻¹)	140°C
7	850	100 de maltodextrina comestível em pó (15%, v.v ⁻¹)	140°C
8	800	134 de maltodextrina + 66 de gelatina comestível em pó (20%, v.v ⁻¹)	140°C

Fonte: Dados da pesquisa.

3.2.1. Caracterização físico-química dos pós da polpa de noni obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores

A polpa de noni em pó, obtida nos ensaios 6, 7 e 8 foram caracterizados quanto ao teor de água, atividade de água, sólidos solúveis, pH, vitamina C, conforme metodologias descritas no item 2 (caracterização da polpa de noni integral).

3.2.2. Morfologia dos pós da polpa de noni obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores

O estudo da morfologia das partículas realizado através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), em um microscópio eletrônico Phenom Pure (Eindhoven – The Netherlands), voltagem de aceleração de 5 Kv, distância de trabalho de 30 µm (WD) e ampliação de 2.100 e 2.450 vezes. As amostras foram previamente fixadas em *stubs*, cobertos com adesivo de carbono, conforme recomendações do fabricante.

3.3. Teste de secagem utilizando diferentes temperaturas de entrada do ar e vazões de ar do bico atomizador

Os testes preliminares para definição dos limites máximos e mínimos de temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar no bico (Tabela 3) foram realizados utilizando a concentração dos agentes de secagem de 15%, sendo que para 1.000 mL de emulsão, foi utilizado 100 ml de maltodextrina (20DE) em pó e 50 ml de gelatina natural comestível em pó

e 850 mL de polpa de noni filtrada. A polpa filtrada juntamente com os agentes carreadores foram homogeneizados em homogeneizador Utra-Turrax T 18 basic, IKA (Brisgóvia - BW, Alemanha) a 20.000 rpm, por 15 minutos, e submetidas à secagem por *spray drying*, utilizando um secador atomizador escala piloto, Labmaq do Brasil, MSD 3.0 (Ribeirão Preto, SP, Brasil), com intervalo de temperatura entre 140 e 200°C e vazão de 10 a 40 m³/h, fixando os demais parâmetros nas seguintes condições: bico duplo fluido com abertura: 1.2 x 10⁻³ m; vazão do ar de entrada: 2,5x10⁻⁴ m³ s⁻¹, vazão de alimentação de 1,05 x 10⁻⁷ m³ s⁻¹; e, pressão do ar comprimido para o fluxo de pulverização ajustada para 3,0 Pa (GHARSALLAOUI et al., 2007; SOUZA et al., 2015). As condições de temperatura e vazão utilizadas estão descritas na Tabela 4.

Tabela 4. Temperatura de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador utilizadas nos testes de secagem.

Testes	Temperatura (°C)	Vazão (L.min ⁻¹)
1	200	30
2	180	10
3	180	20
4	180	35
5	180	40
6	160	20
7	160	40
8	140	40

Fonte: Dados da pesquisa.

3.3.1. Caracterização físico-química dos pós obtidos em diferentes temperaturas de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador

As polpas de noni em pó, obtidas nas diferentes condições, foram caracterizadas quanto ao teor de água e atividade de água, de acordo com as metodologias descritas no Item 2.1.

4. Planejamento experimental da secagem por *spray drying*, da polpa de noni filtrada

O estudo do efeito das variáveis operacionais (variáveis independentes): Temperatura de entrada do ar de secagem - T (°C) e vazão de ar no bico atomizador – V (L.min⁻¹) sobre as propriedades da polpa de noni em pó (variáveis dependentes): Teor de Água – TA (% , base úmida), atividade de água – Aw, densidade aparente – D (g/cm³), solubilidade – S (% , base seca), Higroscopicidade – H (% , base seca), vitamina C – Vit. C (mg.100g⁻¹), índice de atividade antioxidante - IAA, foi realizado a partir do planejamento experimental.

Os níveis das variáveis T (°C) e V (L.100g⁻¹) foram determinados conforme testes preliminares realizados no Item 3.3. As variáveis independentes (codificadas e reais), bem como seus respectivos níveis utilizados nos ensaios de secagem da polpa de noni, estão representados na Tabela 5.

Tabela 5. Níveis das variáveis independentes utilizados na secagem da polpa de noni filtrada.

Variáveis independentes		Níveis				
Real	Codificada	-1,41	-1	0	+1	+1,41
T (°C)	X ₁	132	140	160	180	188
V (L.min ⁻¹)	X ₂	16	20	30	40	44

T (X₁): Temperatura de entrada do ar; V (X₂): Vazão de ar no bico atomizador.

Fonte: Dados da pesquisa.

O delineamento composto central rotacional (DCCR) foi utilizado para realizar os ensaios de secagem da polpa do noni, através de um fatorial 2² completo, com 4 pontos fatoriais (níveis ±1), triplicata no ponto central (nível 0) e 4 pontos axiais (±1,41), totalizando 11 ensaios. A matriz do planejamento é apresentada na Tabela 6, em variáveis codificadas e reais.

Tabela 6. Matriz do planejamento (DCCR) utilizado nos ensaios de secagem da polpa de noni filtrada.

Ensaio	Variáveis codificadas		Variáveis reais	
	X ₁	X ₂	T (°C)	V (L.min ⁻¹)
1	-1	-1	140	20
2	-1	+1	140	40
3	+1	-1	180	20
4	+1	+1	180	40
5	-1,41	0	132	30
6	1,41	0	188	30
7	0	-1,41	160	16
8	0	+1,41	160	44
9	0	0	160	30
10	0	0	160	30
11	0	0	160	30

T (X₁): Temperatura de entrada do ar de secagem; V (X₂): Vazão de ar no bico atomizador.

Fonte: Dados da pesquisa.

5. Secagem por *spray drying* da polpa de noni filtrada

Após o degelo, a polpa de noni foi diluída na proporção 2,5:1 (polpa:água), acrescida de 0,0025% (v.v⁻¹) de ácido ascórbico P.A. e homogeneizada em homogeneizador Utra-Turrax T 18 basic, IKA (Brisingóvia - BW, Alemanha), a 11.200 rpm, por 2 minutos (BRASIL, 1999; ANVISA, 2008). Em seguida, a polpa foi liquidificada por 30 segundos, na velocidade

5, em um liquidificador doméstico Turbo Premium L 1.000 W, Mondial (Barueri – SP, Brasil), provido de filtro. Na sequência, a polpa foi filtrada em um sistema equipado com filtro de discos, equivalente a 125 mesh de filtragem, em 13 etapas de 5 minutos cada. (Item 3.1.).

A polpa filtrada foi adicionada com os agentes carreadores na concentração de 15% (v.v⁻¹), sendo que para um volume final de 1.000 mL, utilizou-se 100 mL de maltodextrina 20DE, 50 mL de gelatina comestível natural e 850 mL de polpa (Item 3.2), procedendo com a homogeneização em homogeneizador Utra-Turrax T 18 basic, IKA (Brisgóvia - BW, Alemanha), a 20.000 rpm, por 15 minutos. Em seguida, a mistura foi submetida à secagem por *spray drying*, em um secador atomizador bico duplo-fluído, escala piloto, MSD 3.0 (Figura 7), Labmaq do Brasil, (Ribeirão Preto – SP, Brasil), nas condições do Planejamento experimental apresentadas na Tabela 6 (Item 4.), fixando os demais parâmetros nas seguintes condições: bico duplo fluido com abertura: 1.2×10^{-3} m; vazão de entrada do ar de secagem: $2,5 \times 10^{-4}$ m³ s⁻¹, vazão de alimentação: $1,05 \times 10^{-7}$ m³ s⁻¹; e, pressão do ar comprimido para o fluxo de pulverização ajustada para 80 bar.



Figura 7. Secador *spray dryer* utilizado na secagem da polpa de noni.
Fonte: Pesquisa.

Após a secagem, os pós foram acondicionados em sacos de polietileno de alta densidade, devidamente identificados, selados em seladora a vácuo, revestidos com papel alumínio, acondicionados em embalagem de vidro hermeticamente fechada e armazenados em refrigerador a 4°C até realização das análises.

5.1. Caracterização físico-química dos pós da polpa de noni filtrada

Determinou-se o teor de água (TA), a atividade de água (Aa) e o teor de vitamina C (VC) conforme metodologias descritas anteriormente no item 2.1.

5.2. Caracterização física dos pós da polpa de noni filtrada

5.2.1. Densidade aparente (D)

Determinou-se através de metodologia descrita por Goula e Adamopoulos (2004), com modificações. Transferiu-se 1g da amostra para uma proveta graduada de 10 mL, sendo calculada como a relação entre a massa de pó e o volume ocupado. Os resultados foram expressos em (g/cm³).

5.2.2. Solubilidade (S)

A solubilidade foi determinada com base na metodologia adaptada por Cano-Chauca (2005), com modificações. Adicionou-se 0,5 g da amostra em 50 mL de água destilada a temperatura ambiente (25°C), sendo homogeneizada a 3.500rpm em homogeneizador Ultra-Turrax T 18 basic, IKA, durante 5 min, a 3500 rpm. A solução foi colocada em tubos falcon e centrifugada a 3000 rpm durante 5 min. Uma alíquota de 12,5 mL do sobrenadante foi transferida para cadinhos de porcelana, previamente tarados e imediatamente seco em estufa a 105°C até peso constante. Em seguida, a solubilidade foi calculada por diferença de peso e os resultados expressos em percentual (%).

5.2.3. Higroscopicidade (H)

Determinou-se conforme a metodologia descrita por Cai e Corke (2000), com modificações. 1 g da amostra foi espalhada em cadinhos de papel alumínio e acondicionada em dessecador contendo solução saturada de NaCl, sob condições de umidade relativa de 75,4% a 25°C. Após uma semana, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade expressa, como a massa de água adsorvida por massa seca da amostra (g.100 g⁻¹ – base seca).

5.2.4. Morfologia dos pós da polpa de noni filtrada

Foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em um microscópio eletrônico Phenom Pure (Eindhoven – The Netherlands), voltagem de aceleração de 5 Kv, distância de trabalho de 30 e 80 µm (WD) e ampliação de 1.000 e 2.000 vezes. As amostras foram previamente fixadas em *stubs*, cobertos com adesivo de carbono, conforme recomendações do fabricante.

5.3. Caracterização química dos pós da polpa de noni filtrada

Determinou-se o índice de atividade antioxidante (IAA) de acordo com a metodologia descrita por Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995), que se baseia no sequestro do radical DPPH (2,2-Diphenyl-1-picryl-hidrazil), conforme descrito no item 2.3.4.

6. Tratamento estatístico

6.1. Análise dos testes preliminares utilizando diferentes concentrações de agentes carreadores

Os testes preliminares (6, 7 e 8) para determinar a concentração de agentes carreadores (Item 3.2.) foram conduzidos inteiramente ao acaso, com três repetições e as análises físico-químicas dos pós, em triplicata. Os resultados foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) e teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade, usando o Software Origin 2018 Professional, versão Student (Northampton – MA, EUA).

6.2. Análise do experimento em DCCR por metodologia de superfície de resposta (MRS)

Os ensaios foram realizados visando avaliar os efeitos das variáveis independentes do processo de secagem da polpa de noni por *spray drying*, por meio de modelagem linear e quadrática, através da metodologia de superfícies de resposta (BARROS NETO et al., 2007; RODRIGUES e IEMMA. 2009).

A partir de um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR), os dados experimentais obtidos, em triplicata, foram analisados utilizando-se o software Origin 2019 Professional, versão Student (Northampton – MA, EUA), através da análise de variância (ANOVA), gráfico de efeitos principais e gráfico da interação entre os fatores e, metodologia de superfície de resposta (MSR), por meio da Equação polinomial de segunda ordem – Equação 1 (KHURI e CORNELL. 1996):

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=0}^k \beta_i X_i + \sum_{i=0}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} X_i X_j \quad (\text{Equação 1})$$

Sendo Y a variável resposta (teor de água – TA (%), base úmida); atividade de água – Aw; densidade aparente – D (g/cm³); solubilidade – S (%), base seca); higroscopicidade – H (%), base seca); vitamina C – Vit. C (mg.100g⁻¹); índice de atividade antioxidante - IAA); X_i e X_j são as variáveis independentes codificadas; β_0 é constante; β_i é o coeficiente linear; β_{ii} , é o

coeficiente quadrático; β_{ij} é o coeficiente da interação e k é o número de fatores. O ajuste do modelo proposto foi avaliado pelo valor de R^2 .

IV – RESULTADOS E DISCUSSÃO

1. Caracterização da polpa de noni integral

Na Tabela 7 estão apresentados os resultados das determinações da composição centesimal e características físico-químicas, físicas e químicas da polpa integral.

Tabela 7. Médias e Desvio Padrão das determinações da composição centesimal e características físico-químicas, físicas e químicas da polpa de noni integral.

Variável	Média	Desvio Padrão
Composição centesimal		
(g.100g⁻¹)		
Teor de água	90,83	0,03
Proteínas totais	0,97	0,02
Lipídeos totais	0,08	0,02
Carboidratos	6,81	0,00
Fibra bruta	1,19	0,02
Cinzas	0,12	0,01
Características físico-químicas		
Ácido Ascórbico (g.100g ⁻¹)	140,48	0,00
Acidez Titulável - ATT (g.100g ⁻¹)	0,73	0,00
PH	4,20	0,01
Atividade de Água	0,990	0,00
Sólidos Solúveis (°Brix)	7,56	0,02
Características físicas		
Coordenada de cor a*	59,27	0,11
Coordenada de cor b*	2,86	0,03
Coordenada de cor L*	17,50	0,16
Norma Euclidiana da cor ΔE	61,87	0,15
Características químicas		
Constituintes fenólicos (mg EAG.100g ⁻¹ de polpa)	287,00	0,05
Flavonóides (µg.ml ⁻¹ de polpa)	NI	-
IAA	0,015	0,00

EAG: equivalentes de ácido gálico; IAA: Índice de Atividade Antioxidante; NI: não identificado;

Fonte: Dados da pesquisa.

Os resultados apresentados na Tabela 7 são, em muitos casos, semelhantes aos obtidos por Correa et al., 2011; Cunha et al., 2012 e Peixoto, 2017, ao estudarem o noni.

O teor de água, da polpa do noni in natura (90,83 g.100g⁻¹) foi superior ao encontrado por Peixoto (2017) que foi de 64,32 g.100g⁻¹ e ligeiramente inferior ao encontrado por Oliveira (2006) que foi 93,96 g.100g⁻¹. Esta diferença pode estar associada a uma série de fatores, como época da colheita, quantidade de água disponível no solo, dentre outras.

Chunhieng (2003) encontrou um teor de proteína no fruto de 11,3 g.100g⁻¹ da matéria seca a partir do suco de noni e os aminoácidos principais foram o ácido aspártico, ácido glutâmico e isoleucina. Beltrão et al. (2014) determinaram o teor de proteína de frutos de noni

cultivados no estado do Paraná, em três estádios de manutenção e obtiveram valores de 1,84;1,85 e 2,07 g.100g⁻¹ indicando que o teor de proteínas aumenta com o estágio de maturação. Costa et al. (2013) separaram sementes, casca e polpa de noni e encontraram, para a polpa um teor de proteína de 2,24 g.100g⁻¹. Palioto et al. (2015) encontraram u valor de 2,10 g.100g⁻¹. Portanto, os valores encontrados neste trabalho estão abaixo dos valores encontrados na literatura. Possivelmente esta diferença se deve ao fato dos trabalhos citados usarem noni cultivado em regiões de solo mais rico em nitrogênio do que os que foram aqui usados, uma vez que o cultivo de noni na região sudoeste da Bahia se dá de forma praticamente extensiva, sem maiores tratos culturais.

Quanto ao teor de lipídeos encontrado neste trabalho (0,08 g.100g⁻¹), o valor foi inferior ao encontrado por Palioto et al (2015), por Chunhieng (2003) e Costa (2013) de 2,19; 0,37 e 0,15 g.100g⁻¹, respectivamente.

Já os carboidratos, o segundo macronutriente de maior concentração na polpa de noni, representaram, neste trabalho, 6,81 g.100g⁻¹, resultado semelhante aos apresentados por Correia et al. (2011) que encontraram 6,32 g.100g⁻¹ na polpa de noni cultivada no Ceará e por Palioto et al. (2015). Por outro lado, West (2011) encontrou um valor superior, 7,21 g.100g⁻¹, contendo principalmente glicose, frutose e sucrose. Estes resultados indicam a grande variação do teor de carboidratos em função de condições climáticas, edafológicas, e do estágio de maturação.

Com relação às fibras, o valor obtido foi de 1,19 g.100g⁻¹, valor próximo ao encontrado por Faria et al. (2014) que foi de 1,00 g.100g⁻¹. Entretanto, este resultado foi aproximadamente quatro vezes menor que o encontrado por Shovic et al (2001). Cechi (2003) afirma que frutas possuem conteúdo de fibra entre 0,1 e 6,8 g.100g⁻¹.

Com relação à quantidade de cinzas, que também é denominada por alguns autores como resíduo mineral fixo, foi encontrado o valor de 0,12 g.100g⁻¹ muito abaixo do valor encontrado por Peixoto (2017), de 0,96 g.100g⁻¹. Isto se deve, possivelmente, ao fato da retirada da semente dos frutos, sendo que estas contem a maior reserva mineral. Contudo, o teor encontrado é próximo dos valores de cinzas encontrados para as frutas frescas, que estão em média entre 0,3 e 2,1 g.100g⁻¹ (CHAVES et al., 2004).

Em relação ao ácido ascórbico, conhecido por suas propriedades antioxidantes e por atuar em diversas funções no organismo, como: neutralização de radicais livres provenientes do metabolismo aeróbico, colaboração com o desempenho de enzimas, evitar a oxidação do ferro, além de possuir efeito anti-inflamatório, antitumoral e antinociceptivo (Alencar et al., 2016). O ter de Ácido Ascórbico aqui encontrado (140,48 mg.100g⁻¹) foi ligeiramente

inferior ao encontrado por Alencar et al. (2016) de 166,6. Contudo, o conteúdo de Ácido Ascórbico do noni foi superior ao de várias frutas tais como abacaxi (25,0); limão (37,6) e laranja (42,3) (Alencar et al.,2016) podendo o noni ser, portanto, considerado uma boa fonte de Vitamina C.

A polpa de noni integral apresentou atividade de água (Aa) de 0,99 indicando que se trata de produto perecível. O crescimento de bactérias que influenciam na deterioração é inibido em valores de atividade de água inferiores a 0,90. Um alimento é estável, em relação à deterioração por microrganismo, quando sua atividade de água for inferior a 0,60. O crescimento e a atividade metabólica dos microrganismos demandam presença de água em forma disponível para realização de reações de deterioração e a medida mais comumente empregada para expressar a estabilidade de um produto é a determinação da quantidade de água em sua forma livre, que em alimentos, é denominada de atividade de água (Ordoñez, 2005).

Já o pH da polpa integral foi de 4,22, caracterizando-se como ácida, como a maioria das frutas, devido à presença dos ácidos orgânicos. A determinação do pH indica a concentração de íons hidroxidrilas ou hidrogeniônicos do alimento. A maioria das hortaliças e frutas apresentam pH ácido, devido à presença dos ácidos orgânicos, o que é desejável uma vez que os produtos alcalinos possuem sabor desagradável. O noni quando comparado a outros frutos, apresenta valores de pH próximos ao bacuri (3,0 - 3,5), caju (4,0), jaboaticaba (3,5) e é mais ácido que o açaí (4,5 – 5.5) (RUFINO, 2008).

Em relação à acidez titulável, a polpa de noni apresentou valor de 0,73 g de ácido cítrico%. Este valor é maior que o encontrado por Faria et al. (2014) que foi de 0,43 g/100g. Barros et al. (2008) encontraram o valor de 0,62 g/100g em relação a este parâmetro.

Para os sólidos solúveis, a média aqui obtida (7,57) foi maior que os valores descritos por Praxedes et al. (2012) que encontraram média de 7,00 °Brix e que o encontrado por Corrêa (2017) de 6,32 °Brix. Este resultado se deve, possivelmente, à seleção de frutos maduros realizada neste trabalho. O teor de sólidos solúveis (SS) é alterado conforme o estágio de maturação do fruto e também está relacionado com as condições de cultivo. Correia et al. (2012) citam que altos teores de SS indicam preferência para consumo do fruto in natura bem como para industrialização por apresentarem altos rendimentos nos processamentos, que necessitam de menor consumo de açúcar. Este não é o caso do noni que precisa, portanto, de novas técnicas de processamento.

Quanto à coordenada de cor L*, o valor obtido indica a luminosidade e na polpa de noni é compatível com a coloração esbranquiçada característica do produto. O valor do

parâmetro L^* aqui obtido (17,50) foi muito inferior ao encontrado por Peixoto (2017) de 26,75, possivelmente pelo estágio mais avançado de maturação dos frutos aqui usados.

Já o parâmetro a^* , corresponde à faixa de cor que vai do vermelho ao verde e o b^* , do amarelo ao azul. Os valores dos parâmetros a^* e b^* foram positivos, desta forma as amostras estão na faixa de cor amarelo, bem próximo ao branco e verde claro. O valor de ΔE aqui obtido, tomou como referência a cor branca e deve ser considerado, portanto, como o afastamento da cor das amostras em relação a cor branca. O valores de cor aqui obtidos estão próximos dos encontrados por Teixeira (2017) e por Beltrão et al. (2014). Entretanto, os valores são muito diferentes dos obtidos por Mirelles-Arriaga (2016).

Com relação ao teor de constituintes fenólicos, o valor encontrado na polpa de noni integral neste estudo (287,00 mg EAG.100g⁻¹) foi inferior ao valor encontrado por Palioro et al (2015), no extrato metanólico da polpa de noni (306,33 mg EAG.100g⁻¹) e superior aos encontrados nos extratos hidrometanólicos de outras frutas tropicais como, abacaxi (2,58 mg EAG.100g⁻¹), caju (51,40 mg EAG.100g⁻¹), uva (7,53 mg EAG.100g⁻¹), sendo inferior apenas ao valor obtido para acerola (788,39 mg EAG.100g⁻¹). Neste mesmo estudo, os autores, compararam esses valores aos dos extratos aquosos das mesmas frutas e obtiveram valores significativamente maiores para abacaxi (78,79 mg EAG.100g⁻¹), caju (357,85 mg EAG.100g⁻¹), uva (131,40 mg EAG.100g⁻¹), atribuindo a diferença encontrada no teor de fenólicos destas frutas, ao tipo de solvente utilizado na extração destes compostos, o que pode ter ocorrido com a polpa do noni, do presente estudo, extraída em solução hidrometanólica (MELO et al., 2008).

Quanto aos flavonóides totais, não foi possível quantificar a presença deste composto na polpa de noni integral, pois os valores das absorvâncias tenderam a zero, não alcançando os valores mínimos da curva de analítica de quercetina. Palioto et al. (2015), encontrou 13,01 mg.100g⁻¹ para a polpa de frutos do noni cultivados no Paraná, despulpada manualmente. É possível que a forma de preparo da amostra, tanto na produção da polpa, quanto no método de extração, além das diferenças do local do cultivo, época de colheita, dentre outros, tenham influenciado na diferença do resultado encontrado por estes autores e do trabalho atual.

Em relação ao índice de atividade antioxidante, o valor encontrado foi de 0,015. De acordo com a classificação de Scherer e Godoy (2009), o índice de atividade antioxidante pode ser classificado da seguinte forma: muito fraca (IAA < 0,5), moderada (IAA entre 0,5 e 1,0), forte (IAA entre 1,0 a 2,0), e muito forte (IAA >2,0), sendo o índice encontrado na polpa de noni integral deste trabalho, classificado como atividade antioxidante muito fraca.

Diferente deste estudo Costa et al (2013), encontrou alta capacidade antioxidante na polpa de noni. Estas diferenças podem estar associadas às condições edafoclimáticas locais, como solo, radiação, temperatura, umidade, além das características do fruto, como ponto de maturação e, condições de armazenamento e processamento da polpa (CHAN-BLANCO et al., 2006).

2. Testes preliminares realizados com a polpa de noni

2.1. Testes de filtração

De acordo com as observações realizadas na fase inicial dos testes de secagem, verificou-se que a polpa de noni apresentou alta viscosidade, o que dificultou o processo de *spray drying*, causando obstrução no acesso do bico atomizador. Por esse motivo, houve a necessidade de implementar o processo com uma etapa prévia de filtração.

