



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



**TESE**

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO:  
DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS**

**UMBUZADA EM PÓ ADICIONADA DE LEITE CAPRINO PELO PROCESSO  
DE LIOFILIZAÇÃO**

**MICHELLY DAYANE ARAÚJO DE ALMEIDA**

**Campina Grande – PB**

**2021**

**MICHELLY DAYANE ARAÚJO DE ALMEIDA**

**UMBUZADA EM PÓ ADICIONADA DE LEITE CAPRINO PELO PROCESSO  
DE LIOFILIZAÇÃO**

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos da Universidade Federal de Campina Grande, em cumprimento às exigências para obtenção do Título de Doutora em Engenharia de Processos na área de Desenvolvimento de processos.

**ORIENTADORES**

Prof. Dr. Mario Eduardo Rangel Moreira Cavalcanti Mata

Profa. Dra. Maria Elita Martins Duarte

**Campina Grande - PB**

**2021**

A447u Almeida, Michelly Dayane Araújo de.  
Umbuzada em pó adicionada de leite caprino pelo processo de liofilização / Michelly Dayane Araújo de Almeida. - Campina Grande, 2021.  
154 f. : il. Color

Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2021.  
"Orientação: Prof. Dr. Mario Eduardo Rangel Moreira cavalcanti Mata, Profa. Dra. Maria Elita Martins Duarte".

Referências.

1. Umbu. 2. Umbuzada. 3. Leite Caprino. 4. Cinética de Congelamento. 5. Cinética de Liofilização. I. Mata, Mario Eduardo Rangel Moreira Cavalcanti. II. Duarte, Maria Elita Martins. III. Título.

CDU 634.442(043)

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECÁRIA ITAPUANA SOARES DIAS GONÇALVES CRB-15/93



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



MICHELLY DAYANE ARAÚJO DE ALMEIDA

**UMBUZADA EM PÓ ADICIONADA DE LEITE CAPRINO PELO**  
**PROCESSO DE LIOFILIZAÇÃO**

**BANCA EXAMINADORA**

*Mário Eduardo Rangel Moreira Cavalcanti-Mata*

---

Prof. Dr. Mário Eduardo Rangel Moreira Cavalcanti-Mata  
Orientador (UFCG/CTRN/UAEA)

*Maria Elita Martins Duarte*

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Elita Martins Duarte  
Co- Orientadora (UFCG/CTRN/UAEA)

*Renata Duarte Almeida*

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Renata Duarte Almeida  
Examinadora Interna (UFCG/CTRN/UAEA)

*Manoel Tolentino Leite Filho*

---

Dr. Manoel Tolentino Leite Filho  
Examinador externo

*Neila Lidiany Ribeiro*

---

Dr<sup>a</sup>. Neila Lidiany Ribeiro  
Examinadora Externa (INSA-PB)

*Anastácia Maria Mikaella Campos Nobrega André*

---

Dr<sup>a</sup>. Anastácia Maria Mikaella Campos Nobrega André  
Examinador Externo

**Campina Grande – PB**

**2021**

*Aos meus pais Valdemar e Walkíria, pelo apoio e contribuição mútua para a realização desse sonho, às minhas irmãs Rita de Cássia e Waldiane, grandes incentivadoras, e à minha sobrinha Clara, que sempre emanou amor e luz.*

**DEDICO**

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus pela saúde, oportunidade de estudar e por sempre estar presente na minha vida, iluminando meu caminho.

À minha família por estar sempre presente na minha vida me dando força.

Aos meus orientadores, Prof. Doutores Mário Eduardo e Maria Elita, por todos os ensinamentos e confiança em mim depositados.

À banca examinadora por toda a contribuição para construção deste trabalho, desde a estruturação até a fase final. As doutoras Anastácia, Neila, Renata e professora Severina, por toda ajuda, conselhos e amizade de sempre, que foram essenciais nesse processo.

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela concessão da bolsa de estudo.

À família Tecnologia do frio, que fez parte dessa