Inicialmente, ao realizar o teste utilizando filtro de papel (Teste 1), observou-se que a filtração só foi possível após diluição da polpa na razão de 1:1 (polpa:água, v.v⁻¹) e, ainda assim, apresentou fluxo lento, sendo necessário um longo período para concluir o processo. Dessa forma, buscou-se desenvolver um sistema de filtração que atendesse tais necessidades. O filtro utilizado foi elaborado conforme descrito no Item 3.1., na Seção III (Material e Métodos) e é apresentado nas Figuras 8 e 9.

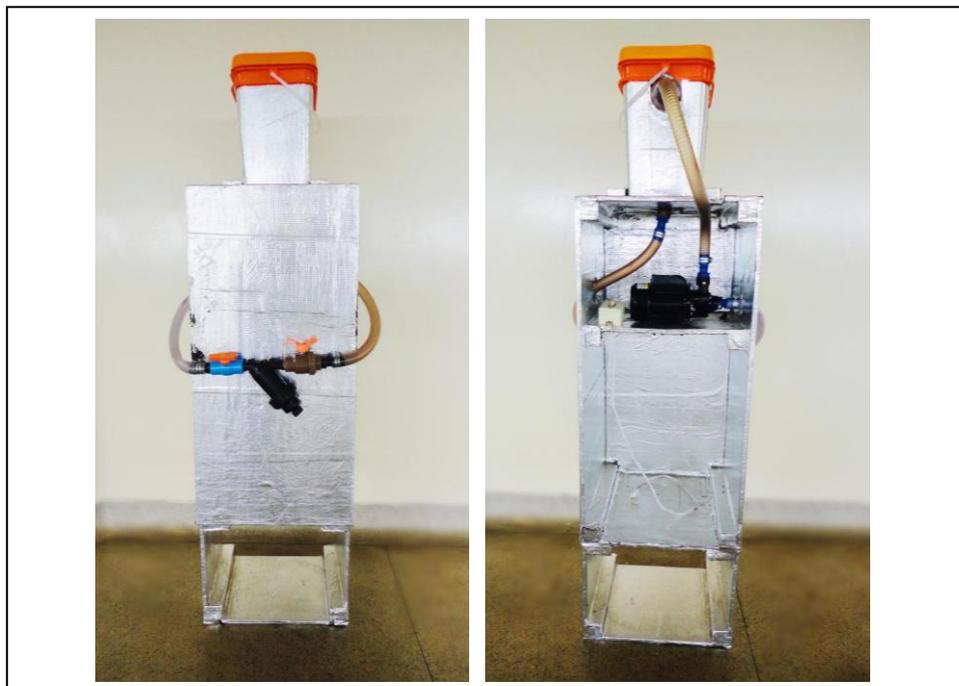


Figura 8. Imagem frontal e posterior do sistema de filtração da polpa de noni.

Fonte: Pesquisa.

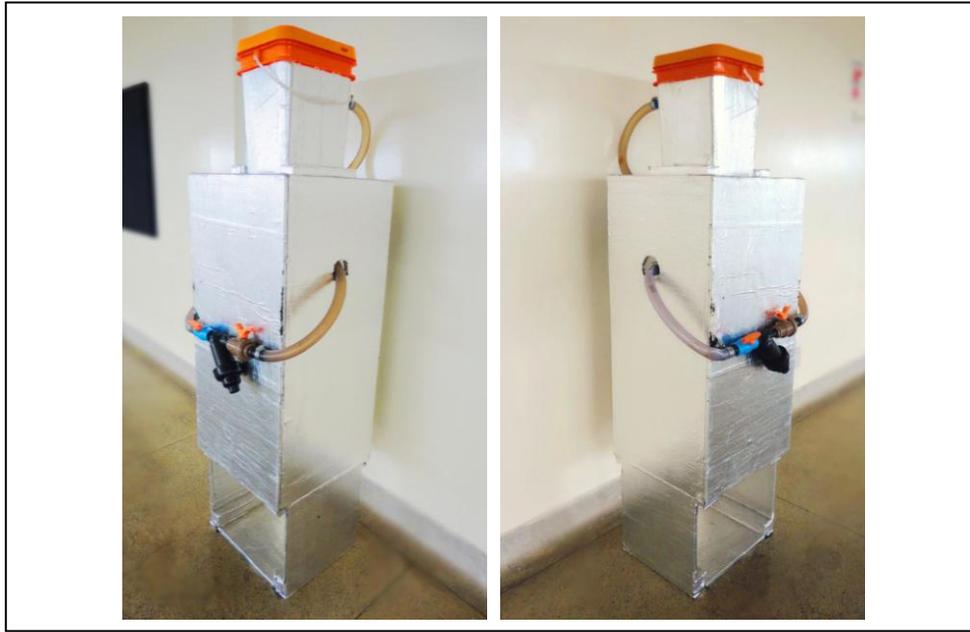


Figura 9. Imagem da lateral esquerda e direita do sistema de filtração da polpa de noni.
Fonte: Pesquisa.

De acordo com Correia (2010), alguns colóides como amido, pectina, lignina, celulose e hemicelulose, podem estar presentes nas polpas de frutas. Um dos principais problemas que afeta a produção dos derivados de frutas é a pectina, responsável por conferir alta viscosidade à polpa das frutas. As substâncias pertencentes a esse grupo são responsáveis por dar a consistência, turbidez e aparência da polpa, sucos e produtos de frutas. Assim, devido a alta viscosidade, a etapa de filtração da polpa e suco de algumas frutas é bastante prejudicado, pois o fluxo pode se tornar demasiadamente lento, comprometendo a eficiência do processo.

Dessa forma, durante os testes realizados com o filtro, notou-se a necessidade de diluição e homogeneização em um liquidificador provido com filtro, a fim de reduzir a viscosidade e presença de sólidos maiores na polpa, facilitando o fluxo durante filtração.

Na Tabela 8 estão apresentados os resultados e observações a respeito dos testes realizados, a fim de estabelecer padrões para a filtração da polpa de noni.

Tabela 8. Resultados e observações dos testes de filtração da polpa de noni.

Teste	Volume de polpa (ml)	Volume de água (ml)	Tipo de filtração	Resultado e observações
1	1000	1000	Filtro de papel n° 106	Alta retenção de sólidos no papel, resultando em filtrado muito fino (descaracterizou).
2	1000	0	Filtro de discos 120 mesh	Diluição inadequada.
3	1000	250	Filtro de discos 120 mesh	Diluição inadequada.
4	1000	375	Filtro de discos 120 mesh	Polpa muito espessa, fluxo de filtração excessivamente lento.
5	1000	400	Filtro de discos 120 mesh	Maior velocidade no fluxo, mas devido a consistência, apresentou dificuldade na fluidez dentro do sistema.
6	1000	500	Filtro de discos 120 mesh	Fluxo adequado dentro do sistema, porém, devido à alta diluição, posteriormente, houve necessidade de aumentar a quantidade de agente carreador durante a secagem (<i>spray drying</i>).
7	1000	400	1ª etapa: Filtro de liquidificador; 2ª etapa: Filtro de discos 120 mesh.	Fluxo adequado no sistema de filtração por discos; Posteriormente, observou-se fluxo adequado durante atomização, sem obstrução do bico/bocal; e, Formação de pó com menores concentrações de aditivos de secagem.

Fonte: Dados da pesquisa.

Considerando as observações acima (Tabela 8), as condições estabelecidas no Teste 7, foram as melhores em relação à diluição e filtração da polpa, estabelecida na proporção 2,5:1 (polpa:água), procedendo-se com a homogeneização e filtração em liquidificador e, posteriormente, no sistema de filtração por discos. Observou-se que nestas condições, a polpa apresentou melhor fluidez durante o processo, possibilitando seu percurso por todo o trajeto interno do sistema de filtração, sem interrupções. O número de ciclos e o tempo de duração de cada ciclo foram estabelecidos conforme observações em experimentos paralelos a este, realizados no mesmo filtro, com pequenas adaptações devido às diferenças nas características

físico-químicas das diferentes frutas. Assim, estes parâmetros foram fixados em um total de 13 ciclos, sendo interrompido a cada cinco (5) minutos para troca do refil do filtro, a fim de remover o excesso de sólidos depositados sobre os discos.

Pombo (2017), estabeleceu padrões similares no preparo da polpa de cupuaçu para atomização, usando diluição a uma razão 1:1 (polpa:água), maceração em moinho coloidal por três minutos e, posteriormente, filtração em malha com abertura de 0,30 mm. A autora observou que, nestas condições, a polpa de cupuaçu não provocou entupimento do bico atomizador, bem como promoveu maior rendimento de sólidos ao final da secagem.

2.1.1. Caracterização da polpa de noni filtrada

Na Tabela 9 estão apresentados os resultados das análises físico-químicas da polpa de noni filtrada.

Tabela 9. Médias e desvio padrão das determinações físico-químicas, físicas e químicas da polpa de noni filtrada.

Parâmetro avaliado	Média	Desvio Padrão
Teor de água (g.100g ⁻¹ , b.u.)	92,41	0,16
Atividade de água (Aw)	0,982	0,007
Sólidos solúveis (°Brix)	6,51	0,02
Acidez titulável (g de ac.100g ⁻¹)	1,15	0,00
pH	3,50	0,01
Vitamina C (mg de aa.100 g ⁻¹)	1.523	0,01
Constituintes fenólicos (mg EAG.g ⁻¹ de fruta)	16,9	0,6
DPPH (IAA µg.ml ⁻¹)	0,16	0,03
L*	57,72	0,24
a*	2,03	0,03
b*	15,43	0,09
ΔE	59,8	0,20

Legenda: b.u.: base úmida; aa: ácido ascórbico; ac: ácido cítrico; EAG: equivalente em ácido gálico.

Fonte: Dados da pesquisa.

A polpa filtrada apresentou elevado teor de água (92,41%) e atividade de água (9,82) e reduzido teor de sólidos totais (7,59%), características desejáveis neste caso, visando reduzir obstruções do bico atomizador. Gomes (2012), pondera que durante a filtração de polpa de frutas, ocorre, geralmente a deposição dos sólidos da fruta, inclusive da fração solúvel dos sólidos, sobre o elemento filtrante, resultando em uma polpa com reduzido teor de sólidos e, elevado teor de água, o que justifica as características observadas neste estudo, não deixando de considerar a influencia da diluição da polpa sobre estes achados.

Quanto aos valores de pH (3,50) e sólidos solúveis (6,51) da polpa de noni filtrada, observou-se que estes ficaram próximos aos encontrados por Oliveira et al. (2006), na polpa de morango filtrada, enquanto o valor de acidez titulável aqui encontrado, foi superior ao da polpa de morango deste mesmo trabalho. Notou-se, também, elevado teor de vitamina C ($1.523 \text{ mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$), referente à adição de ácido ascórbico previamente aos processos de filtração, como agente antioxidante. Ramos et al. (2013), afirma que a vitamina C é largamente utilizada na indústria de vegetais, protegendo o alimento contra o escurecimento enzimático, confirmando a ação desta como um antioxidante.

Com relação ao teor de constituintes fenólicos da polpa filtrada, foi possível observar que o valor aqui encontrado ficou bastante acima do valor ao da polpa integral, não correspondendo ao teor destes compostos presentes na polpa. Isso pode ter ocorrido, devido a in especificidade da metodologia utilizada para determinar os fenólicos totais, visto que esse método se baseia na redução dos compostos fosfomolibídico e fosfotungstíco, em estado de oxidação 6^+ , formando compostos de coloração azul, em presença de certos agentes redutores, não somente de natureza fenólica, sendo possível que a vitamina C tenha afetado o resultado, por ser um composto redutor (SOUZA et al., 2007).

A polpa de noni filtrada apresentou índice de atividade antioxidante muito baixo (0,16), sendo considerada, segundo a classificação de Scherer e Godoy (2009), como muito fraca ($IAA < 0,5$).

Quanto à análise da cor da polpa filtrada, o parâmetro L^* (luminosidade) apresentou valor (57,72) ligeiramente mais próximo de tons escuros, a^* (2,03) mais próximo de tons vermelhos, b^* (15,43) mais próximo de tons azuis e houve uma redução no valor de ΔE (59,8).

Em geral, observa-se que a polpa do noni filtrada apresentou modificações importantes em relação à polpa integral, mostrando maior teor de água e atividade de água, além de quantidades reduzidas no teor de sólidos totais, sólidos solúveis, o que pode indicar efetividade do processo, resultando em uma polpa com consistência aparentemente mais fluída, com a possibilidade de realizar a atomização deste material, sem que ocorra obstrução do bico atomizador.

Foi observado também alterações nos valores de pH e acidez titulável, o que era esperado devido a adição de vitamina C, que parece ter influenciado também na determinação dos fenólicos.

2.2. Testes de secagem da polpa de noni filtrada com diferentes tipos e concentrações de agentes carreadores

Na Tabela 10 estão descritos os resultados e observações dos testes realizados a fim de definir as condições usadas no experimento I, para definir a melhor concentração da mistura de agentes carreadores no preparo da suspensão que foi atomizada.

Tabela 10. Resultados dos testes de secagem da polpa de noni filtrada, utilizando diferentes tipos e concentrações de agentes de carreadores.

Teste	Resultados e observações
1	Não formou pó, apresentando consistência pastosa.
2	Formou pó, com aparência bastante úmida e pegajosa, com alta aderência às paredes da câmara e do porta-amostra.
3	Formou pó, com melhor aspecto que a amostra do teste anterior (Teste 2), ainda com consistência pegajosa, com alta aderência às paredes da câmara e baixa recuperação.
4	Não formou pó, apresentando consistência gelatinosa com alta aderência às paredes da câmara e ao porta-amostra.
5	Não formou pó, apresentando consistência pegajosa (aparência emborrachada) com alta aderência às paredes da câmara e ao porta-amostra.
6	Formou pó com melhores características que as amostras dos testes anteriores.
7	Formou pó visualmente mais fino e aparentemente menos aglomerado.
8	Formou pó com aparência mais fina e menos aglomerado.

Fonte: Dados da pesquisa.

A partir dos resultados e observações (Tabela 10), optou-se por usar uma mistura de dois polímeros (maltodextrina + gelatina), visto que tal condição produziu pó com melhor aparência. Observou-se que nos testes 6, 7 e 8, foi possível obter a polpa de noni em pó e que os pós aqui produzidos apresentaram melhor aparência que os demais (Teste 2 e 3). Dessa forma, realizou-se a caracterização destas amostras, visando definir a concentração de agentes carreadores a ser usada no experimento de secagem.

Shahidi e Han (1993), afirmam que é comum e aconselhável o uso de dois polímeros como agente carreador nos processos de secagem ou encapsulação, tendo em vista que um

pode não apresentar todas as propriedades ideais para auxiliar na secagem ou encapsulação de materiais. Tal informação confirma os resultados observados nos testes realizados neste estudo.

2.2.1. Caracterização físico-química dos pós da polpa de noni obtida com diferentes concentrações de agentes carreadores

A polpa de noni em pó produzidas nas condições dos Testes: As médias dos valores das análises físico-químicas das polpas de noni em pó, elaboradas com diferentes concentrações de maltodextrina (20DE) e gelatina natural comestível, na proporção 2:1, estão apresentados na Tabela 11.

Tabela 11. Médias e desvio padrão das determinações físico-químicas dos pós da polpa de noni filtrada obtidos com diferentes concentrações de agentes carreadores.

Testes*	Teor de água	Atividade de água	Sólidos solúveis	pH	Vitamina C
6	14,59 ± 0,01a	0,50 ± 0,01a	11,40 ± 0,04a	3,73 ± 0,01a	1.014 ± 1,7a
7	11,65 ± 0,01b	0,441 ± 0,00b	13,78 ± 0,02b	3,82 ± 0,01b	986 ± 1,5a
8	10,37 ± 0,01c	0,508 ± 0,00a	17,58 ± 0,01c	3,95 ± 0,01c	137 ± 1,7b

Legenda: *Médias seguidas da mesma letra, na coluna, não diferem pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade. Teste 6: 10% de agentes carreadores; Teste 7: 15% de agentes carreadores; 15% de agentes carreadores. Teor de água: g. 100g⁻¹, base úmida; Sólidos solúveis: °Brix; Vitamina C: mg de ácido ascórbico.g⁻¹.
Fonte: Dados da pesquisa.

Em relação ao teor de água dos pós, observa-se na Tabela 11, que todos os tratamentos diferiram ($p < 0,05$) entre si, indicando redução no teor de água do pó ao passo que houve aumento da concentração dos agentes carreadores. O pó com 20% de agentes (Teste 8), foi o que obteve o menor teor de água. Lancha et al. (2012), ao secar polpa de jabuticaba usando temperatura do ar de entrada de 140°C, também observou o mesmo comportamento ao adicionar maiores quantidades destes adjuvantes, visto que o aumento nas concentrações dos agentes de secagem, elevam o teor de sólidos do alimento, corroborando com os achados do estudo atual.

As partículas obtidas neste estudo apresentaram valores de atividade de água na faixa de 0,4 a 0,5. Todos os tratamentos apresentaram valores de atividade de água abaixo da faixa de 0,6, indicando maior estabilidade a deterioração por crescimento microbiano e reações químicas. As concentrações com 10 e 20% de agentes, não diferiram entre si, enquanto que o pó elaborado com 15% de adjuvantes, apresentou valor de atividade de água inferior. Goula et al. (2010), observaram efeito semelhante ao aumentar as concentrações de agente carreador no suco de laranja em pó. Os autores atribuíram esse comportamento ao fato que altas

concentrações de maltodextrina podem levar a formação de barreiras, impedindo a difusão da água durante o processo de secagem, o que pode ter ocorrido no atual estudo, com o pó elaborado com 20% de adjuvante. Além disso, outro fato que pode ter contribuído com um maior valor de atividade de água nesta, foi a presença da gelatina na composição do material. Segundo Carvalho (2017), as proteínas com propriedades gelificantes, como a gelatina, formam uma rede em sua estrutura, sendo capazes de aprisionar moléculas de água, inclusive a água não ligada.

Os sólidos solúveis representados na Tabela 11, em °Brix, apresentaram aumento progressivo conforme elevação na concentração dos adjuvantes de secagem, o que já era esperado, tendo em vista que este parâmetro expressa a fração solúvel dos sólidos presentes, como carboidratos, proteínas, dentre outros, e a mistura de agentes adicionada à polpa é composta por estes polímeros (OLIVEIRA et al., 2012).

Observa-se uma elevação do pH com o aumento na concentração do agente carreador. Assim, o pó com 20% apresentou pH maior e portanto, menos ácido que os outros dois tratamentos. Considerando que o pH é um fator relevante para a estabilidade dos alimentos, é importante ressaltar que, todos os pós obtidos neste trabalho encontram-se com pH abaixo de 4, sendo classificados como muito ácidos, fator protetor contra o crescimento de microrganismos (GALVÃO, 2016). Além disso, o pH é relevante para a solubilidade de proteínas, como a gelatina utilizada como agente carreador neste estudo, uma vez que faixas de pH próximas ao ponto isoelétrico da gelatina (pH neutro para maioria dos aminoácidos), podem reduzir a solubilidade, por aumentar as interações proteína-proteína (FENNEMA, 2010).

Os teores de ácido ascórbico foram maiores nos pós obtidos nos tratamentos com 10 e 15% de agente carreador, diferindo do tratamento elaborado com 20%. Esses resultados foram semelhantes aos encontrados por Rodriguez-Hernandez (2007), que ao estudarem a influencia da concentração dos agentes carreadores sobre o teor de ácido ascórbico do suco de cacto em pó, observou que concentrações maiores desses agentes, levaram a um menor teor desta vitamina no produto final. Os valores de ácido ascórbico do atual estudo encontraram-se acima da IDR de ingestão de vitamina C, para todos os grupos populacionais previstos. Os Testes 1 e 2 apresentaram teores deste composto correspondentes a doses suplementares, entretanto, dentro dos limites recomendados para suplementos alimentares (ANVISA, 2018).

2.2.2. Morfologia dos pós da polpa de noni filtrada obtidas com diferentes concentrações de agentes carreadores

Nas Figuras 10, 11 e 12 estão apresentadas as micrografias das partículas da polpa de noni em pó, obtidas por *spray drying*, utilizando como agentes carreadores uma mistura de maltodextrina (20DE) e gelatina comestível (razão 2:1), nas diferentes concentrações, 10% (Figura 10), 15% (Figura 11) e 20% (Figura 12), obtidas por microscopia eletrônica de varredura – MEV, usando uma amplitude de 2100x e 2450x.

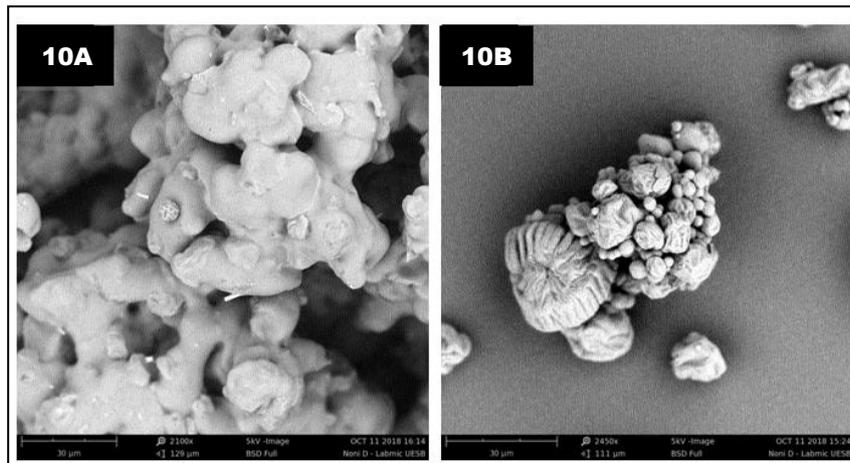


Figura 10. Micrografias da polpa de noni em pó com 10% de agentes carreadores.

Legenda: 10A: 2100x; 10B: 2450x.

Fonte: Pesquisa.

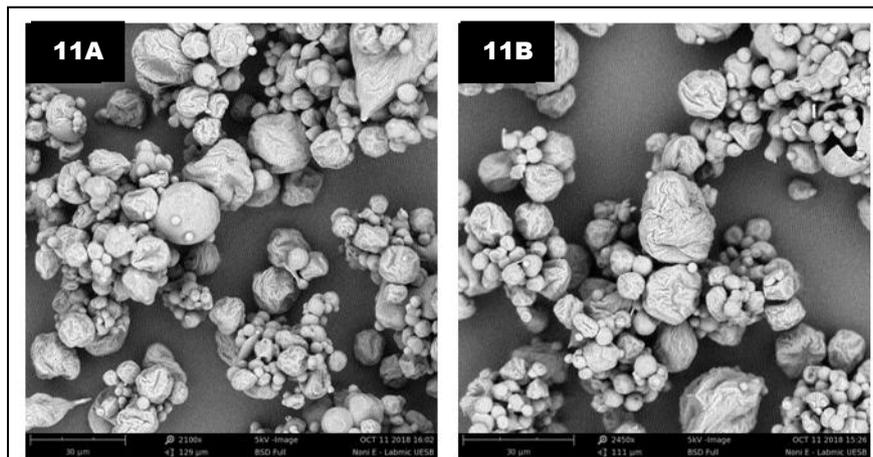


Figura 11. Micrografias da polpa de noni em pó com 15% de agentes carreadores.

Legenda: 11A: 2100x; 11B: 2450x.

Fonte: Pesquisa.

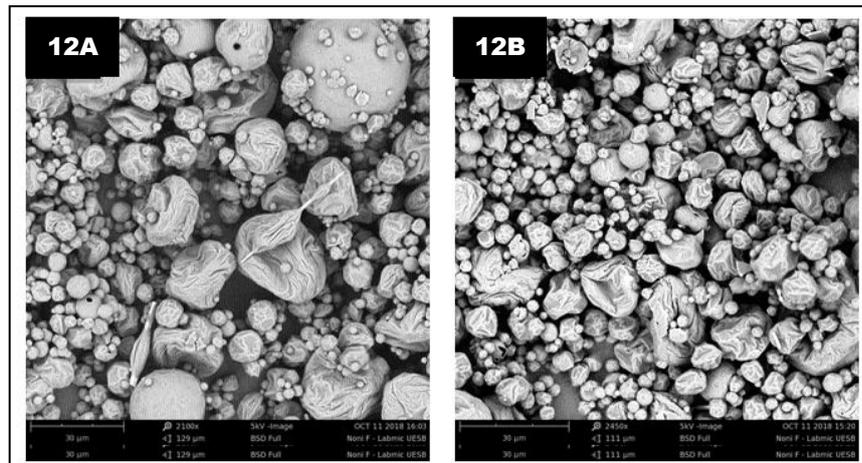


Figura 12. Micrografias da polpa de noni em pó com 20% de agentes carreadores.
 Legenda: 12A: 2100x; 12B: 2450x.
 Fonte: Pesquisa.

Na Figura 10 (10A e 10B) é possível visualizar que o pó obtido com 10% de agente carreador, apresenta partículas grandes em comparação com os demais, com diferentes formas geométricas (10A) ou sem definição (10B), fortemente ligadas entre si, compatível com características de um material amorfo. Já na Figura 11 (11A e 11B), observa-se que ao aumentar a concentração de agentes carreadores para 15% (volume/volume), as partículas apresentaram melhor definição de formas, tendendo ao formato esférico, aglomeradas, em que pequenas partículas aparecem ligadas à superfície de partículas maiores, porém aparentam interações mais fracas, com característica amorfa ou semicristalina.

Ao observar a Figura 12 (12A e 12B), é possível visualizar que ao aumentar a concentração dos agentes carreadores para 20%, as partículas apresentaram-se mais dispersas, com interações mais fracas, formas esféricas e menor tamanho em sua maioria, mostrando maior grau de uniformidade em relação às duas anteriores (Figura 1 e Figura 2). Estes resultados são semelhantes às características descritas por Walton (2000) e aos achados de Cano-Chauca (2005), ao observar a morfologia do pó de manga produzido por spray drying, usando como agentes carreadores maltodextrina e amido ceroso, com diferentes concentrações de celulose.

De acordo com Ferrari (2012), partículas mais secas podem apresentar-se mais lisas, rígidas e dispersas, porém as aglomeradas apresentam, geralmente, maior retenção dos bioativos presentes no núcleo, devido a proteção oferecida pela aglomeração dos grânulos, evitando a exposição excessiva destes ao calor do secador. Este autor afirma ainda que

partículas com aparência enrugada podem indicar menor grau de retenção dos compostos. Assim, maiores concentrações de agente carreadores são responsáveis por promover maior taxa de secagem na superfície das partículas, apresentando uma tendência à interações menos resistentes entre elas, maior dispersão, uniformidade no tamanho e superfícies mais lisas. Entretanto, essas partículas podem apresentar menor retenção dos bioativos de interesse, o que, possivelmente, contribuiu para a redução no teor de vitamina C no pó produzido com 20% de aditivos de secagem no estudo atual.

2.3. Teste de secagem utilizando diferentes temperaturas de entrada do ar de secagem e vazões de ar do bico atomizador e, caracterização físico-química dos pós

Os resultados das determinações físico-químicas dos pós da polpa do noni obtidos em diferentes temperaturas de entrada do ar de secagem e vazões de ar comprimido estão apresentados na Tabela 12.

Tabela 12. Médias e Desvio Padrão das determinações físico-químicas dos pós da polpa de noni obtidos em diferentes temperaturas de entrada do ar e vazões de ar.

Teste	Temperatura (°C)	Vazão (L/min)	Teor de água	Atividade de água
1	200	30	13,88 ± 0,17	0,5243 ± 0,001
2	180	10	-	-
3	180	20	10,38 ± 0,12	0,2612 ± 0,000
4	180	35	11,49 ± 0,51	0,3781 ± 0,002
5	180	40	11,55 ± 0,30	0,3793 ± 0,001
6	160	20	12,93 ± 0,11	0,373 ± 0,002
7	160	40	10,20 ± 0,40	0,3562 ± 0,002
8	140	40	13,65 ± 0,69	0,5087 ± 0,001

Legenda: Teor de água: g. 100g⁻¹, base úmida.

Fonte: Dados da pesquisa.

Para cada temperatura de entrada do ar de secagem, variou-se a vazão de ar do bico atomizador, a fim de definir os limites do Planejamento Fatorial Composto Central Rotacional (DCCR). Os valores máximos e mínimos das variáveis operacionais foram estabelecidos a partir da observação dos valores do teor de água e atividade de água apresentados na Tabela 12.

Conforme experiências adquiridas com as observações dos testes e experimentos realizados anteriormente, para definir a concentração do aditivo de secagem, a temperatura mínima para os testes realizados neste experimento foi fixada em 140°C e a vazão em 20 L.min⁻¹. De acordo com a literatura a temperatura de entrada do ar deve estar entre 120°C a

220°C, visto que nessa faixa de temperatura, ocorre a desidratação quase que instantaneamente (MASTER, 1986; GHARSALLAOUI et al, 2007). Dessa forma, optou-se por fixar o limite máximo de temperatura de entrada do ar em 200°C, enquanto que a vazão máxima foi de 40 L.min⁻¹.

Avaliando-se os resultados do teor de água e atividade de água das amostras avaliadas nos testes realizados, optou-se por excluir do planejamento as condições do Teste 1 (200°C x 30 L.min⁻¹), pois o pó elaborado nestas condições apresentou valores de teor de água e atividade de água ligeiramente mais elevados, em relação aos demais obtidos em temperaturas inferiores e próximos ao da temperatura mínima, não sendo interessante para o estudo. Outro fato observado foi em relação à vazão do ar comprimido, no Teste 2 (10 L.min⁻¹), na qual não houve formação de pó, possivelmente por não fornecer um *spray* adequado para o processo de secagem por atomização. Por esse motivo, optou-se por aumentar o valor da vazão de ar comprimido para 20 L.min⁻¹, sendo possível a obtenção da polpa em pó a partir deste valor.

De acordo com os resultados e observações realizadas nos testes deste experimento piloto, os limites de temperatura do ar de entrada e vazão do ar do bico atomizador, estudados a partir do DCCR, foram estabelecidos utilizando como valor mínimo para temperatura 140°C e 20 L.min⁻¹ para a vazão do ar, e o valor máximo foi fixado em 180°C e 40 L.min⁻¹.

3. Estudo do processo de secagem por *spray drying* da polpa de noni filtrada, por Metodologia de Superfície de Resposta (MSR)

Os limites das variáveis independentes do processo de secagem por *spray drying*, estudadas neste experimento em DCCR, foram estabelecidos com base nos resultados dos ensaios preliminares realizados, conforme descritos no Item 2.3 desta seção. A partir das observações realizadas em relação à formação de pó e das características físico-químicas das partículas obtidas (teor de água e atividade de água), estabeleceu-se para este estudo, limites mínimos de temperatura de entrada do ar (T) e vazão de ar no bico atomizador (V) de 140°C e 20 L.min⁻¹, e máximos: 180°C e 40 L.min⁻¹, respectivamente, enquanto que o valor médio corresponde à média calculada entre os limites fixados.

Na Tabela 13 estão apresentadas a matriz do planejamento utilizado com as variáveis independentes e respectivos valores das variáveis dependentes analisadas (teor de água – TA (%), base úmida), atividade de água – Aw, densidade aparente – D (g/cm³), solubilidade – S

(%, base seca), higroscopicidade – H (% , base seca), vitamina C – Vit. C (mg.100g⁻¹), índice de atividade antioxidante - IAA), nos pós obtidos.

Tabela 13. Médias e desvio padrão das determinações físico-químicas, físicas e antioxidante dos pós da polpa de noni filtrada.

Ensaio	Variáveis Independentes		Variáveis dependentes						
	X1 (°C)	X2 (L.min ⁻¹)	TA	Aw	D	S	H	Vit. C	IAA
1	-1(140)	-1(20)	11,17 ± 0,11	0,335 ± 0,003	0,38 ± 0,02	92,52 ± 0,32	31,41 ± 0,25	1.081,41 ± 8,74	0,09 ± 0,00
2	-1(140)	1(40)	14,65 ± 0,06	0,503 ± 0,000	0,33 ± 0,01	97,98 ± 0,71	18,68 ± 0,15	1.049,61 ± 3,66	0,10 ± 0,00
3	1(180)	-1(20)	10,31 ± 0,11	0,296 ± 0,003	0,42 ± 0,01	94,31 ± 0,78	38,86 ± 0,20	1.116,37 ± 18,46	0,09 ± 0,00
4	1(180)	1(40)	11,57 ± 0,11	0,348 ± 0,001	0,35 ± 0,01	95,96 ± 0,20	32,33 ± 0,37	964,01 ± 6,93	0,07 ± 0,00
5	-1,41(132)	0(30)	12,55 ± 0,21	0,476 ± 0,001	0,32 ± 0,01	91,57 ± 0,48	24,61 ± 0,48	1.106,21 ± 14,66	0,07 ± 0,00
6	1,41(188)	0(30)	9,54 ± 0,08	0,307 ± 0,001	0,39 ± 0,03	83,58 ± 0,45	41,85 ± 0,75	1.130,89 ± 5,00	0,12 ± 0,00
7	0(160)	-1,41(16)	12,13 ± 0,05	0,320 ± 0,001	0,36 ± 0,01	89,05 ± 0,03	34,29 ± 0,66	1.191,81 ± 9,15	0,12 ± 0,00
8	0(160)	1,41(44)	12,47 ± 0,15	0,478 ± 0,000	0,32 ± 0,01	86,38 ± 0,53	33,24 ± 0,55	1.054,02 ± 3,91	0,11 ± 0,00
9	0(160)	0(30)	10,60 ± 0,04	0,321 ± 0,001	0,42 ± 0,01	88,80 ± 0,45	37,89 ± 0,35	1.172,12 ± 9,48	0,12 ± 0,00
10	0(160)	0(30)	11,71 ± 0,08	0,289 ± 0,001	0,37 ± 0,01	88,96 ± 0,54	32,97 ± 0,24	1.171,79 ± 3,83	0,11 ± 0,00
11	0(160)	0(30)	9,73 ± 0,10	0,363 ± 0,000	0,34 ± 0,03	87,10 ± 0,25	40,42 ± 0,26	1.130,78 ± 6,04	0,11 ± 0,00

Legenda: X1 (T°C): Temperatura de entrada do ar; X2 (V L.min⁻¹): Vazão de ar do bico; TA: Teor de água (% , base úmida); Aw: Atividade de água; D: Densidade aparente (g/cm³); S: Solubilidade (% , base seca); H: Higroscopicidade (% , base seca); Vit. C: Vitamina C (g.100 g⁻¹); IAA: Índice de atividade antioxidante.

Fonte:Dados da pesquisa.

3.1. Teor de água (TA)

Pode-se observar na Tabela 13 que os valores referentes ao teor de água das polpas de noni em pó variaram entre 9,54 e 14,65%. Os ensaios 6 e 11 foram os que apresentaram partículas com menor teor de água, 9,54 e 9,73%, respectivamente, enquanto os maiores valores, foram de 14,65 e 12,55%, encontrados nos pós dos ensaios 2 e 5. Estes valores ficaram acima do valor previsto por Santana et al. (2014), que foi de 5%. O pó elaborado utilizando temperatura de 188°C e vazão de ar no bocal de 30 L.min⁻¹, foi o que mais se aproximou desse valor. No entanto, os valores encontrados estão de acordo com o preconizado (25%) pela legislação brasileira para frutas ou produtos de frutas secas ou dessecadas por processos tecnológicos adequados (BRASIL, 2005). Deve-se lembrar que, o teor de água em si pouco representa do ponto de vista da preservação do alimento, sendo esta diretamente relacionada à atividade de água. Do ponto de vista comercial, quanto maior o teor

de água, desde que se conserve o produto naturalmente, mais interessante a produção, do aspecto do produtor.

Na Tabela 14 é apresentado o resultado da análise de variância (ANOVA) para a variável teor de água (TA). Observou-se que não houve efeito significativo ($P > 0,05$ pelo teste de F) para o quadrado da temperatura.

Tabela 14. Análise de variância para a variável teor de água.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	25,17529	25,17529	98,6438	5,61574E-10
Vazão	1	10,2013	10,2013	39,97153	1,55088E-6
Temperatura ²	1	0,00198	0,00198	0,00777	0,9305
Vazão ²	1	12,87021	12,87021	50,42905	2,43124E-7
Temperatura*vazão	1	3,66927	3,66927	14,3772	8,90337E-4
Erro	24	6,12514	0,25521		
Total	59	78,66323			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 13 está ilustrado o gráfico com os efeitos principais para a variável teor de água e na Figura 14 o gráfico das interações.

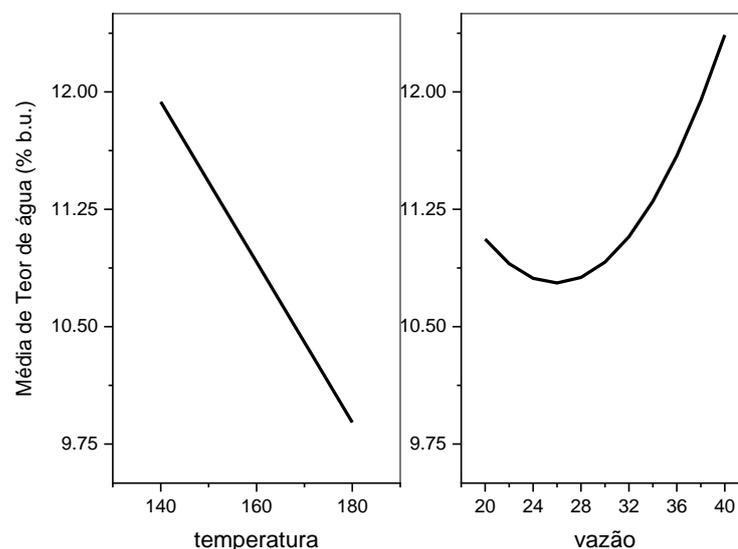


Figura 13. Gráfico dos efeitos principais da variável teor de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

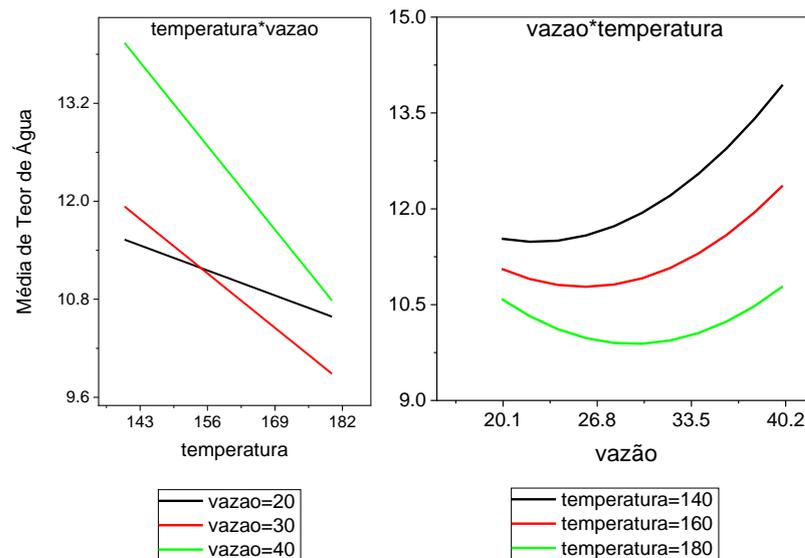


Figura 14. Gráfico das interações da variável teor de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

Observou-se que a interação se deu entre as temperaturas de 140 e 160 °C e que o efeito do aumento da temperatura foi de diminuir o teor de água, o que já era esperado, visto que um aumento na temperatura do ar de secagem, promove maior transferência de calor para o material e maior evaporação da água, enquanto que o aumento da vazão inicialmente diminui o teor de água para, posteriormente, aumentar. Uma vez que, o aumento da vazão de ar no bico, produz maior espalhamento da gota, gerando gotículas menores. Esse comportamento aumenta a superfície de contato do material com o ar promovendo uma secagem mais rápida. Entretanto, ao passo que se reduz o tamanho da gota, estas se tornam menos densas, facilitando seu escoamento para fora da câmara do equipamento, produzindo partículas mais úmidas, devido ao menor tempo de contato com o ar de secagem (QUECK, CHOCK e SWEDLUND, 2007; TONON, BARBET e HUBINGER, 2009; YOUSEF, 2011).

Estes resultados foram semelhantes aos encontrados por Rodriguez-Hernandez (2005), ao estudarem o teor de água do suco de cacto *pear* em pó, sob diferentes condições de temperatura (205 a 225°C) e pressão do ar comprimido (0,10 e 0,20 Mpa), sendo este último tem efeito semelhante sobre o tamanho da gota atomizada.

Após eliminar fatores não significativos, o modelo obtido, usando as variáveis codificadas, para o teor de água (% b.u.) em função da temperatura de entrada do ar e da

vazão de ar do bico, é dado pela Equação 2 . O coeficiente de determinação ajustado (R^2 ajustado) foi de 0,75, indicando que o mesmo explica 75% da variação total ocorrida, não descrevendo satisfatoriamente a influência das variáveis independentes sobre a variável resposta.

$$TA = 10,9 - 1,0T + 0,65V + 0,8V^2 - 0,5TxV \quad (\text{Equação 2})$$

Sendo:

TA = Teor de água (% , base úmida);

T = Temperatura de entrada do ar ($^{\circ}\text{C}$);

V = Vazão de ar do bico ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

De acordo com Little e Hills, (1978); Mendenhall, (1975) e Krishnaiah (2012), o coeficiente de determinação (R^2) indica o quanto a resposta varia em relação ao modelo ajustado. Sugere-se que um bom ajuste do modelo deve apresentar valores de R^2 superiores a 0,8. Quando o valor de R^2 se aproxima de 1, indica que o modelo empírico é satisfatório para explicar os dados experimentais. Valores de R^2 abaixo de 0,8 podem indicar uma inadequação do modelo para explicar a relação entre a variável dependente e a resposta.

Entretanto, é importante destacar que ao adicionar uma variável ao modelo o valor do coeficiente de determinação aumenta e, por esse motivo, nem sempre um valor baixo deste coeficiente pode ser entendido como uma inadequação do modelo. Esta informação indica que a equação ajustada para a variável teor de água, não apresentou bom ajuste aos dados experimentais. Assim, é possível que haja a necessidade de acréscimo de outras variáveis que melhor explicam a variação ocorrida.

Na Figura 15 é ilustrada a superfície de resposta obtida para a variável teor de água e a Figura 16 mostra a superfície de contorno para a mesma resposta. O valor mínimo obtido para o teor de água foi de 10,9%, correspondendo a temperatura de 160°C com vazão de $30 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.

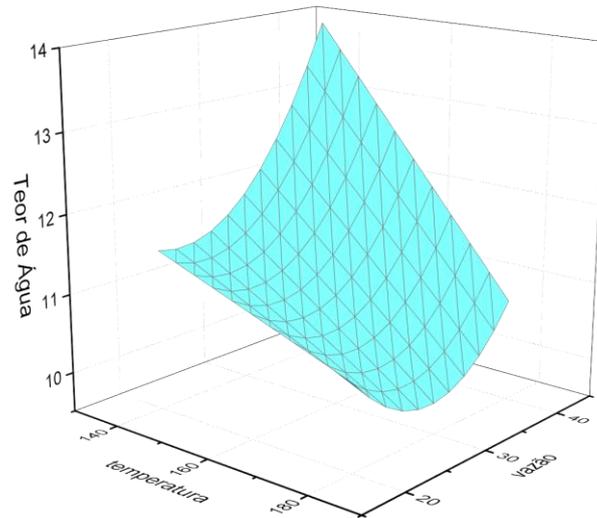


Figura 15. Superfície de resposta para a variável teor de água.

Legenda: Teor de água (% base úmida); temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

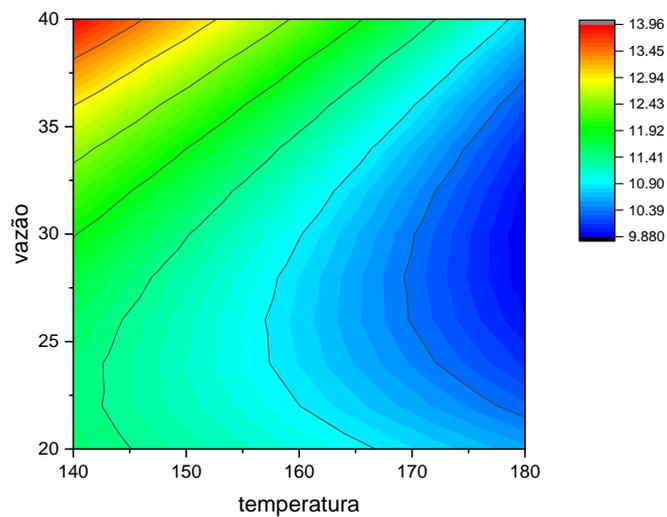


Figura 16. Superfície de contorno para a variável teor de água.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

3.2. Atividade de água (A_w)

Pode-se observar na Tabela 13, que os valores de atividade de água (A_w) variaram de 0,289 a 0,503, se mantendo abaixo 0,6, o que indica a estabilidade do produto final frente a

deterioração por microrganismos em todos os tratamentos. Os valores de atividade de água observados para os diferentes tratamentos estão de acordo com o valores preconizados por Labuza (1980), para um produto estável em relação ao crescimento microbiológico ($A_w < 0,6$) e próximos aos valores indicados por Rhamen (2008), o qual afirma maior estabilidade de produtos secos frente a reações químicas para valores de A_w acima de 0,3 e inibição do crescimento microbiológico abaixo de 0,6. Os valores encontrados nos pós da polpa de noni produzidos neste estudo são próximos aos observados para os pós elaborados com outras frutas, como no estudo realizado por Ferrari et al. (2012), com polpa de amora-preta, que encontrou valores de A_w entre 0,260 e 0,280, e Santhalakshmy et al. (2015), no suco de jambolão em pó.

O resultado da análise de variância (ANOVA) para a variável atividade da água (A_w) é apresentado na Tabela 15. Observou-se que todos os efeitos foram significativos no modelo quadrático completo ($P < 0,05$ pelo teste de F).

Tabela 15. Análise de variância para a variável atividade de água.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	0.06994	0.06994	199.39519	4.01468E-13
Vazão	1	0.07403	0.07403	211.04308	2.17563E-13
Temperatura ²	1	0.00619	0.00619	17.64163	3.17349E-4
Vazao ²	1	0.01643	0.01643	46.84345	4.44503E-7
Temperatura*Vazão	1	0.01005	0.01005	28.63919	1.7109E-5
Erro	24	0.00842	3.50766E-4		
Total	59	0.20244			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

O gráfico dos efeitos principais da variável atividade de água (A_w) para os fatores temperatura do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador está ilustrado na Figura 17 e na Figura 18 estão os gráficos das interações.

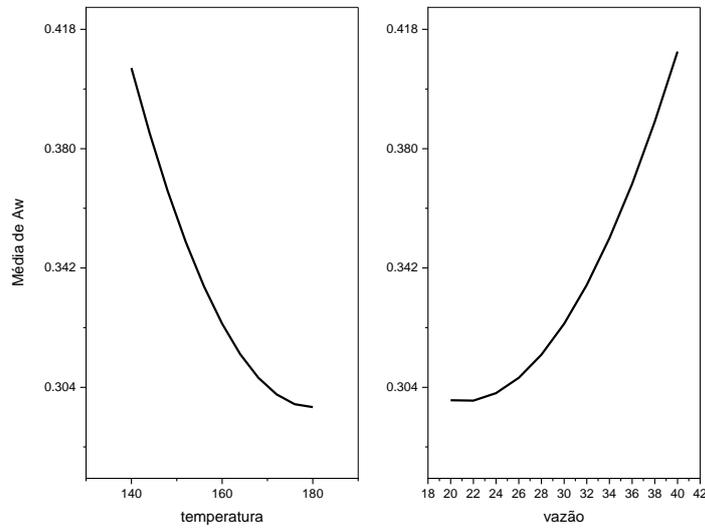


Figura 17. Gráfico dos efeitos principais da variável atividade de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem ($^{\circ}\text{C}$); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

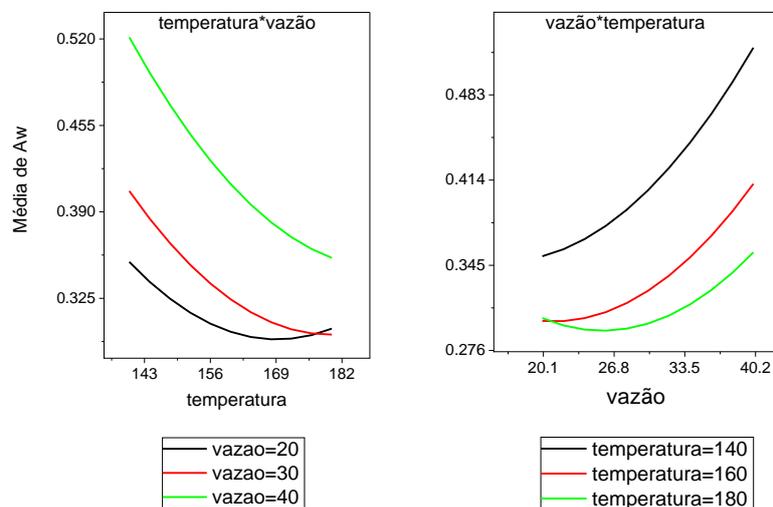


Figura 18. Gráfico das interações da variável atividade de água para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem ($^{\circ}\text{C}$); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

Nas Figuras 17 e 18 se observa o efeito quadrático da temperatura, diminuindo a A_w , o que é desejável e esperado, enquanto que o efeito do aumento da vazão é o aumento da A_w . Também se observa que a interação ocorre nas vazões de 20 e 30 L.min⁻¹ e nas temperaturas de 160 e 180°C. Esses comportamentos podem ser explicados pelo fato de que elevadas temperaturas do ar de secagem, promovem aumento na taxa de secagem, devido a uma maior transferência de calor e remoção da água presente na gotícula atomizada, enquanto a elevação da vazão dá origem a gotas menores e, conseqüentemente, menos densas, sendo facilmente empurradas para fora da câmara de secagem, comprometendo a eficiência do processo de forma semelhante ao observado para o teor de água.

Efeito semelhante da temperatura do ar de secagem sobre a atividade de água foi observado por Silva et al. (2014), para polpa de umbu em pó produzida por atomização. A literatura é pobre em estudos que correlacionam o efeito da vazão de ar do bico ou da interação da temperatura do ar de secagem com a vazão de ar do bico sobre a atividade de água de polpa de fruta em pó. Todavia, Chaul et al. (2017), relatam que menores valores de atividade de água foram encontrados no extratos de alecrim, quando se aumentou a vazão de ar comprimido do bico do atomizador. Esse achado contrapõe os resultados do trabalho atual, provavelmente devido à diferença na constituição química do material e aos diferentes níveis estudados para este fator (faixas de temperatura e vazão).

O modelo obtido para a atividade de água (A_w) em função da temperatura e da vazão de ar do bico, é dado pela Equação 3, com um R^2 ajustado= 0.92, indicando um bom ajuste entre os dados previstos pelo modelo e os dados reais, tendo em vista que o valor de R^2 se aproxima de 1,00. Dessa forma, os pontos previstos pelo modelo explicam satisfatoriamente a variação ocorrida na variável resposta, devido ao efeito das variáveis independentes estudadas.

$$A_w = 0,324 - 0,054T + 0,055V + 0,027T^2 + 0,031V^2 - 0,029TxV \quad (\text{Equação 3})$$

Sendo:

A_w = Atividade de água

T = Temperatura (°C)

V = Vazão de ar do bico (L.min⁻¹)

Portanto, para a atividade de água (A_w), obteve-se o modelo quadrático completo.

Na Figura 19 está ilustrada a superfície de resposta obtida para a variável atividade de água e na Figura 20 está a superfície de contorno para a mesma resposta. O valor mínimo

obtido para a atividade de água foi de 0,290, o que corresponde a uma temperatura de entrada do ar de 173,5 °C e vazão de ar do bico de 24 L.min⁻¹.

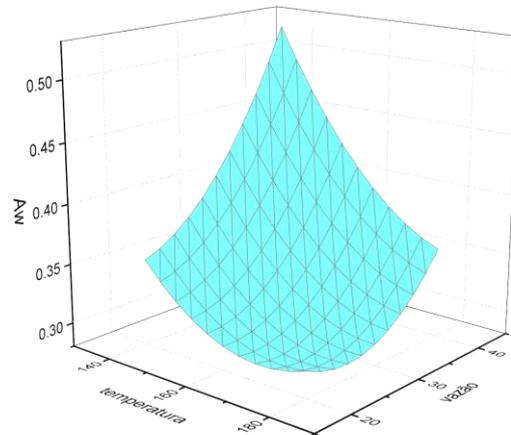


Figura 19. Superfície de resposta obtida para a variável atividade de água (A_w).

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

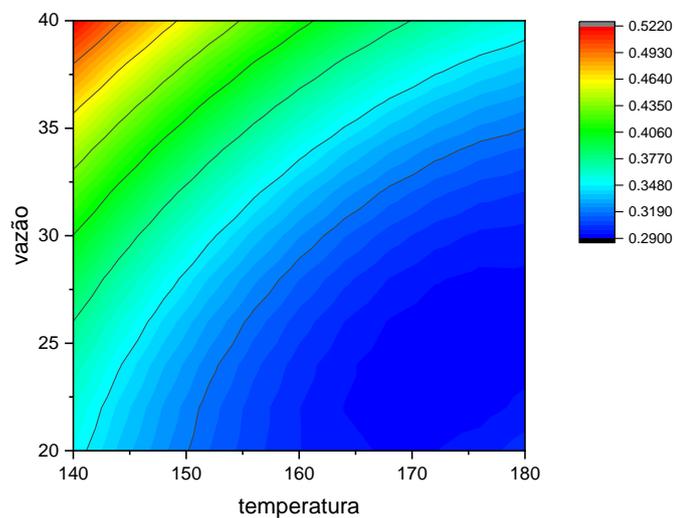


Figura 20. Superfície de contorno para a variável atividade de água (A_w).

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

3.3. Densidade aparente (D)

Os valores de densidade aparente, apresentados na Tabela 13, ficaram entre 0,32 e 0,42 g/cm³. Esses valores foram maiores que os encontrados por Goula e Adomopulos (2010), para a densidade do suco de laranja concentrado, que ficou entre 0,14 e 0,41g/cm³ e Lancha et al. (2012), na polpa de pitanga e jabuticaba que foram de 0,35 a 0,42g/cm³, e 0,30 a 0,33g/cm³, respectivamente. As diferenças entre os dados dos diferentes estudos, embora todos tratem de polpa de fruta desidratada, podem estar relacionadas à composição química da matéria prima utilizada e condições de secagem as quais cada uma foi submetida.

O resultado da análise de variância (ANOVA) para a variável densidade aparente (D) é apresentado na Tabela 16. Observou-se que só foram significativos (P<0,05 pelo teste de F) os efeitos lineares da temperatura e da vazão.

Tabela 16. Análise de variância para a variável Densidade Aparente.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	0,00978	0,00978	12,82614	0,00151
Vazão	1	0,01141	0,01141	14,97422	7,31984E-4
Temperatura ²	1	7,52969E-5	7,52969E-5	0,0988	0,75599
Vazão ²	1	0,00209	0,00209	2,7416	0,11079
Temperatura*Vazão	1	2,80015E-4	2,80015E-4	0,36741	0,55011
Erro	27	0,02268	8,40046E-4		
Total	59	0,06899			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

Como não houve interação entre os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador para a variável densidade aparente, obteve-se apenas o gráfico com os efeitos principais para a mesma, apresentado na Figura 21.

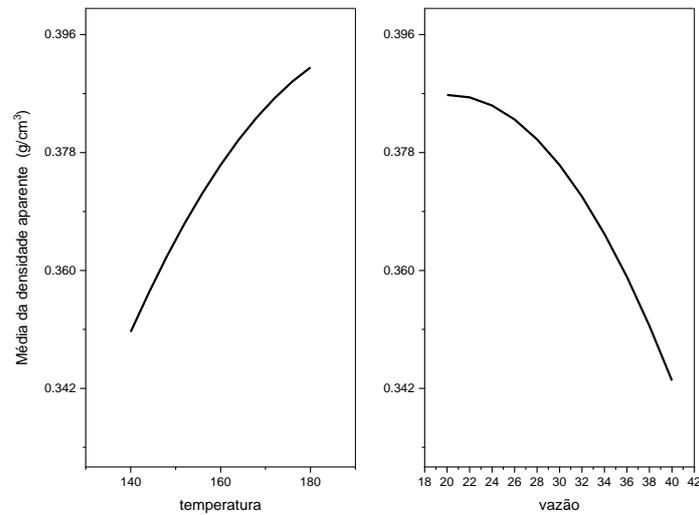


Figura 21. Gráfico dos efeitos principais da variável densidade aparente para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem ($^{\circ}\text{C}$); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 21 se observa o efeito da elevação da temperatura, aumentando a Densidade Aparente e do aumento da vazão, diminuindo-a. É possível que o efeito positivo exercido pela temperatura sobre a densidade seja atribuído ao fato que, o aumento deste fator leva a uma secagem mais intensa e, portanto, ocorre o encolhimento da partícula, possibilitando o acondicionamento de um maior número de partículas em um menor volume. Segundo Chaul et al. (2011), a temperatura de entrada do ar de secagem reduz o tamanho da partícula por promover uma secagem mais eficiente. Para Santana (2014), partículas que apresentam formas esféricas e mais lisas, características geralmente observadas em partículas menos úmidas, apresentam maior densidade, pois há um melhor empacotamento do pó. Dessa forma, um número maior de partículas, é facilmente comportado, ocupando um volume menor, corroborando com os achados do atual estudo.

No entanto, observa-se o efeito negativo exercido pela vazão do ar do bico sobre a densidade aparente do pó, indicando que devido ao curto tempo de permanência das partículas na câmara de secagem, estas podem apresentar um maior teor de umidade residual, impedindo o encolhimento da gota durante a secagem, formando partículas maiores. Partículas maiores tem dificuldade para serem empacotadas e por isso, ocupam um volume maior, reduzindo a densidade (KING, 1985). Chegine e Gobadian (2005), observaram efeito comparável exercido

pela temperatura do ar de entrada e velocidade de atomização, na densidade do suco de laranja em pó.

O modelo obtido para a densidade aparente (D) em função da temperatura de entrada do ar de secagem e da vazão de ar do bico é dado pela Equação 4. O valor do R² ajustado foi de 0,42, indicando que o modelo explica apenas 42% da variação total ocorrida na variável resposta, sob efeito das variáveis dependentes, portanto, não é o mais adequado para tal. Provavelmente, outras variáveis, que não foram aqui estudadas, deveriam se incluídas em um modelo para descrever, com mais precisão esta variável.

$$D = 0,376 + 0,02T - 0,02V \quad (\text{Equação 4})$$

Sendo:

D = Densidade aparente (g/cm³)

T = Temperatura (°C)

V = Vazão de ar do bico (L.min⁻¹)

Portanto, para a densidade aparente, obteve-se um modelo linear sem interações.

Na Figura 22 é ilustrada a superfície de resposta obtida para a variável densidade aparente e na Figura 23 é ilustrada a superfície de contorno para a mesma resposta.

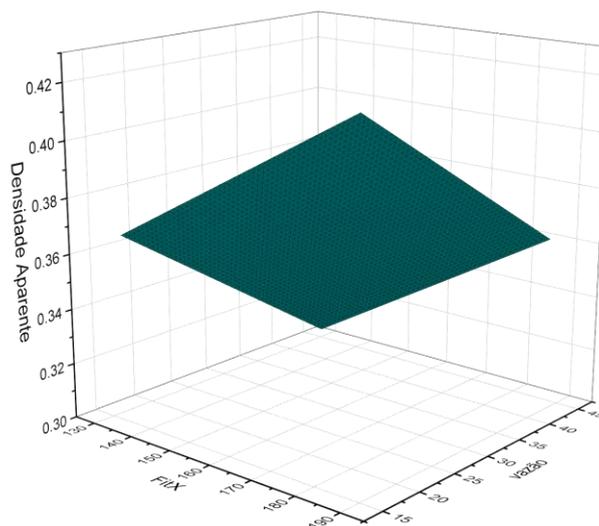


Figura 22. Superfície de resposta obtida para a variável densidade aparente.

Legenda: Densidade aparente (g/cm³); temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

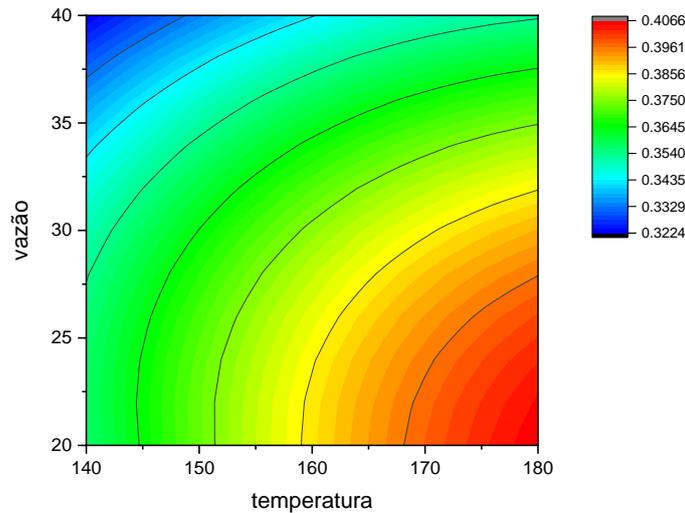


Figura 23. Superfície de contorno para a variável densidade aparente.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

3.4. Solubilidade (S)

Os valores médios de solubilidade apresentados na Tabela 13, variaram entre 83,58 e 97,98%. Todos os pós apresentaram um grau de solubilidade acima de 80%, sendo que os maiores percentuais para a solubilidade foram obtidos nos ensaios 2 e 4, enquanto que os ensaios 6 e 8 apresentaram percentual de solubilidade inferior aos demais. Os valores de solubilidade encontrados neste estudo estão próximos aos valores encontrados por Barbosa (2010), no suco em pó elaborado com misturas de frutas, na concentração de 15% de maltodextrina (20DE), utilizando temperatura de 155°C e 165°C. Este autor encontrou valores de solubilidade de 97,29 e 97,43%, respectivamente. Os valores aqui encontrados também estão próximos dos valores encontrados por Moreira et al. (2009), ao secar bagaço de acerola, nas temperaturas de 170 a 200°C, apresentando grau de solubilidade entre 90,97 e 96,92%.

Na Tabela 17 é apresentado o resultado da análise de variância (ANOVA) para a variável solubilidade. Observou-se que houve efeito significativo ($P < 0,05$ pelo teste de F) para todas as variáveis no modelo quadrático completo.

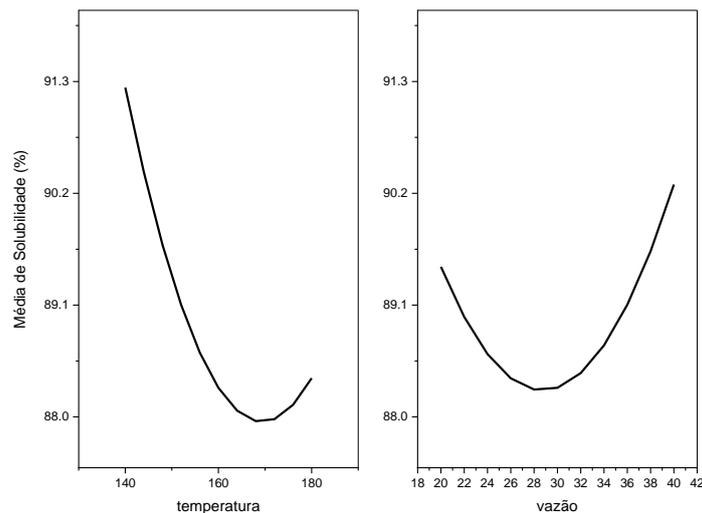
Tabela 17. Análise de variância para a variável solubilidade.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	49,05564	49,05564	103,2162	3,60519E-10
Vazão	1	3,92302	3,92302	8,25429	0,00837
Temperatura ²	1	20,63383	20,63383	43,41491	8,15667E-7
Vazão ²	1	43,101	43,101	90,68726	1,26569E-9
Temperatura*vazão	1	10,40132	10,40132	21,88504	9,41345E-5
Erro	24	11,4065	0,47527		
Total	59	1010,19102			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 24 é ilustrado o gráfico com os efeitos principais da variável solubilidade para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador e na Figura 25 é ilustrado o gráfico das interações.

**Figura 24.** Gráfico dos efeitos principais da variável solubilidade para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

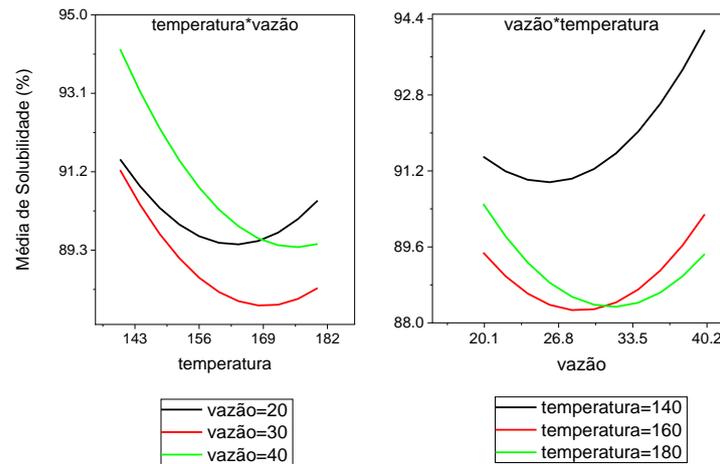


Figura 25. Gráfico das interações da variável solubilidade para os para fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

Observou-se que a interação se deu entre as temperaturas de 160 e 180°C e entre as vazões de 20 e 40 L.min⁻¹. O efeito destas variáveis foi de diminuir a solubilidade até um valor mínimo e, posteriormente, aumentar a solubilidade.

É provável que o efeito exercido pela temperatura sobre a solubilidade da polpa em pó, tenha ocorrido devido à composição do material secado. Considerando que uma fração do agente carreador utilizado na secagem da polpa é constituída de gelatina (proteína obtida da hidrólise do colágeno), é possível que tenha ocorrido desnaturação deste constituinte decorrente do aumento da temperatura. De acordo com Fennema (2010), o aumento da temperatura pode levar à desnaturação da proteína com perda das ligações de hidrogênio, aumentando a interação proteína-proteína, o que pode explicar a redução da solubilidade deste composto em água.

Adicionalmente, Chaul et al. (2017), relata que temperaturas mais elevadas podem reduzir o tamanho da partícula, devido a retirada da água, tornando-a menos densa e mais facilmente conduzida para fora da câmara. Isso reduz o tempo de exposição da proteína (gelatina) ao ar quente, o que neste caso, pode contribuir para uma melhor solubilidade do pó. Além disso, a possível redução no tamanho da partícula pode aumentar a interação desta com os solventes circundantes, devido à maior área superficial, resultando em maior solubilidade

do pó, o que pode explicar as observações realizadas neste estudo em relação à solubilidade do pó nas temperaturas máximas.

Observa-se também, que o aumento da vazão inicialmente, reduzindo a solubilidade, por maximizar a área superficial de contato do líquido com o ar, aumentando a exposição do material, inclusive da gelatina, à temperatura de secagem. Com a progressão da vazão, observa-se que o percentual de solubilidade aumenta, possivelmente devido à saída prévia da gota, que se torna ainda menor, reduzindo o tempo de exposição ao ar quente

Em geral, os estudos apontam um aumento da solubilidade com o aumento da temperatura e redução do tamanho de partícula, como observado por Fazaeli et al. (2012), no suco de amora preta em pó, e por Avila et al. (2015), no suco de cana de açúcar em pó.

Mesmo sendo observado uma ligeira redução da solubilidade em alguns dos ensaios realizados (Tabela 13), pode-se considerar que todos os pós apresentaram uma alta solubilidade, o que está de acordo com os achados do estudo realizado por Castro-Muñoz, Barragán-Huerta e Yáñez-Fernandes (2014), que encontraram valores de solubilidade de 67,71 a 99,71%, ao secar suco de cactus pear, usando como agente carreador maltodextrina e gelatina, nas temperaturas de 110 a 140°C.

O modelo obtido, usando as variáveis codificadas, para a solubilidade em função da Temperatura e da Vazão do bico de ar, é dado pela Equação 5. O coeficiente de determinação (R^2) foi de 0,22, indicando que o modelo proposto não foi adequado para explicar a variação ocorrida na variável solubilidade, em resposta às variáveis independentes estudadas.

$$S = 88,7 - 1,4T + 1,5T^2 + 0,4V + 1,6V^2 - 0,9TxV \quad (\text{Equação 5})$$

Sendo:

S = Solubilidade (%)

T = Temperatura (°C)

V = Vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹)

A superfície de resposta obtida para a solubilidade é ilustrada na Figura 26 e a superfície de contorno para a mesma resposta está apresentada na Figura 27. O valor mínimo obtido para a solubilidade foi de 87,9% correspondendo a temperatura de 169,5 °C e vazão de 30.

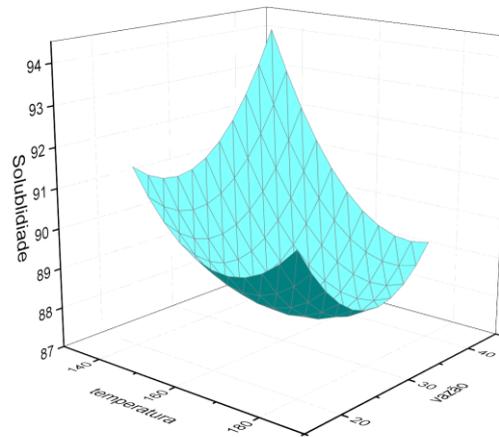


Figura 26. Superfície de resposta para a variável solubilidade.

Legenda: Solubilidade (% base seca); temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

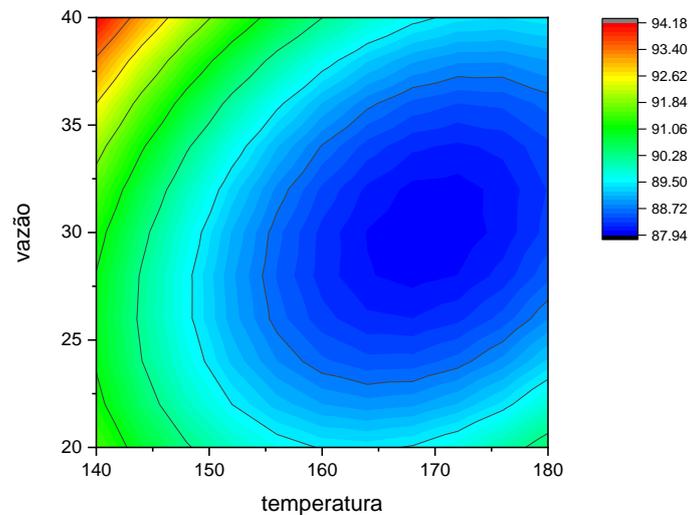


Figura 27. Superfície de contorno para a variável solubilidade.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

3.5. Higroscopicidade (H)

Os valores de higroscopicidade da polpa de noni em pó variaram entre 18,68 e 41,85% (Tabela 13), sendo considerado como produto muito higroscópico, de acordo com Gea Niro (2005) e Ávila, Rodríguez e Velásquez (2015), o que exige maior atenção em

relação ao acondicionamento e armazenamento do produto, pois pode apresentar característica pegajosa, se exposto à ambiente muito úmido. Esses valores estão próximos aos encontrados por Rodriguez-Hernandez et al. (2005), que obtiveram valores entre 36,32 e 48,93%, nos pós de figo-da-índia obtidos por *spray drying*, usando temperaturas entre 205 a 225°C e acima dos valores obtidos por Santana et al. (2016), na polpa de pequi em pó, obtida por *spray drying*, utilizando temperaturas de 140 a 200°C.

Na Tabela 18 está apresentado o resultado da análise de variância (ANOVA) para a variável higroscopicidade. Observou-se que houve efeito significativo ($P < 0,05$ pelo teste de F) para todas as variáveis no modelo quadrático completo.

Tabela 18. Análise de variância para a variável higroscopicidade.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	775,6598	775,6598	211,2342	2,15442E-13
Vazão	1	161,37565	161,37565	43,94717	7,40784E-7
Temperatura ²	1	73,47786	73,47786	20,01011	1,58533E-4
Vazão ²	1	100,85049	100,85049	27,46445	2,26213E-5
Temperatura*Vazão	1	28,738	28,738	7,82617	0,00999
Erro	24	88,12889	3,67204		
Total	59	1682,71205			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 28 está ilustrado o gráfico com os efeitos principais, para a variável higroscopicidade e a Figura 29 mostra o gráfico das interações para fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

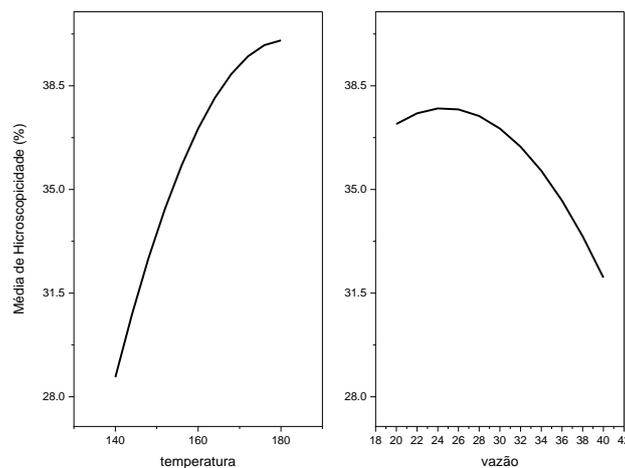


Figura 28. Gráfico dos efeitos principais para a variável higroscopicidade para fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

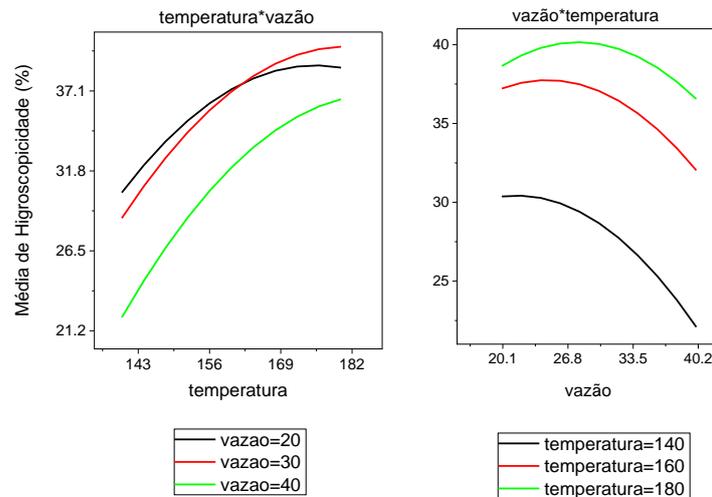


Figura 29. Gráfico representativo das interações da variável higroscopicidade para os fatores temperatura e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem ($^{\circ}\text{C}$); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

Observou-se que a interação se deu entre as vazões de 20 e 30 $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$. O efeito do aumento da temperatura foi o de um aumento decrescente da higroscopicidade, até um valor máximo. O efeito do aumento da vazão foi de, inicialmente, aumentar a higroscopicidade, até um valor máximo seguido de decréscimo desta variável.

O efeito crescente da temperatura sobre a higroscopicidade pode estar relacionado ao fato que o aumento da temperatura leva a um aumento da taxa de secagem produzindo pós com menor teor de umidade. Estes, por sua vez, devido ao gradiente de pressão, buscam um equilíbrio com o meio circunvizinho, tornando-se mais higroscópicos. Tonon et al. (2008), relatam que menores taxas de adsorção de umidade são encontradas nos pós obtidos em faixas de temperaturas decrescentes, visto que estes possuem maior teor de umidade, o que está de acordo com os achados do presente estudo, em que se observa um decréscimo na higroscopicidade das polpas de noni em pó obtidas nas temperaturas mais baixas. Isso pode ser explicado pelo fato dos pós produzidos nestas condições apresentarem maior teor de umidade.

O aumento da vazão de ar comprimido é inversamente proporcional ao tamanho da partícula formada. Partículas menores possuem uma maior área superficial, possibilitando maior contato com o ar úmido e maior adsorção de umidade. Nayak e Rastogi (2010), afirmam que o tamanho da partícula exerce grande influência sobre a higroscopicidade do pó, visto que partículas menores possuem maior área superficial de contato com o ambiente ao

seu redor, corroborando com os achados do atual estudo. Porém, o aumento da vazão para níveis ainda maiores, contribui com a formação de partículas minúsculas, que ao serem facilmente carregadas para fora da câmara, antes da secagem completa, resultam em um pó com maior teor de água e menor higroscopicidade.

O modelo obtido a partir das variáveis codificadas para a higroscopicidade em função da temperatura e da vazão de ar do bico, é dado pela Equação 6, em que valor obtido para o coeficiente de determinação é de $R^2 = 0,77$, indicando que apenas 77% da variação ocorrida na higroscopicidade, em resposta as variações da temperatura de entrada do ar e vazão de ar do bico, foi explicada pelo modelo.

$$H = 37 + 5,7T - 2,7T^2 - 2,6V - 2,46V^2 - 1,5TxV \quad (\text{Equação 6})$$

Sendo:

H = Higroscopicidade (% , base seca)

T = Temperatura (°C)

V = Vazão do bico de ar ($L \cdot \text{min}^{-1}$)

Na Figura 30 está apresentada a superfície de resposta obtida para a higroscopicidade e na Figura 31 mostra a superfície de contorno para a mesma resposta. O valor máximo obtido para a higroscopicidade foi de 40,1 % correspondendo a temperatura de 180°C e vazão de 28 $L \cdot \text{min}^{-1}$.

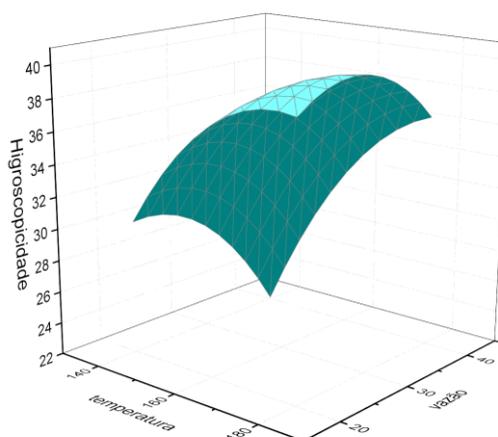


Figura 30. Superfície de resposta para a variável higroscopicidade.

Legenda: Higroscopicidade (% , base seca); temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($L \cdot \text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

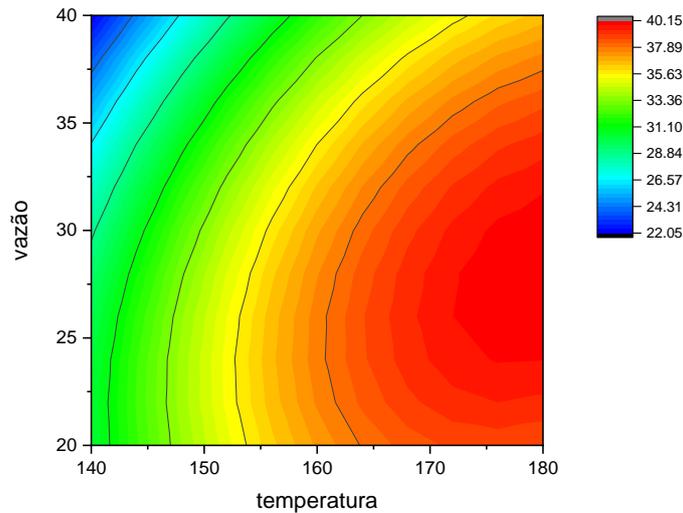


Figura 31. Superfície de contorno para a variável higroscopicidade.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem ($^{\circ}\text{C}$); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

3.6. Vitamina C (Vit. C)

O teor de Vitamina C variou entre 964,01 a 1.191,81 $\text{mg}\cdot 100\text{g}^{-1}$ (Tabela 13). É possível observar que houve uma retenção de 63,3% a 78,25% no teor de vitamina C da polpa de noni filtrada em pó em relação ao teor existente na polpa filtrada anteriormente à secagem (1.523 $\text{mg}\cdot 100\text{g}^{-1}$). A faixa de retenção de vitamina C encontrada nos pós da polpa de noni filtrada deste estudo, está dentro da faixa de retenção de vitamina C da polpa de pequi em pó encontrada por Santana et al. (2016), que foi de 42,4% a 89,5%, ao utilizar temperaturas de secagem entre 140 a 200 $^{\circ}\text{C}$ e, próximo ao encontrado por Patil, Chauhan e Sing (2014), na polpa de goiaba desidratada por *spray drying*, utilizando temperaturas entre 166,9 a 188,1 $^{\circ}\text{C}$, em que os níveis de retenção foram de 76,7% e 80,5%.

O resultado da análise de variância (ANOVA) para a variável vitamina C está apresentado na Tabela 19. Observou-se que dentre todos os fatores, só não foi significativo ($P>0,05$ pelo teste de F) o efeito linear da temperatura.

Tabela 19. Análise de variância para a variável vitamina C.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	92,73079	92,73079	0,41927	0,52345
Vazão	1	53870,23519	53870,23519	243,56733	4,56483E-14
Temperatura ²	1	13148,02157	13148,02157	59,44709	6,02607E-8
Vazão ²	1	20313,94847	20313,94847	91,8469	1,12041E-9
Temperatura*Vazão	1	10902,30112	10902,30112	49,29335	2,9336E-7
Erro	27	35744,19877	1323,85921		
Total	59	169815,63466			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

Nas Figuras 32 e 33 estão ilustrados os gráficos dos efeitos principais e o efeito da interação exercido pelas variáveis temperatura e vazão do ar do bico sobre a variável vitamina C.

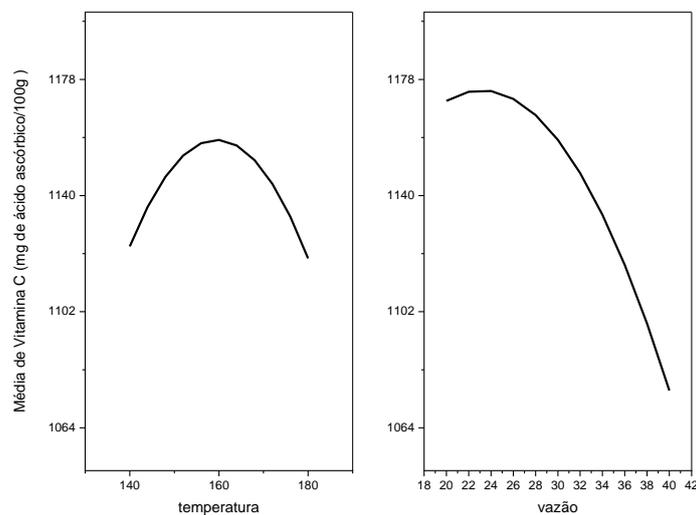


Figura 32. Gráfico dos efeitos principais para a variável Vitamina C para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

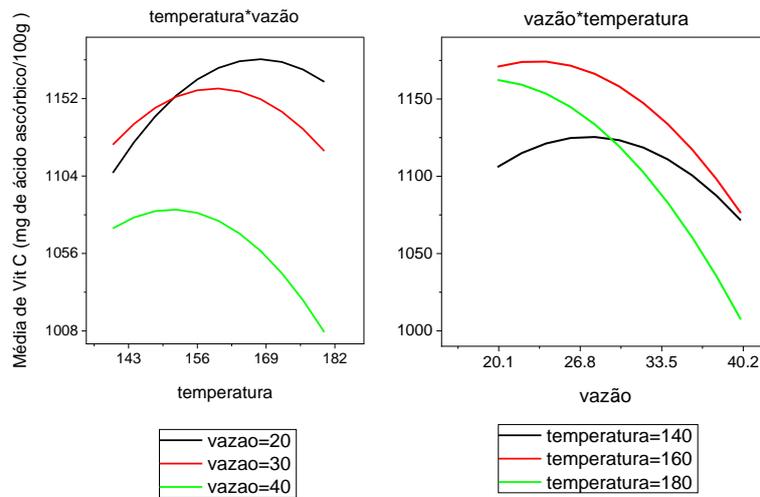


Figura 33. Gráfico das interações da variável vitamina C para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem ($^{\circ}\text{C}$); vazão: vazão de ar do bico atomizador ($\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$).

Fonte: Dados da pesquisa.

Nas Figuras 32 e 33, observa-se o efeito quadrático tanto da temperatura do ar de entrada, quanto da vazão de ar do bico, diminuindo o teor de vitamina C da polpa de noni em pó. Além disso, observa-se que a interação ocorre nas vazões de 20 e 30 $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ e nas temperaturas de 140 e 180 $^{\circ}\text{C}$ e.

O efeito negativo e indesejável, exercido pela a temperatura e a vazão sobre o teor de Vitamina C dos pós, se deve, provavelmente, à exposição da polpa a altas temperaturas, visto que este composto é sensível a temperaturas elevadas, sendo potencializado pelo efeito da vazão que é de diminuir o tamanho da gotícula, aumentando ainda mais a superfície de contato do material com o ar quente, durante a secagem. Omola, Jideani e Kapila (2015), afirmam que a vitamina C é a mais termolábil entre as vitaminas hidrossolúveis, e que é diretamente afetada pela temperatura do ar de secagem, ocorrendo degradação oxidativa irreversível. Efeito semelhante foi observado por Kaya et al. (2010), ao estudar o efeito da temperatura sobre o teor de vitamina C de kiwi, e por Rodriguez-Hernandez (2005) no suco de cacto pear, utilizando temperaturas entre 205 a 225 $^{\circ}\text{C}$ e pressão do ar comprimido de 0,10 a 0,20Pa.

O modelo obtido para a variável vitamina C (Vit. C) em função da temperatura de entrada do ar e da vazão de ar do bico é dado pela Equação 7. O valor do R^2 ajustado foi de

0,68, indicando que o modelo descreve apenas 68% da variação total ocorrida na variável resposta, sob efeito das variáveis dependentes, não sendo considerado satisfatório.

$$\text{Vit C} = 1158 - 47V - 37T^2 - 34V^2 - 30TxV \quad (\text{Equação 7})$$

Sendo:

Vit C= Vitamina C (mg de ácido ascórbico.100g⁻¹);

T= Temperatura (°C);

V= Vazão de ar do bico (L.min⁻¹).

Obteve-se, portanto, um modelo completo para a variável Vitamina C.

A Figura 34 mostra a superfície de resposta obtida para a variável vitamina C e a Figura 35 mostra a curva de contorno. Observa-se que valor máximo obtido para o teor de Vitamina C, utilizando o modelo obtido, foi de 1177,78 mg.100g⁻¹ correspondendo a temperatura de 167°C e vazão de 21,5 L.min⁻¹.

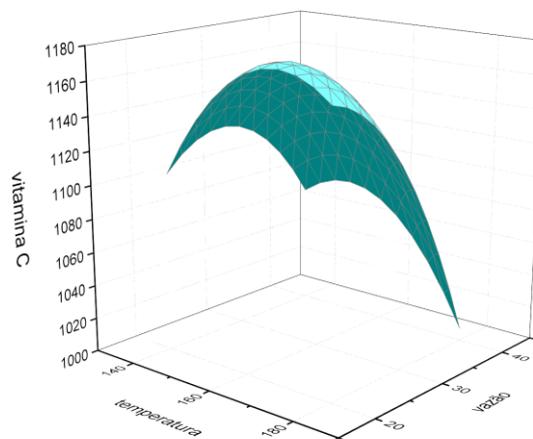


Figura 34. Superfície de resposta obtida para a variável vitamina C.

Legenda: Vitamina C (mg.100g⁻¹); temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

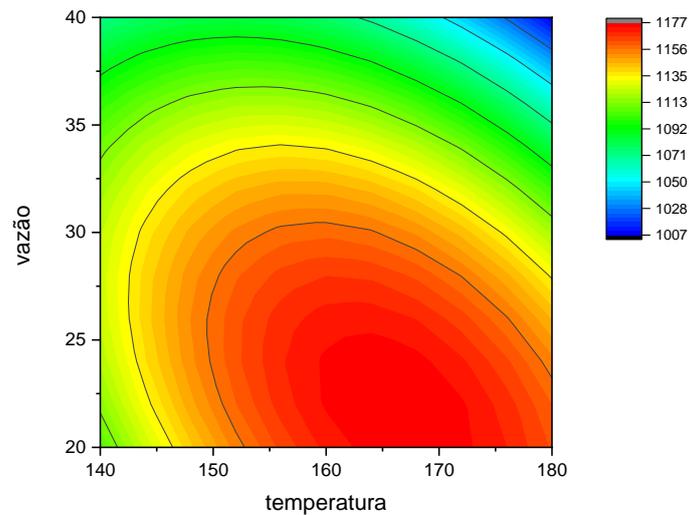


Figura 35. Superfície de contorno para a variável vitamina C.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

3.7. Índice de Atividade Antioxidante (IAA)

O índice de atividade antioxidante variou entre 0,07 e 0,12 (Tabela 13). Scherer e Godoy (2009), classificaram a atividade antioxidante de um composto ou substância, como: muito fraca (IAA < 0,5), moderada (IAA entre 0,5 e 1,0), forte (IAA entre 1,0 a 2,0), e muito forte (IAA > 2,0). De acordo com esta classificação, as polpas de noni em pó, apresentaram atividade antioxidante muito fraca, pois os valores do IAA dos pós são inferiores a 0,5. De acordo com esta classificação, pode-se observar que todos os pós obtidos nos ensaios do presente estudo, apresentaram atividade antioxidante muito fraca, o que pode ter ocorrido devido à alta concentração de vitamina C nos pós, visto que esta em elevadas concentrações pode causar um efeito pró-oxidante além da baixa concentração de outros compostos hidroxilados com ação antioxidante, como os constituintes fenólicos (DUARTE-ALMEIDA, 2006; MELLO, 2008).

A Tabela 20 apresenta a análise de variância para a variável IAA. Observou-se que houve efeito significativo ($P < 0,05$ pelo teste de F) para todas as variáveis no modelo quadrático completo.

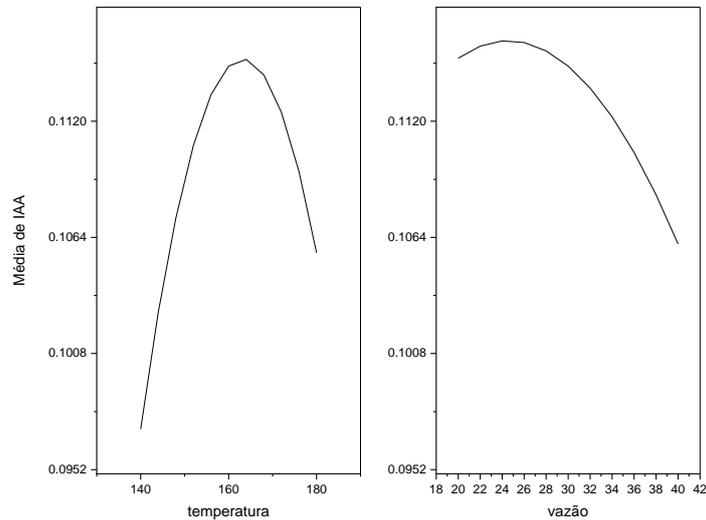
Tabela 20. Análise de variância para a variável IAA.

Causa da variação	G.L.	S.Q	Q.M.	F Calc.	Prob F
Temperatura	1	4.33648E-4	4.33648E-4	47.28675	4.11858E-7
Vazão	1	4.82093E-4	4.82093E-4	52.5695	1.71988E-7
Temperatura ²	1	0.00269	0.00269	293.76697	5.75758E-15
Vazão ²	1	2.84585E-4	2.84585E-4	31.03235	9.87864E-6
Temperatura*Vazão	1	3.69996E-4	3.69996E-4	40.34597	1.44374E-6
Erro	27	0.00454	1.68263E-4		
Total	59	0.01335			

Legenda: G.L.: Grau de liberdade; S.Q.: Soma quadrática; Q.M.: Média quadrática; F Calc.: F calculado; Prob F: Probabilidade F.

Fonte: Dados da pesquisa.

As Figuras 36 e 37 apresentam o efeito principal e o efeito da interação exercido pelas variáveis temperatura de entrada do ar e vazão de ar do bico, sobre a variável IAA.

**Figura 36.** Gráfico dos efeitos principais da variável índice de atividade antioxidante para os fatores temperatura e vazão de ar do bico.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

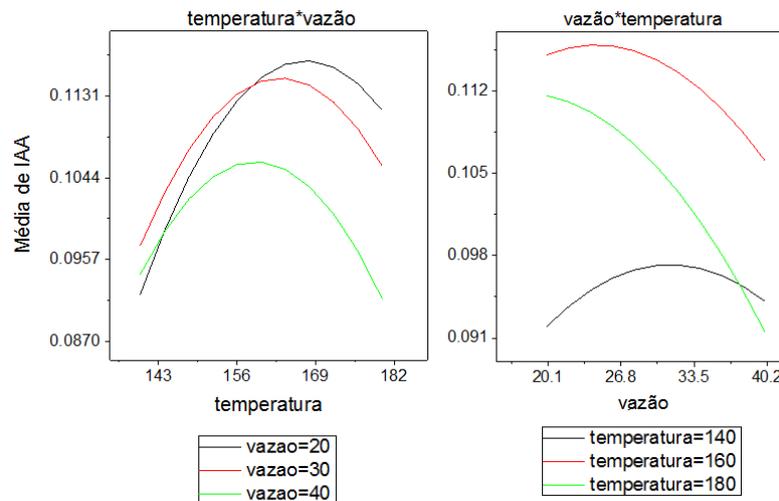


Figura 37. Gráfico das interações da variável índice de atividade antioxidante para os fatores temperatura de entrada do ar de secagem e vazão de ar do bico atomizador.

Legenda: temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 36, observa-se que o aumento da temperatura conduz a um aumento no valor do IAA até um ponto máximo, seguindo de queda deste valor. O mesmo ocorre com o aumento da vazão. Também se observou que há interações da temperatura com a vazão para todas as vazões e da vazão com a temperatura para as temperaturas de 140 e 180°C (Figura 37).

O comportamento observado para o efeito quadrático tanto da temperatura quanto da vazão pode indicar que as condições ótimas para produzir um pó com maior retenção de compostos com atividade antioxidante, estejam ao redor do ponto central, sugerindo um estudo mais detalhado, nesta região, a fim de se alcançar as condições ótimas.

Observou-se que, nas bases de dados consultadas, a literatura não é abundante em estudos que avaliam o efeito da temperatura de entrada do ar e da energia de atomização (vazão de ar do bico) sobre a atividade antioxidante de frutas, o que demonstra a necessidade de novos estudos na área. No entanto, Krishnaiah et al., (2012), observou efeito negativo da temperatura sobre a atividade antioxidante de extratos do noni em pó, diferente das observações do atual estudo. Já, Castro-Muñoz, Barragán-Huerta e Yáñez-Fernandez (2014), ao estudarem o efeito da temperatura e diferentes combinações de material de parede,

observou que a temperatura foi o fator que menos influenciou na capacidade antioxidante das betalaínas do cacto *pear*.

O modelo obtido para a variável IAA em função da Temperatura e da Vazão de ar do bico, é dado pela Equação 8. O valor do coeficiente de determinação (R^2 ajustado) foi de 0,48, indicando que o modelo não foi satisfatório para explicar a variação ocorrida no IAA, em resposta ao efeito das variáveis independentes estudadas, o que pode representar a necessidade de inserção de mais variáveis ao modelo.

$$IAA = 0,115 + 0,004T - 0,004V - 0,013T^2 - 0,004V^2 - 0,005TxV \quad (\text{Equação 8})$$

Sendo:

IAA= IAA;

T= Temperatura (°C);

V= Vazão de ar no bico (L/min).

O valor máximo obtido para o IAA, utilizando o modelo obtido, foi de 0,117 correspondendo a temperatura de 166,5°C e vazão de 22 L.min⁻¹. Na Figura 38 está ilustrada a superfície de resposta obtida para a variável IAA e na Figura 39 a superfície de contorno.

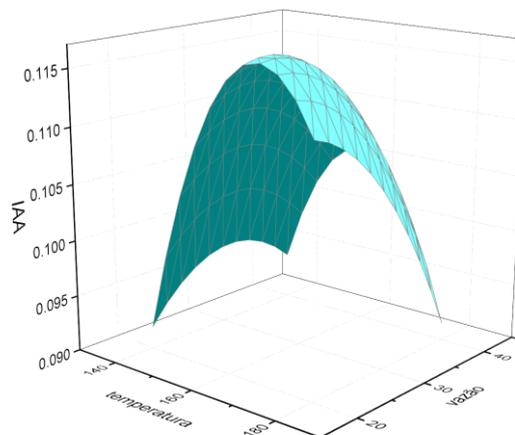


Figura 38. Superfície de resposta obtida para a variável índice de atividade antioxidante.

Legenda: IAA: Índice de atividade antioxidante; temperatura: temperatura de entrada do ar de secagem (°C); vazão: vazão de ar do bico atomizador (L.min⁻¹).

Fonte: Dados da pesquisa.

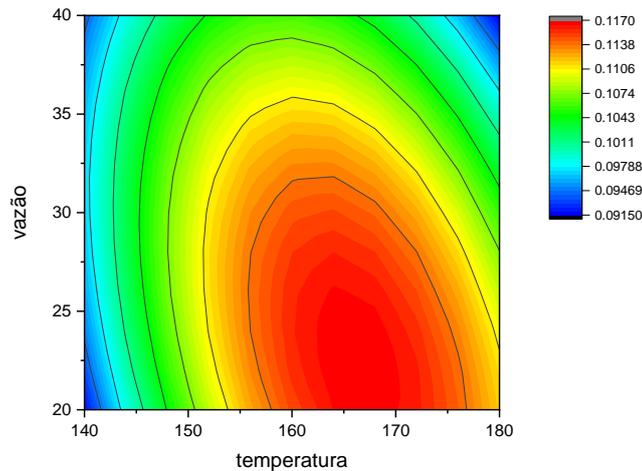


Figura 39. Superfície de contorno para a variável índice de atividade antioxidante.
 Legenda: vazão: vazão de ar do bico atomizador ($L \cdot \text{min}^{-1}$); temperatura: temperatura de entrada do ar ($^{\circ}\text{C}$).
 Fonte: Dados da pesquisa.

3.8. Morfologia dos pós da polpa de noni filtrada

Na Figura 40 estão apresentadas as micrografias dos pós da polpa de noni filtrada, produzidos nas temperaturas de 132, 160 e 188 $^{\circ}\text{C}$, com vazão de ar do bico atomizador de 30 $L \cdot \text{min}^{-1}$. Observou-se que na temperatura mais baixa (132 $^{\circ}\text{C}$) as partículas apresentaram formato irregular, superfície rugosa e estavam ligadas entre si, formando aglomerações de partículas menores sobre a superfície das maiores. As partículas obtidas nas temperaturas mais elevadas (160 $^{\circ}\text{C}$ e 188 $^{\circ}\text{C}$) apresentaram predominância de contornos regulares, formas esféricas, menos rugosas e mais dispersas. De acordo com as observações realizadas por Tonon et al. (2008), esse comportamento está associado às diferentes taxas de secagem, já que em temperaturas mais elevadas esta taxa é maior, levando a uma rápida evaporação da água contida na partícula e formação de uma crosta lisa e rígida em volta desta, enquanto que em baixas temperaturas do ar de secagem essa crosta tende a permanecer úmida e flexível por um maior período e, enquanto esfriam, as microcápsulas desinflam e murcham, dando origem a uma superfície rugosa. Ferrari et al. (2013), afirma que partículas com muitas rugosidades em sua superfície podem apresentar efeito negativo nas propriedades de fluidez do pó.

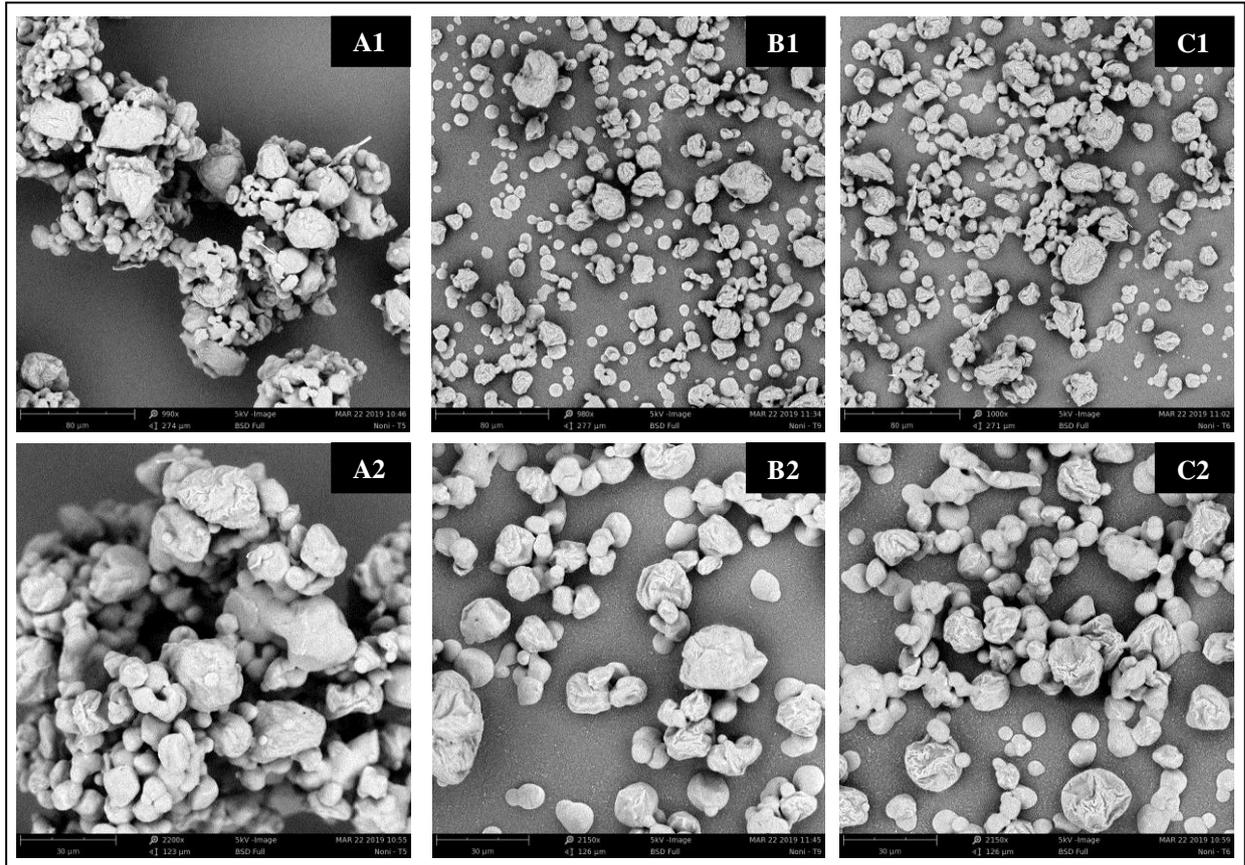


Figura 40. Micrografias dos pós da polpa de noni filtrada, produzidos nas temperaturas de 132, 160 e 188°C, com vazão de ar do bico atomizador de 30 L.min⁻¹.

Legenda: A: 132°C; B: 160°C; C: 188°C (sendo: 1= 1000x; 2= 2000x).

Fonte: Pesquisa.

Alamilla-Beltran, Chanona-Prez e Jimnez-Aparicio (2005) e Tonon et al. (2009), ao estudarem as propriedades morfológicas de maltodextrina e suco de açaí em pó, respectivamente, também observaram que o aumento da temperatura leva a formação de partículas com superfície mais lisa. De acordo com Osório et al. (2010), as esferas com superfícies mais lisas são desejáveis do ponto de vista da estabilidade do núcleo e liberação controlada do mesmo.

Na Figura 40 estão apresentadas as micrografias da polpa de noni filtrada, em pó, obtidas com diferentes vazões de ar do bico atomizador (16, 30 e 44°C) e temperatura de entrada do ar de secagem de 160°C. Observando as partículas obtidas na menor vazão de ar do bico atomizador 16 L.min⁻¹, notou-se que estas apresentaram superfície rugosa sem fendas ou poros, aparentando maior tamanho, com pequenas partículas aderidas à superfície de outras maiores. Este aspecto pode indicar a presença de superfícies com característica amorfa e também foi observado por Cano-Chauca et al. (2005), ao estudarem a microestrutura de

morango em pó. Estes autores afirmam que partículas com poucas fendas ou poros superficiais e que se apresentam ligadas à estruturas maiores, indicam a ausência de cristalinidade, sendo estas características compatíveis com superfícies amorfas. Na vazão intermediária 30 L.min⁻¹ foram visualizadas estruturas com superfícies mais lisas, formato tendendo à esfera e mais dispersas, o que possivelmente está relacionado a uma maior taxa de secagem, visto que o aumento da vazão de ar do bico atomizador reduz o tamanho da partícula a ser seca, aumentando a superfície de contato desta com o ar quente e, conseqüentemente, eleva-se a taxa de secagem, promovendo um rápido escoamento da água. De acordo com Nijdam e Langrish (2006), a rápida evaporação da água faz com que a pele da partícula se torne seca e rígida, evitando que esta possa desinflar ao percorrer regiões mais frias do secador. Partículas com superfícies menos rugosas e mais soltas são desejáveis, pois geralmente apresentam uma maior retenção de ativos presentes no núcleo e melhor escoabilidade do pó, além de melhor empacotamento, por se acomodarem em um menor volume mais facilmente, contribuindo para o aumento da densidade (ROSENBERG, KOPELMAN e TALMON, 1985; WALTON, 2000 e SANTANA et al., 2014). Observou-se ainda que, ao se utilizar a maior vazão de ar do bico atomizador (44 L.min⁻¹), foram obtidas partículas com predominância de formato irregular, formando um grande aglomerado, algumas apresentando superfície rugosa, como é possível observar nas micrografias C1 e C2 da Figura 41, provavelmente devido ao menor tempo de exposição destas à temperatura de secagem.

Ao analisar micrografias dos pós da polpa de noni filtrada (Figuras 40 e 41) foi possível observar que, a temperatura de entrada do ar de secagem que melhor contribuiu para a obtenção de micropartículas com características desejáveis do ponto de vista da estabilidade do núcleo, fluidez e empacotamento do pó foi de 160°C, assim como a melhor vazão identificada foi de 30 L.min⁻¹, correspondendo às condições do ponto central do planejamento experimental (Tabela 6).

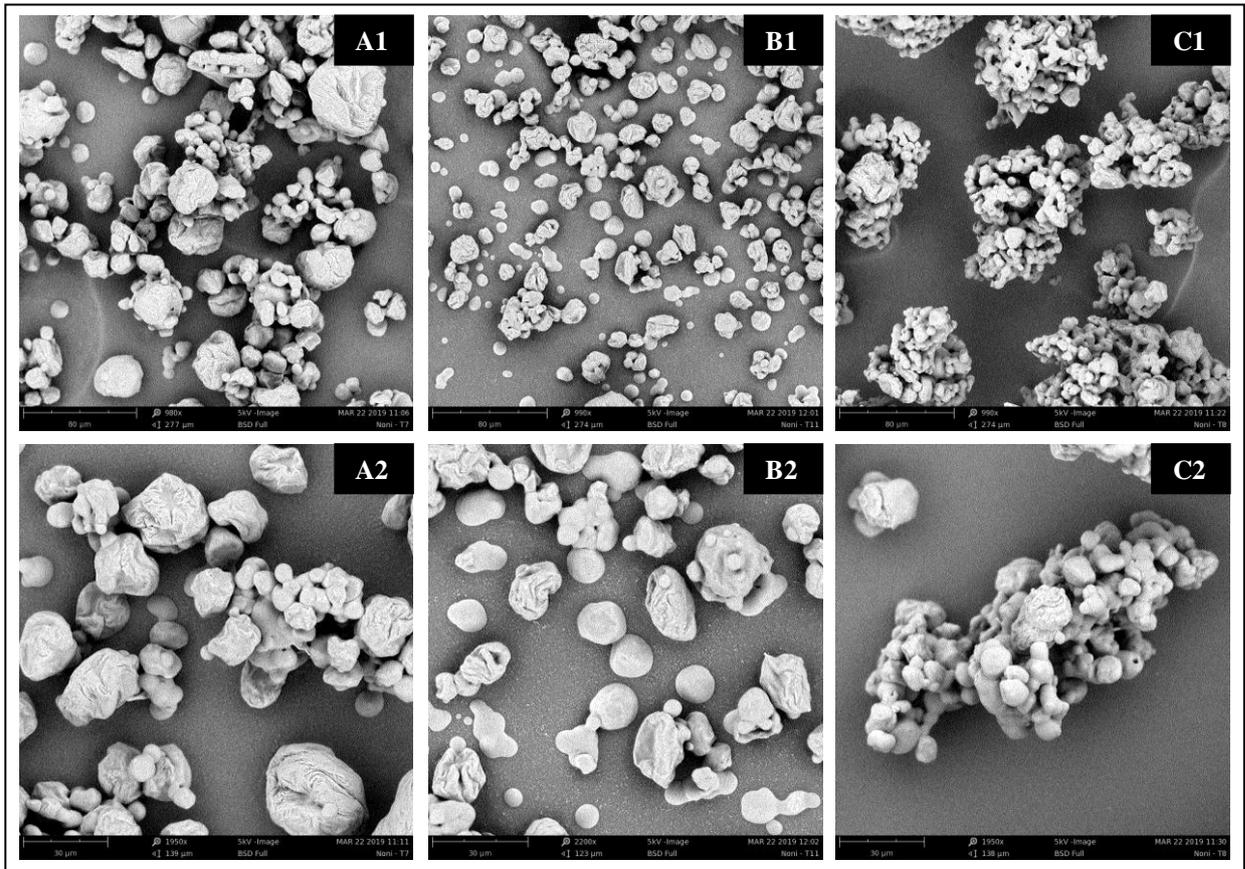


Figura 41. Micrografias dos pós da polpa de noni filtrada, obtidas com diferentes vazões de ar do bico atomizador ($16, 30$ e $44 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$) e temperatura de entrada do ar de secagem de 160°C .

Legenda: A: $16 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$; B: $30 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$; C: $44 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ (sendo: 1= $1000\times$; 2= $2000\times$).

Fonte: Pesquisa.

V – CONCLUSÃO

A caracterização da polpa de noni integral permitiu observar que esta é constituída em sua maioria por água e em menor quantidade por carboidratos e outros nutrientes e pode ser considerada uma boa fonte de vitamina C (ácido ascórbico). Assim, uma intervenção tecnológica, como a que foi feita neste trabalho, demonstrou a possibilidade de preservação de características da polpa, por encapsulação em *spray dryer*.

Em relação aos testes preliminares, as observações e resultados obtidos possibilitaram estabelecer condições ideais de preparo da polpa para a secagem, sendo: diluição da polpa integral na proporção de 2,5:1 (polpa:água, v.v⁻¹), filtração em filtro de liquidificador seguida por sistema de discos e, concentração de agentes carreadores de 15% (v.v⁻¹). Os resultados dos testes realizados em diferentes condições de temperatura do ar de entrada e vazões de ar do bico atomizador, indicaram os limites máximos (180°C e 40 L.min⁻¹) e mínimos (140°C e 20 L.min⁻¹, respectivamente) usados no planejamento da secagem da polpa de noni filtrada.

Diante dos resultados observados, constatou-se que foi possível obter a polpa de noni desidratada por *spray drying* em todos os ensaios do planejamento experimental em DCCR, com características físico-químicas e físicas aceitáveis que demonstram a qualidade dos pós obtidos, como baixo teor de água e atividade de água, alta solubilidade e alto teor de vitamina C.

Ao analisar a ANOVA e os gráficos de efeitos, observou-se que tanto a temperatura de entrada do ar, quanto a vazão de ar do bico atomizador, bem como a interação entre os níveis destes fatores, apresentaram efeito significativo para todas as respostas estudadas, com exceção apenas para a variável densidade aparente. Já em relação ao estudo realizado por meio da metodologia de superfície de resposta, foi possível concluir que, as condições ótimas para a desidratação, por *spray drying*, da polpa de noni filtrada corresponde à faixa de temperatura de entrada do ar de secagem de 160 a 173°C e vazão de ar do bico atomizador de 21,5 a 30 L.min⁻¹

Os resultados obtidos neste estudo apontam características promissoras da polpa de noni em pó, detonando potencial tecnológico e funcional desta, para a indústria de alimentos. As informações aqui despontadas mostram grande relevância para a comunidade acadêmica, visto que podem servir como fruto para novos estudos.

VI – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOU ASSI, R.; DARWIS, Y.; ABDULBAQI, I. M.; KHAN, A. A.; VUANGHAO, L.; LAGHARI, M. H. *Morinda citrifolia* (Noni): A comprehensive review on its industrial uses, pharmacological activities, and clinical trials. **Arabian Journal of Chemistry**. v. 10, p. 691-707, 2017.

ALENCAR, I. S. S ; VALE, B. N. ; WATARO, N. O. Teor de ácido ascórbico no suco de noni e em polpa de frutos. **Revista Cereus**, v. 8, p.154-171 , 2016.

ALTAF, M. M.; KHAN, M. S. A. ³ AHMAD, I. Diversity of bioactive compounds and their therapeutic potential. **In:** KHAN, M. S. A.; AHMAD I.; CHATTOPADHYAY, D. **New look to phytomedicine: advancements in herbal products as novel drug leads is a compilation of in-depth information on the phytopharmaceuticals.** [S.I.]: Academic Press, p. 15-34, 2019.

AMERI, A.; MAA, Y. F. Spray Drying of Biopharmaceuticals: Stability and Process Considerations. **Drying Technology**, v. 24, p. 763-768, 2006.

ALLAMILLA-BELTRÁN. L._ CHANONA-PÉREZ. J. J.. JIMÉNEZ-APARICIO. A.R.; GUTIÉRREZ-LÓPEZ. G.F. Description of morphological changes of particles along spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 67, p. 179-184, 2005.

ANVISA (Agencia Nacional de Vigilância Sanitária). **Informe Técnico n. 25**, 29 de maio de 2007. Disponível em:
<<http://portal.anvisa.gov.br/documents/33916/388729/Informe+T%C3%A9cnico+n.+25%2C+de+maio+de+2007/f1652e84-4529-4844-9c82-9d0889e1fd0>>. Acesso em: 17 maio. 2017.

ANVISA (Agencia Nacional de Vigilância Sanitária). **Justificativa para os limites máximos e mínimos de nutrientes, substâncias bioativas e enzimas da proposta regulatória de suplementos alimentares.** Brasília. DF, 2018.

AOAC – ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of Analysis**. 20. ed. Gaithersburg: Maryland, 2016.

ÁVILA, E. L.; RODRÍGUEZ, M. C.; VELÁSQUEZ, H. J. C. Influence of Maltodextrin and Spray Drying Process Conditions on Sugarcane Juice Powder Quality. **Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín**, v.68, p.7509-7520, 2015.

BARBOSA, A. F.; COSTA, I. C. M.; ZUCOLOTO, S. M.; GIORDANI, R. B. *Morinda citrifolia*: fatos e riscos sobre o uso do noni. **Revista Fitos**. v. 11, p.119-249, 2017.

BARBOSA, S.J. **Qualidade de suco em pó de misturas obtido por spray drying**. 2010. Dissertação (Pós-Graduação em Produção vegetal no semiárido) -Universidade Estadual de Montes Claros, Janaúba- MG, 2010.

BARROS, S. P. N.; MAIA, G. A.; BRITO, E. S.; NETO, M. A. S.; SAOUSA, J. A. In: XX Congresso Brasileiro de Fruticultura, 54th, 2008, Vitória/ES. Caracterização físico-química da polpa de noni (*Morinda citrifolia* L) (**Anais**). Vitória/ES, 2008.

- BELTRÃO, F. A. S.; SOUZA, K. P. de; SILVA, J. M. da. Caracterização de noni (*Morinda Citrifolia* L). **Engenharia Ambiental**, v. 11 , p. 38-44, 2014.
- BHANDARI, B. R.; DATTA, N.; HOWES, T. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. **Drying Technology**, v. 15, p.671-684, 1997.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity, **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**, London, v. 28, p. 25-30, 1995.
- BRASIL. Agencia Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução ANVISA/MS nº 386, de 05 de agosto de 1999. Aprova o "Regulamento técnico sobre aditivos utilizados segundo as boas práticas de fabricação e suas funções". **Diário Oficial da União**; Brasília. DF. 09 ago. 1999.
- BRASIL. Agencia Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução RDC nº 272, de 22 de setembro de 2005. Aprova o "Regulamento técnico para produtos de vegetais, produtos de frutas e cogumelos comestíveis". **Diário Oficial da União**; Brasília. DF. 23 set. 2005.
- BRASIL. Agencia Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução RDC nº 8, de 6 de março de 2013. Aprova o "Dispõe sobre a aprovação de uso de aditivos alimentares para produtos de frutas e de vegetais e geleia de mocotó.". **Diário Oficial da União**; Brasília. DF. 06 mar. 2013.
- BRENNAN, J. G.; HERRERA, J.; JOWITT, R. A study of some of the factors affecting the spray drying of concentrated orange juice, on laboratory scale. **Journal of Food Technology**, v. 6, p.295-307, 1971.
- BROADHEAD, J.; EDMOND ROUAN, S. K.; RHODES, C. T. The spray drying of pharmaceuticals. **Drug Development and Industrial Pharmacy**, v.18, p.1169-1206, 1992.
- CAI, Y.Z.; Corke, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, p. 1248-1252, 2000.
- CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carries on the microstructure of mango powder spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v-6, p. 420-428, 2005.
- CARVALHO, A. G. S. **Estudo da inclusão de antocianina do extrato da polpa de juçara (*Euterpe edulis* Martil) em particulas produzidas por spray drying e gelificação iônica.** 2017. 174f. Faculdade de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.
- CASTRO-MUÑOZ, R; BARRAGÁN-HUERTA, B. E.; Yáñez-Fernandes, J. Use of gelatin-maltodextrin composite as an encapsulation support for clarified juice from purple cactus pear (*Opuntia stricta*). **LWT - Food Science and Technology**, v. 62, p. 1, 242–248, 2015.
- CECHI, H. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos.** 2.ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 2007.

CELESTINO, S. M. C. **Princípios de secagem de Alimentos**. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 2010.

CETOX - Centro de Estudos Toxicológicos. Universidade Federal Do Ceará. **Toxicologia do noni**. Boletim 02. Disponível em:

<<http://www.cetox.ufc.br/boletins/arquivos%20boletins/Boletim%2002%20Noni.pdf>>.

Acesso em: 11 agosto de 2018.

CHAN-BLANCO, Y. et al. The noni fruit (*Morindacitrifolia* L.): a review of agricultural research, nutritional and therapeutic properties. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 19, p.645-654, 2006.

CHAUL, L. T.; CONCEIÇÃO, E. C.; BARA, M. T. F.; PAULA, J. R., COUTO, R. O. Engineering spray-dried rosemary extracts with improved physicochemical properties: a design of experiments issue. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 27, p. 236–244, 2017.

CHAVES, M. C. V; GOUVEIA, J. P. G; ALMEIDA, F, A. C; LEITE, J. C. A; SILVA, F. L. H. Caracterização físico-química do suco da acerola. **Revista de Biologia e Ciências da terra**, v. 4, 2004.

CHEGINI. R.G.; GHOBADIAN. B. Effect of spray-drying conditions on physical properties of orange juice powder. **Drying Technology**, v. 23, p. 657-668, 2005.

CHEGINI. R.G.; GHOBADIAN. B. Spray dryer parameters for fruit juice drying. **World Journal of Agricultural Science**, v. 3, p. 230-236, 2007.

CHEN, L.; REMONDETTO, G.E.; SUBIRADE, M. Food protein-based materials as nutraceutical delivery systems. **Trends in Food Science and Technology**, v. 17, p. 272–283, 2006.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manuseio**. 2. ed, Lavras: UFLA, 2005.

CHUNHIENG, M.T. **Développement de nouveaux aliments sante tropicale**: application à la noix du Brésil *Bertholettia excelsa* et au fruit de Cambodge *Morinda citrifolia*. 2003, 181p. Tese (Doutorado) - Institut National Polytechnique de Lorraine, France.

CORREIA, A. A. S. **Maceração enzimática da polpa de noni (*Morinda citrifolia* L.)**. 2010. 105fl. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos). Centro de Ciências Agrárias e Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2010.

CORREIA, A. A. S.; GONZAGA, M. L. C.; AQUINO, A. C.; SOUZA, P. H. M.; FIGUEIREDO, R. W.; MAIA, G. A. Caracterização química e físicoquímica da polpa do noni (*Morinda citrifolia*) cultivado no estado do Ceará. **Alimentos e Nutrição - Brazilian Journal of Food and Nutrition**, v. 22, p. 609-615, 2011.

CORREIA, A. A. S. Caracterização química e físico-química da polpa do noni (*Morinda citrifolia*) cultivado no estado do Ceará. **Alimentos e Nutrição - Brazilian Journal of Food and Nutrition**, v. 22, p. 609-615, 2012.

CROSBY, E.J.; MARSHALL, W.R. Effects of drying conditions on the properties of spray-dried particles. **Chemical Engineering Progress**, v. 54, p. 56–63, 1958.

COSTA, A. B. **Atividade antioxidante *in vitro* e antifúngica do noni (Morinda citrifolia L.)** (Mestrado em Alimentos e Nutrição). Universidade Federal do Piauí, Teresina, 2011.

COSTA, A. B.; OLIVEIRA, A. M. C. de ; SILVA, A. M. de O. E; MANCINI-FILHO, J.; LIMA, A. Atividade antioxidante da polpa, casca e sementes do noni (*Morinda citrifolia* Linn). **Sociedade Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v. 35, p. 345-354, Junho 2013.

DANTAS, D., PASQUALI, M.A., CAVALCANTI-MATA, M., DUARTE, M.E., LISBOA, H.M., Influence of Spray Drying Conditions on the Properties of Avocado Powder Drink, **Food Chemistry**, v. 266, p. 284-291, 2018.

DAZA, L. D.; FUJITA, A., FÁVARO-TRINDADE, C. S., RODRIGUES-RACT, J. N.; GRANATO, D.; GENOVESE, M. I. Effect of spray drying conditions on the physical properties of Cagaita (*Eugenia dysenterica* DC.) fruit extracts. **Food and Bioproducts Processing**, v. 97, p. 20–29, 2016.

DRUSCH, S.; MANNINO, S. Patent-based review on industrial approaches for the microencapsulation of oils rich in polyunsaturated fatty acids. **Trends in Food Science & Technology**, v. 20, p. 237-244, jul. 2009.

DZIEZAK, J. D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, Chicago, v. 42, p. 136-151, 1988.

FARIA, W. C. S.; BETT, S. C.; SANTOS C. G. B. dos ; BRASIL, A. S. ; GAUTO, R. F. ; SELHORST, A. M.; BESERRA, S.; OLIVEIRA, A. P. de. Caracterização físico-química e análise fitoquímica preliminar do fruto noni (*Morinda citrifolia* L.) produzido na cidade de Cuiabá – MT. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 08, p. 1208-1215, 2014.

FAZAEI, M.; EMAM-DJOMEH, Z.; ASHTARI, A. K.; OMID M. Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 667–675, 2012.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de Alimentos: Princípios e Prática**. 2ed. Porto Alegre: Artmed, 2006.

FENNEMA, O. R.; DAMODAFAN, S.; PARKIN, K. L. **Química de alimentos de Fennema**. 4. ed. Porto Alegre: Artmed, 2010.

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

FERRARI, C. C.; GERMER, S. P. M.; ALVIM, I. D.; VISSOTTO, F. Z.; AGUIRRE, J. M. Storage Stability of Spray-Dried Blackberry Powder Produced with Maltodextrin or Gum Arabic. **Drying Technology**, v. 31, p. 470–478, 2013.

FILKOVÁ, I.; MUJUMDAR, A. S. Industrial spray drying systems. In: Mujundar AS. **Handbook of Industrial Drying**. Nova York: Dekker, 1987.

GAVA, A.J.; SILVA, C.A.B.; FRIAS, J.R.G. **Tecnologia de alimentos: princípios e aplicações**. São Paulo: Nobel, 2009.p. 511.

GALVÃO LMV, SOUSA MM, DINIZ EFC, SILVA OA, NUNES LCC. Análise dos parâmetros físico-químicos de cajuína e cajuína obtido por spray dryer. In: Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimento. 2012. Campinas/SP. (**Anais**). CBCTA, 2016.

GEA NIRO RESEARCH LABORATORY. **GEA Niro analytical methods**. Disponível em:<<http://www.niro.com/methods>>. Acesso em 20. fev. 2019.

GHARSALLAOUI, A.; Gaëlle R.; Odile, C.; Andrée, V.; Rémi, S. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, p. 1107-1121, 2007.

GOMES PB. **Processamento da polpa de cagaita em sistema de membranas de microfiltração e avaliação das perdas de carotenoides pós-processo**. 2012. 107f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas), Faculdade de Farmácia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

GOULA A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray Drying Performance of a Laboratory Spray Dryer for Tomato Powder Preparation, **Drying Technology**, v. 21, p. 1273-1289, 2003.

GOULA A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Influence of spray drying conditions on residue accumulation - Simulation using CFD. **Drying Technology**, v. 22, p. 1107- 1128, 2004.

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

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

GREENSMITH, M. **Practical dehydration**. 2. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 1998.

GREENWALD, C.G; KING, C.J. The effects of design and operating conditions on particle morphology for spray dried foods. **Journal of Food Process Engineering**, v. 4, p. 171-187, 1981.

ISO - International Standard. **Determination of substances characteristic of green and black tea**. ISO 14502-1:2005 (E). Geneva: ISO Copyright, 2005.

JAYA, S.; DAS, H. Glass Transition and sticky point temperatures and stability/mobility diagram of fruit powders. **Food Bioprocess Technology**, v.2, p.89-95, 2009.

JITTANIT, W.; NITI-ATT, S.; TECHANUNTACHIKUL. O. Study of spray drying of pineapple juice using maltodextrin as an adjunct. **Chiang Mai Journal of Science**, v. 37, p. 498-506, 2010.

- JYOTHI, Naga V. N.; PRASANNA, Muthu P.; SAKARKAR, Narayan S.; PRABHA, Surya K.; RAMAIAH, Seetha P.; SRAWAN, G. Y. Microencapsulation techniques, factors influencing encapsulation efficiency. **Journal of Microencapsulation**, v. 27, p. 187–197, 2010.
- KAJIYAMA, T., & PARK, K. J. Influence of feed parameters on spray drying energy consumption. **Journal of Food Process Engineering**, v. 34, p. 414–426, 2011.
- KARIM, A.A.; BHAT, R. Fish gelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. **Food Hydrocolloids**, v. 23, 563–576, 2009.
- KAYA, A.; AYDINA, O.; KOLAYLI, S. Effect of different drying conditions on the vitamin C (ascorbic acid) content of Hayward kiwifruits (*Actinidia deliciosa*). **Food and Bioproducts Processing**, v. 88, p. 165–173, 2010.
- KENNEDY, J. F.; KNILL, C. J.; TAYLOR, D. W. Maltodextrins. In: KEARSLEY, M. W.; DZIEDZIC, S. Z. (Eds.). **Handbook of Starch Hydrolysis Products and their Derivatives**. London: Blackie Academic and Professional, 1995.
- KHURI, A. I.; CORNELL, J. A. **Response Surface: Designs and Analyses**. 2. ed., New York: Marcel Dekker, Inc., 1996.
- KING, C. J.; KIECKBUSCH, T. G.; GREENWALD, C. G. Food quality factors in spray drying. **Advantages in Drying**, v.3, p.71-120. 1984.
- KNIPSCHILDT, M.E. **Recent Developments in Spray Drying of Milk**. Denmark: APV. 1986.
- KOMMAREDDY, S.; TIWAN, S.B.; AMIJI, M.M. Techno. **Cancer Res. T**. v. 4, p. 615-25, 2005.
- KONG, Y; LI, D.; WANG L.; ADHIKARI, B. Preparation of gelatin microparticles using water-in-water (w/w) emulsification technique. **Journal of Food Engineering**, v. 103, p. 9–13, 2011.
- KRISHNAIAH, D.; BONO, A.; SARBATLY, R.; NITHYANANDAM, R.; ANISUZZAMAN, S.M. Optimisation of spray drying operating conditions of *Morinda citrifolia* L. fruit extract using response surface methodology. **Journal of King Saud University – Engineering Sciences**, v. 27, p. 26–36, 2012.
- KUIJPERS; A.J.; VAN WACHEM, P.B.; VAN LUYN, M.J.A., PLANTINGA, J.A., ENGBERS, G.H.M., KRIJGSVELD, J., ZAAT, S.A.J., DANKERT, J., FEIJEN, J. In vivo compatibility and degradation of crosslinked gelatin gels incorporated in knitted Dacron. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 51, 136–145, 2000.
- KUMAR, S.N.K.; SURESH, M.; KUMAR, S. A.; KALAISELVI, P. Bioactive compounds, radical scavenging, antioxidant properties and FTIR spectroscopy study of *Morinda citrifolia* fruit extracts. **International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences** v.3, p. 28-42, 2014.
- LABUZA, T.P. The effect of water activity on reaction kinetics of food deterioration. **Food Technology**, v.34, p.36-59, 1980.

LANCHA JP, GERMER SP M, DALLA DEA RC, FERRARI CC, ALVIM ID. Desidratação de polpa de jabuticaba em spray dryer: condições de processo e propriedades físico-químicas do pó. In: 6º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica, 2012, Jaguariúna – SP. **Anais do 6º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica**, 2012.

LITTLE, T.M.; HILLS, F.J. **Agricultural Experimentation Design and Analysis**. New York: John Wiley, 1978.

LIU, R. H.. Whole grain phytochemicals and health. **Journal of Cereal Science**, 46, 207-219, 2007.

LOPES, A. M. M.; SANCHES, G. A.; DE SOUSA, J. A.; e SILVA, de O. E. Noni—*Morinda citrifolia* L. **Exotic Fruits**, p. 319–325, 2018.

LUJÁN, L. L. M.; ILOKI, A. S. B.; RIVERA-CASTAÑEDA, E. G.; GIL- SALIDO, A. A.; ACOSTA-SILVA, A. L.; MEZA-CUETO, C. Y.; RUBIO-PINO, J. L. Nutritional and Phenolic Composition of *Morinda Citrifolia* L. (Noni) Fruit at Different Ripeness Stages and Seasonal Patterns Harvested in Nayarit, Mexico. **International Journal of Nutrition and Food Sciences**. v. 3, p. 421-429, 2014.

MASTERS, K. **Spray Drying Handbook**. 4ed. Londres: George Godwin, 1985.

McCLATHEY, W. From Polynesian healers to health food stores: changing perspectives of *Morinda citrifolia* (Rubiaceae). **Integrative Cancer Therapies**, v. 1, p. 110-120, 2002.

MEIRELES-ARRIAGA, A. I.; RUIZ-LÓPEZ, I. I.; HERNÁNDEZ-GARCÍA, P.A.; ESPINOSA-AYALA, E.; LÓPEZ-MARTÍNEZ, L. X.; MÁRQUEZ-MOLINA, O. The impact of convective drying on the color, phenolic content and antioxidant capacity of noni (*Morinda citrifolia* L.). **Food Science and Technology**, v. 36, p. 583-590, 2016.

MELO, E. de A., MACIEL, M. I. S., LIMA, V. L. A. G. de, NASCIMENTO, R. J. do . Capacidade antioxidante de frutas. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 44, p. 193-201, 2008.

MENDENHALL, W. **Introduction to Probability and Statistics**. 4. ed. North Settuat - MA: Duxbury Press, 1975.

MOREIRA, G. E. G; COSTA, M. G. M.; SOUZA, A. C. R. de; BRITO, E. S. de; Medeiros, M. de F. D. de. AZEREDO, H. M. C de. Physical properties of spray dried acerola pomace extract as affected by temperature and drying aids. **LWT – Food Science and Technology**, v.42, n.2 , p.641-645, 2009.

MUJUMDAR, A; S. **Handbook of Industrial Drying**. 2.ed. New York: Marcel Dekker, 1995.

MURUGESAN, R.; ORSAT. V. Spray Drying for the Production of Nutraceutical Ingredients-A Review. **Food Bioprocess Technology**, v. 8, p. 1-12, 2011.

NASCIMENTO, L. C. S. **Caracterização Centesimal, Composição Química e Atividade Antioxidante do Noni (*Morinda Citrifolia* L.) Cultivado no Município de Zé Doca-MA** (Dissertação - Mestrado). Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

NAYAK, C. A.; RASTOGI, N. K. Effect of selected additives on microencapsulation of anthocyanin by spray drying. **Drying Technology**, v. 28, p.1396-1404.

NELSON, S. C. *Morinda citrifolia* (noni): Rubiaceae (coffee family). **Species Profiles for Pacific Island Agroforestry**. Disponível em: <www.traditionaltree.org>. Acesso em: 20 janeiro de 2018.

NIJDAM, J.J.; LANGRISH, T.A.J. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. **Journal of Food Engineering**, v. 77, p. 919— 925, 2006.

OBÓN, J.M., CASTELLAR, M.R., ALACID, M. AND FEMÁNDEZ- LÓPEZ, J.A. Production of a red-purple food colorant from *Opuntia stricta* fruits by spray drying and its application in food model systems. **Journal of Food Engineering**, v.90, p. 471-479, 2009.

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

OLIVEIRA, M. I. S.; TONON, R. V., NOGUEIRA, R. I. CABRAL, L. M. C. Estabilidade da polpa de morango atomizada utilizando diferentes agentes carreadores. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 16, p. 310-318, 2013.

OMOLOLA, A. O.; JIDEANI, A. I. O.; KAPILA, P. F. Quality properties of fruits as affected by drying operation. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 57, p. 95–108, 2015.

ORDÓÑEZ, J.A. et al. **Tecnologia de Alimentos: componentes dos alimentos e processos**. Porto Alegre: Artmed, p. 294

ORTEGA, A. M. M.; CAMPOS, M. R. S. Bioactive Compounds as Therapeutic Alternatives. CAMPOS M. R. S. **Bioactive Compounds: health benefits and potential applications** provides. New Delhi: Doodhead Publishing, 2019. p. 247-264.

OSÓRIO, W. R.; PEIXOTO, L. C., CANTÉ, M. V., GARCIA, A. Microstructure features affecting mechanical properties and corrosion behavior of a hypoeutectic Al–Ni alloy. **Materials e Design**, v. 31, p. 4485–4489, 2010.

PARK, K. J.; YADO, M. K. M.; BROD, F. P. R. Estudo de secagem de pêra bartlett (*Pyrus sp.*) em Fatias. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, p. 288-292, 2001.

PARK, K. J.; ANTONIO, G. C.; OLIVEIRA, R. de; PARK, K. J. B. **Conceitos de processos e equipamentos de secagem**. Campinas: Editora da UNICAMP, 2007.

PALIOTO, G. F.; SILVA, C. F. G.; MENDES, M. P.; ALMEIDA, V. V.; ROCHA, C. L. M. S. C.; TONIN, L. T. D. Composição centesimal, compostos bioativos e atividade antioxidante de frutos de *Morinda citrifolia* Linn (noni) cultivados no Paraná. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**. v. 17, p. 59-66, 2015.

PATEL, R. P. PATEL, P.M.; SUTHAR, M.A. Spray drying technology: an overview. **Indian Journal of Science and Technology**, v. 10, p. 44-47, 2009.

PAWLUS, A.D.; KINGHORN, D.A. Review of the ethnobotany, chemistry biological activity and safety of the botanical dietary supplement *Morinda citrifolia* (noni). **Journal of Pharmacy and Pharmacology**. v.59, n.12, p. 1587-1609, 2007.

PEIXOTO, M. M. **Prospecção de propriedades físicas e químicas e da atividade antioxidante do fermentado de noni (*Morinda citrifolia*)**. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Centro de Difusão de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Eng. e Ciência de Alimentos – Universidade do Sudoeste da Bahia.

POMBO, J. C. P. **Otimização do processo de secagem da polpa de cupuaçu em spray dryer**. 2017. 96f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Pará. Instituto de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Belém, 2017.

PRAXEDES, W. D. S. et al. Avaliação das características físico-químicas de frutos do noni (*Morinda citrifolia* L.). In: VII CONNEPI - Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação, Palmas, 2012, Palmas – TO. **Anais do VII CONNEPI - Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação**, 2012.

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

RAHMAN, M.S. **Food Properties Handbook**. 2. ed. Taylor & Francis Group: LLC, 2008.

RAMOS, P. A.S.; SEDIYAMA, T.; VIANA, A. E. S.; PEREIRA D. M.; FINGER, F. L. Efeito de inibidores da peroxidase sobre a conservação de raízes de mandioca in natura. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 16, p. 116-124, 2013.

RODRIGUEZ-HENANDEZ, G. R.; GONZALEZ-GARCIA, R.; GRAJALES-LAGUNES, A.; RUIZ-CABRERA, M.A. Spray drying of cactus pear juice (*Opuntia streptacantha*) - Effect on the physicochemical properties of powder and reconstituted product. **Drying Technology**, v. 23, p. 955-973, 2005.

ROOS, Y.; KAREL, M. Water and molecular weight effects on glass transitions on amorphous carbohydrates and carbohydrate solutions. **Journal of Food Science**, v. 56, p. 1676-1681, 1991.

ROSA, E.D.; TSUKADA, M.; FREITAS, L.A.P. **Secagem por atomização na indústria alimentícia: fundamentos e aplicações**. Disponível em: <<http://www.fazu.br/novo/jornada2006/PALESTRAS/ENGE/palestra2.pdf>>. Acesso em: 12/01/2019.

ROSENBERG, M., KOPELMAN, I. J., & TALMON, Y. A Scanning Electron Microscopy Study of Microencapsulation. **Journal of Food Science**, v. 50, p. 139–144, 2006.

RUFINO, M. S. M.; ALVES, R. E.; BRITO, E. S.; MORAIS, S. M.; SAMPAIO, C. G.; JIMENEZ, J. P.; CALIXTO, F. D. S. Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. Comunicado Técnico Embrapa, v. 127, p. 1-4, 2007.

- RUFINO, M. do S. M. **Propriedades funcionais de frutas tropicais brasileiras não tradicionais**. 2008. 263f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Agronomia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2008.
- SANTHALAKSHMY, S.; BOSCO, S. J. D.; FRANCIS, S.; SABEENA, M. Effect of inlet temperature on physicochemical properties of spray-dried jamun fruit juice powder. **Powder Technology**, v.274, p.37-43, 2015.
- SANTOS, M.D. dos; BLATT, C.T.T. Teor de flavonóides e fenóis totais em folha de *Pyrostegia venusta* Miers. De mata e cerrado. **Revista Brasileira de Botânica**, v. 21, 1998.
- SANTANA, A. A.; OLIVEIRA, R. A. DE 2, KUROZAWA, L. E.; PARK, K. J. Microencapsulation of pequi pulp by spray drying: use of modified starches as encapsulating agent. **Engenharia Agrícola**, v.34, p. 980-991, 2014.
- SANTANA, A.; KUROZAWA, L.; OLIVEIRA, R.; PARK, K. Spray Drying of Pequi Pulp: Process Performance and Physicochemical and Nutritional Properties of the Powdered Pulp. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 59, p. 1-11, 2016.
- SÁTIRO, L. de S. **Caracterização física, química e compostos bioativos em frutos de noni (*Morinda citrifolia* L.) colhidos em três estádios de maturação**. 2016. 29f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Ciências Biológicas). Universidade Federal de Campina Grande, Patos - PB, 2016.
- SCHERER, R.; WAGNER, R.; DUARTE, M.C.T.; GODOY, H.T. Composição e atividades antioxidante e antimicrobiana dos óleos essenciais de cravo-da-índia, citronela e palmarosa. **Revista Brasileira Plantas Medicinai**s, v.11, p. 442-449, 2009.
- SCHRIEBER, R., GAREIS, H. **Gelatine handbook**. Weinheim: Wiley-VCH GmbH & Co, 2007.
- SHAHIDI, F.; HAN, X.D. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.33, p.501-547, 1993.
- SHRESTHA, A.K., UA-ARAK, T., ADHIKARI, B.R., HOWES, T.; BHANDARI, B.R. Glass transition behavior of spray dried orange juice powder measures by differential scanning calorimetry (DSC) and thermal mechanical compression test (TMCT). **International Journal of Food Properties**, v. 10. p. 661-673, 2007.
- SHOVIC, A. C.; WHISTLER, W. A. Food sources of provitamin A and vitamin C in the American Pacific. **Journal Tropical Science**, v. 41, p. 199-202, 2001.
- SILVA, J. de A.; MACIEL, M. I. S.; MOURA, N. P. de; JÚNIOR, M. da S, MELO, J. V. de; AZOUBEL, P. M.; MELO, E. de A. Influência das condições de processo na secagem por atomização polpa de umbu. **Journal of Bioprocessing e Biotechnology**, v. 4, p.1-9, 2014.
- SILVA, L. R. et al. Caracterização do fruto de *Morinda citrifolia* L. (*noni*). **Revista Cubana de Plantas Medicinales**. v.17, p. 93-100, 2012.

SINGH, H.; BANERJEE, S.; KARAN, S.; DAS, B.; NASKAR, D.; CHATTERJEE, T.K. Pharmacological Overview Of Freeze Dried Andaman Noni (*Morinda Citrifolia* L.) Against Cancer And Neurological Disorder. **International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**. v. 6, p. 1342-1350, 2015.

SOUZA, A. S.; BORGES, S. V.; MAGALHÃES, N. F.; RICARDO, H. V.; CEREDA, M. P., DAIUTO, E. R. Influence of spray drying conditions on the physical properties of dried pulp tomato. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, p. 291-294, 2009

SOUSA, C. M. de M. et al . Fenóis totais e atividade antioxidante de cinco plantas medicinais. **Química Nova**, São Paulo , v. 30, p. 351-355, Abr. 2007 .

SOUZA, K.C.B, BASSANI, V.L., SCHAPOVAL, E.E.S. Influence of excipients and technological process on anti-inflammatory activity of quercetin and *Achyrocline satureioides* (Lam.) D.C. extracts by oral route. **Phytomedicine**, v.14, p. 102-108, 2007.

SOUZA, A. L. R.; RODRIGUES F. M.; SILVA, G. V. SANTOS, R. R. Microencapsulação de sucos e polpas de frutas por *spray drying*: uma revisão. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, Paraíba, v.17, p.327-338, 2015.

TONON, V.R.; BRABET, C.; HUBINGER, M. Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, p. 411-418, 2008.

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

TONELI, J.; PARK, K.J.; MURR, F.; NEGREIROS, A. 2006. Spray drying optimization to obtain inulin powder. In: **Proceedings of the 15th International Drying Symposium (IDS 2006)**, Budapest, Hungary, 2006.

TONTUL, I.; TOPUZ, A. Spray-drying of fruit and vegetable juices: Effect of drying conditions on the product yield and physical properties. **Trends in Food Science & Technology**, v. 63, p. 91–102, 2017.

UNITED STATES PATENT. Jensen, C. J., et al. **A method for freeze concentrating 14. Morinda citrifolia**. 6.855.354, 2005.

VAN ARSDEL, W. B.; COPLEY, M. J. **Food Dehydration: Principles**. Westport, Connecticut: The Avi Publishing Company, 1963. Vol. 1.

VASCONCELOS, M. A. da S.; MELO FILHO, A. B. de. Conservação de Alimentos. **Programa Escola Técnica Aberta do Brasil (e-Tec Brasil)**. Recife: EDUFRPE, 2010.

VERMA, L. R AND JOSHI, V. K., **Postharvest technology of fruits and vegetables: handling, processing, fermentation, and waste management**. New Delhi: Indus Pub. Co., 2000.

VLADIC, J., AMBRUS, R., SZABÓ-RÉVÉSZ, P., VASIC, A., CVEJIN, A., PAVLIC, B., VIDOVIC, S. Recycling of filter tea industry by-products: production of *A. millefolium* powder using spray drying technique. **Industrial Crops and Products**, v. 80, p. 197–206, 2016.

VOS, P.; MARIJKE, M.; FAAS, M. M.; SPASOJEVIC, M.; SIKKEMA, J. Encapsulation for preservation of functionality and targeted delivery of bioactive food components. **International Dairy Journal**, v. 20, p. 292–302, 2010.

WANG, M. Y.; WEST, B. J.; JENSEN, C. J.; NOWICKI, D.; SU, C.; PALU, A. K.; ANDERSON, G. *Morinda citrifolia* (Noni): a literature review and recent advances in Noni research. **Acta Pharmacologica Sinica.**, v. 23, p. 1127-1141, 2002.

WALTON, D.E. The morphology of spray-dried particles. A qualitative view. **Drying Technology**, v. 18, p. 1943-1986, 2000.

WEST, B.J.; DENG, S.; JENSEN, C. J. Nutrient and phytochemical analyses of processed noni puree. **Food Research International**, v. 44, p. 2295–2301, 2011.

YANNAS, I. V. Collagen and Gelatin in the Solid State. **Journal of Macromolecular Science**, v. 7, p. 49-106, 1972.

YAO, C.H.; LIU, B.S.; HSU, S.H.; CHEN, Y.S., TSAI, C.C. Biocompatibility and biodegradation of a bone composite containing tricalcium phosphate and genipin crosslinked gelatin. **Journal of Biomedical Materials Research – Part A**, v. 69 , 709–717, 2004.

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

ZHANG, Y. R.; ZHANG, S. D.; WANG, X. L.; CHEN, R. Y.; WANG, Y. Z. Effect of carbonyl content on the properties of thermoplastic oxidized starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 78, p. 157–161, 2010.

VII – APÊNDICE

Na Figura 1A é apresentada a curva analítica de ácido gálico usada na determinação dos constituintes fenólicos.

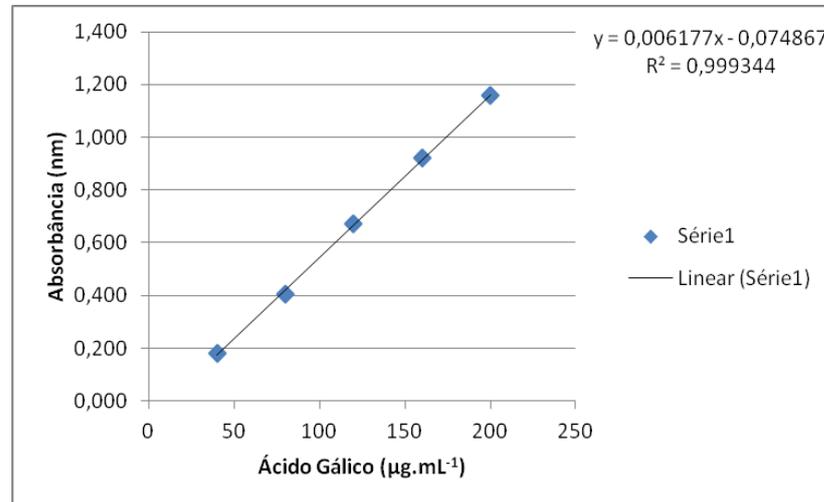


Figura1A. Curva analítica de ácido gálico obtida para determinação dos constituintes fenólicos.

Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 2A é apresentada a curva analítica de quercetina usada na determinação dos flavonoides totais:

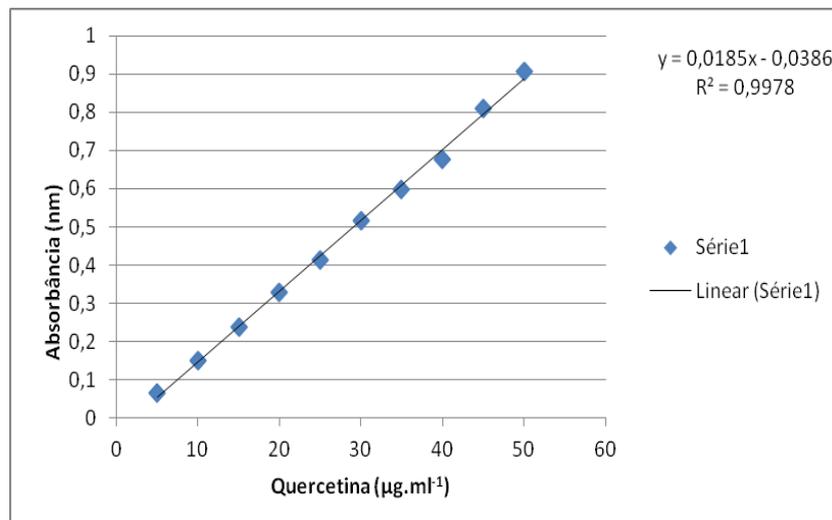


Figura2A. Curva analítica de quercetina obtida para determinação dos flavonoides.

Fonte: Dados da pesquisa.

A Figura 3A apresenta a curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni integral.

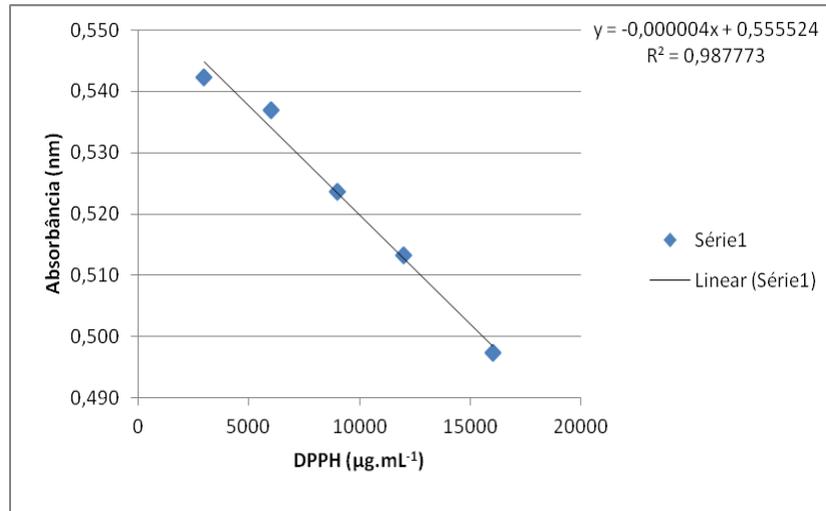


Figura 3A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni integral.
Fonte: Dados da pesquisa.

Na Figura 4A é apresentado o *Croquis* do sistema de filtração elaborado no CEDETEC – UESB, utilizado para filtrar a polpa de noni.

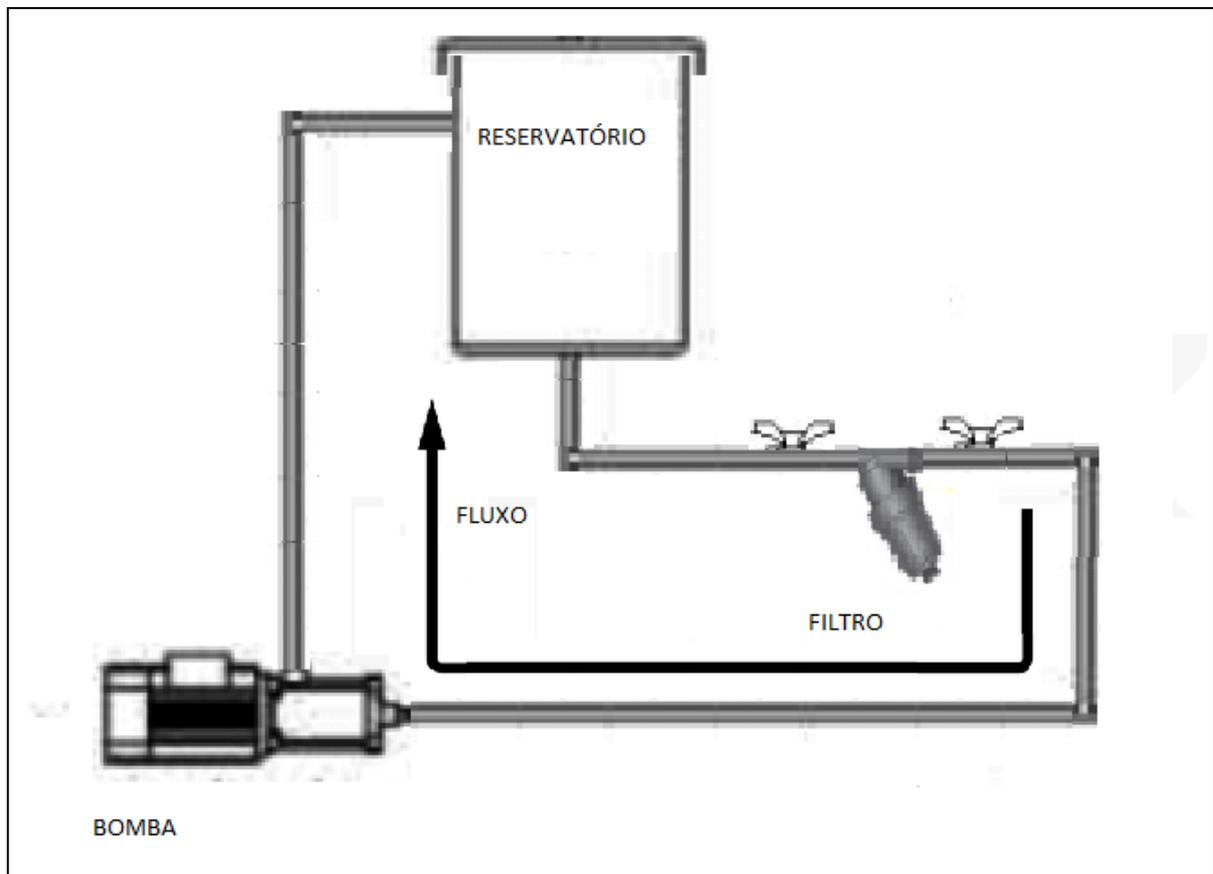


Figura4A. *Croquis* do sistema de filtração utilizado para filtrar a polpa de noni.
Fonte: Pesquisa.

Nas Figuras 5A a 16A são apresentadas as curvas analíticas de determinação da CE_{50} da polpa de noni filtrada e dos pós da polpa de noni filtrada obtidos nos ensaios de 1 ao 11.

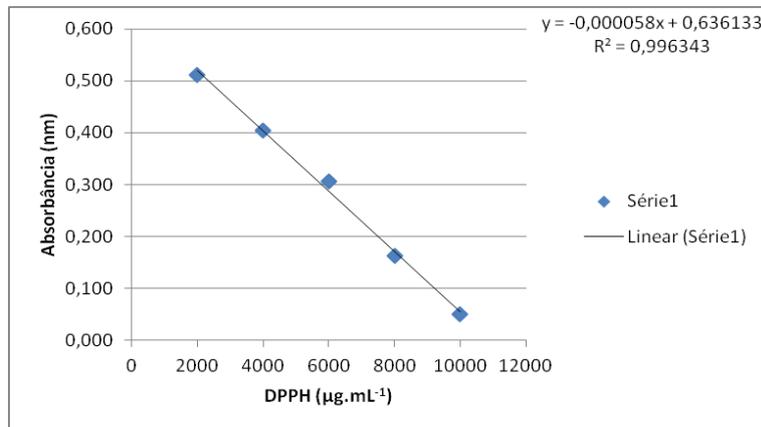


Figura 5A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni filtrada.
Fonte: Dados da pesquisa.

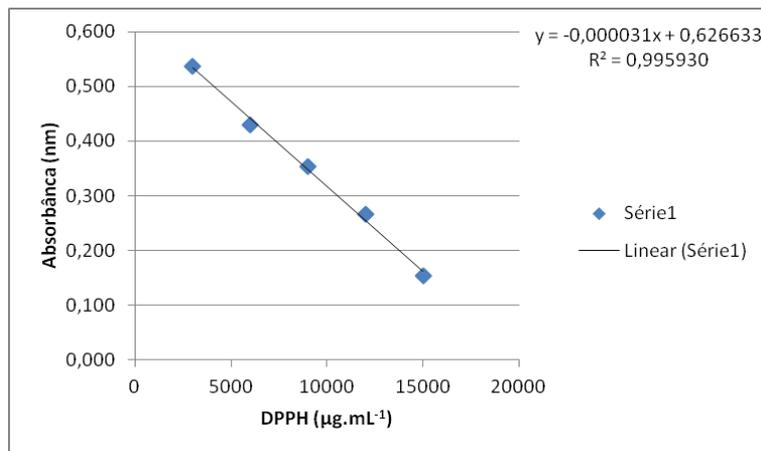


Figura 6A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 1).
Fonte: Dados da pesquisa.

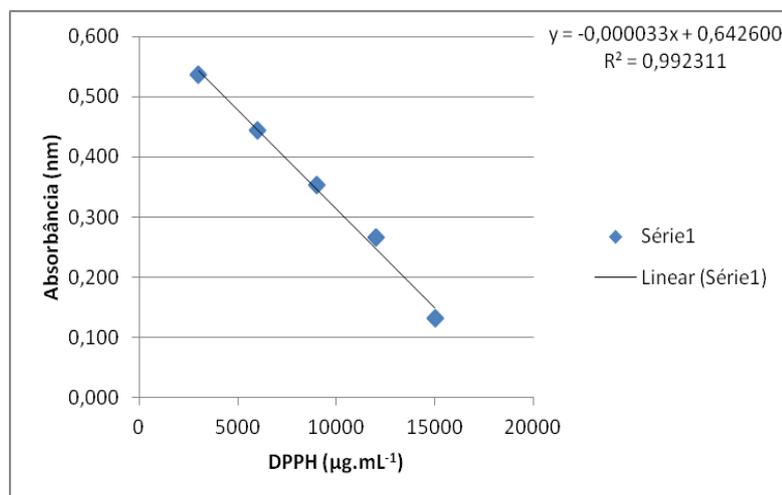


Figura 7A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 2).
Fonte: Dados da pesquisa.

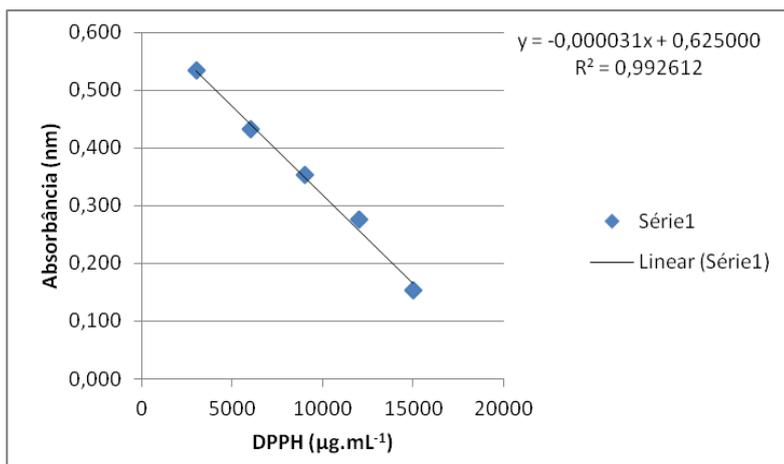


Figura 8A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 3).
Fonte: Dados da pesquisa.

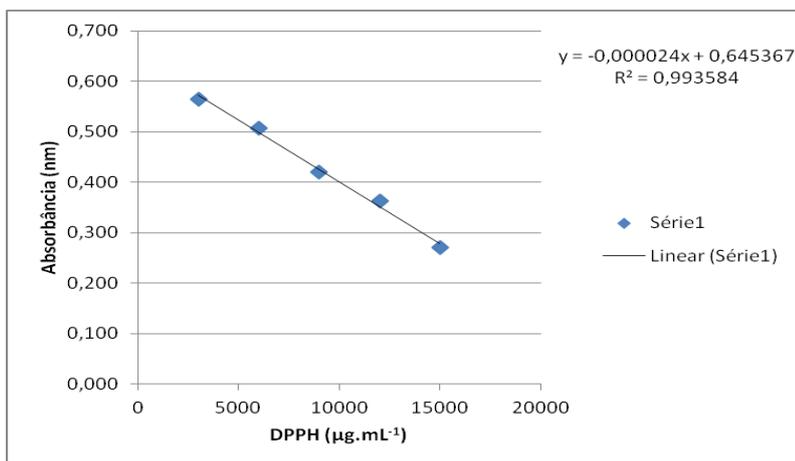


Figura 9A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 4).
Fonte: Dados da pesquisa.

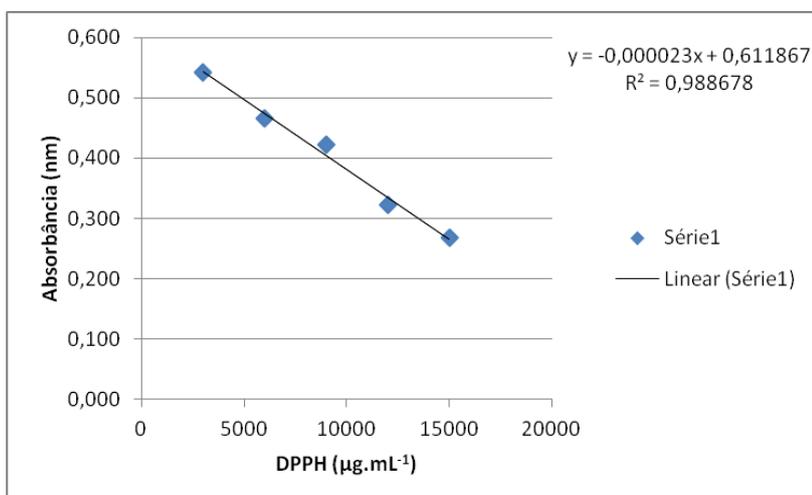


Figura 10A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 5).
Fonte: Dados da pesquisa.

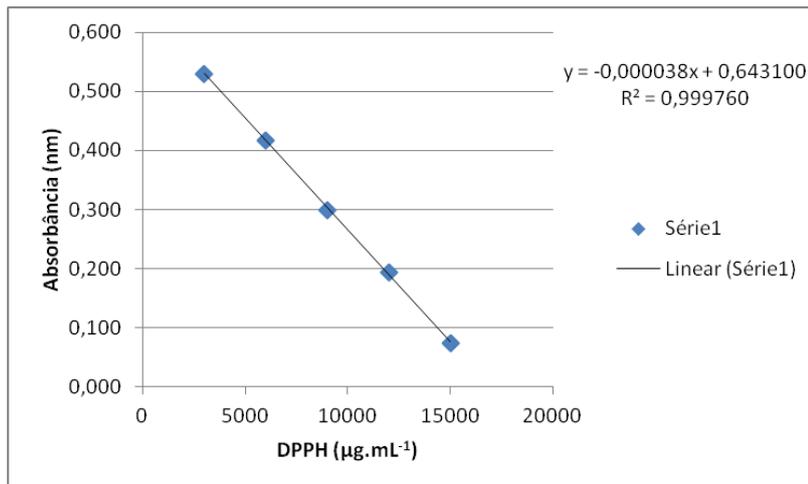


Figura 11A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 6).
Fonte: Dados da pesquisa.

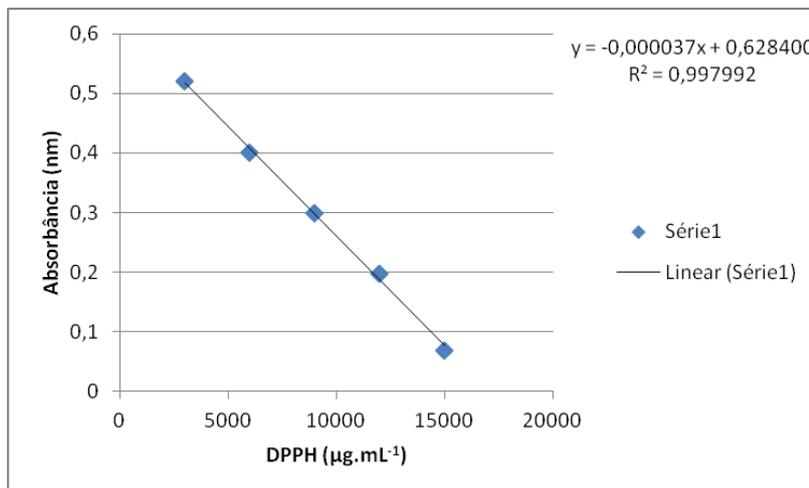


Figura 12A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 7).
Fonte: Dados da pesquisa.

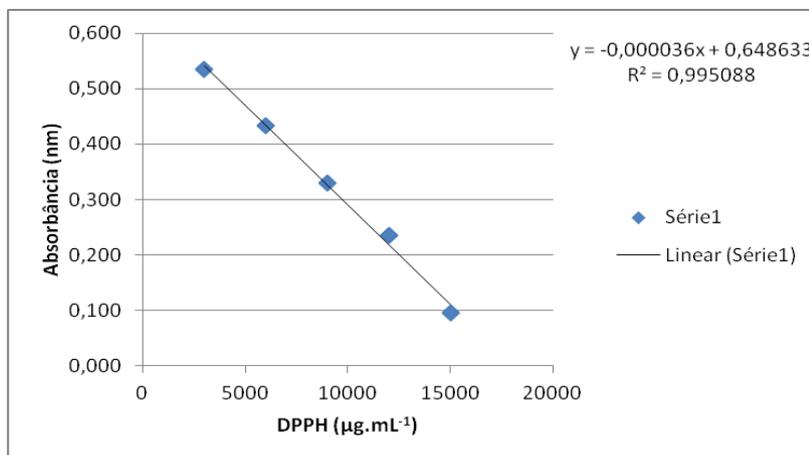


Figura 13A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 8).
Fonte: Dados da pesquisa.

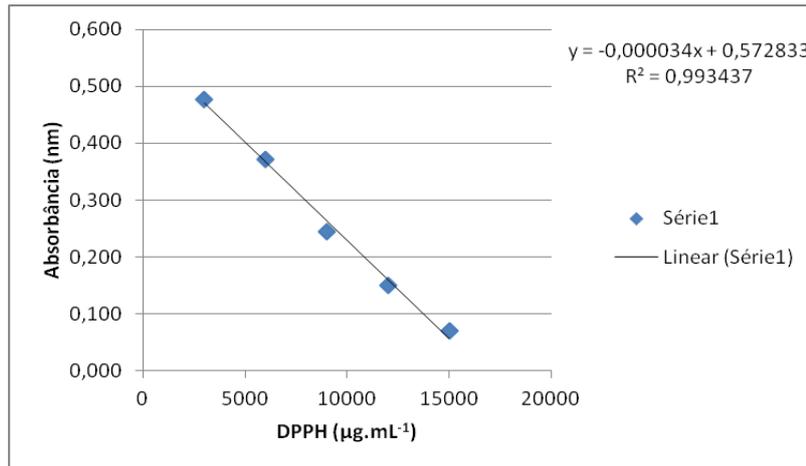


Figura 14A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 9).
Fonte: Dados da pesquisa.

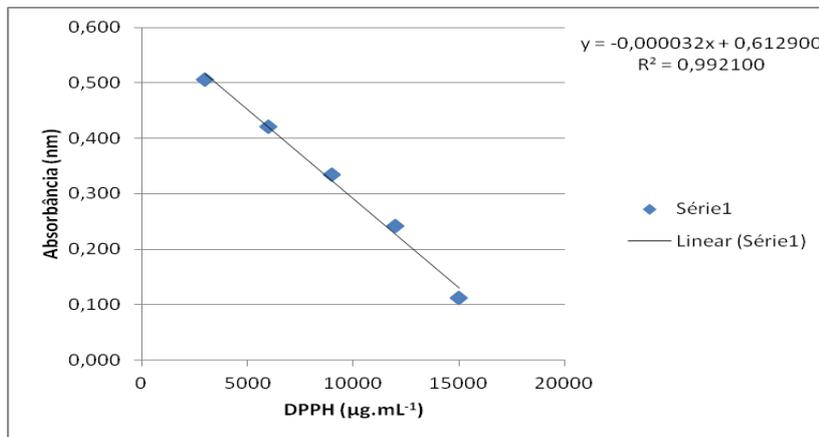


Figura 15A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 10).
Fonte: Dados da pesquisa.

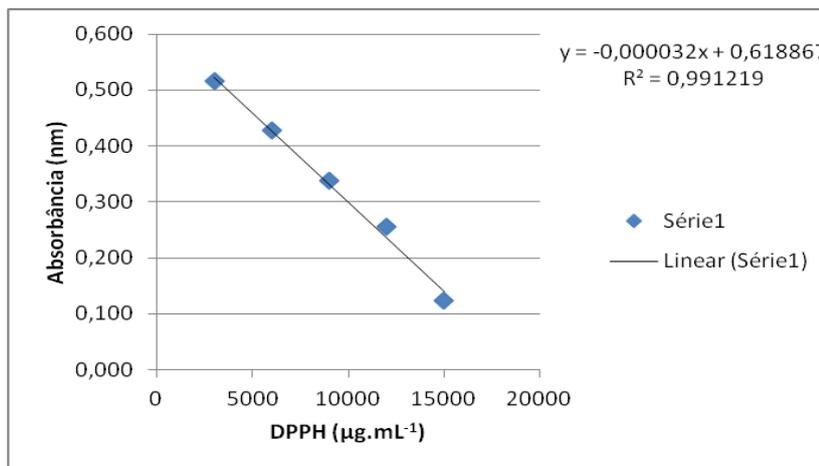


Figura 16A. Curva analítica de determinação da CE_{50} da polpa de noni em pó (Ensaio 11).
Fonte: Dados da pesquisa.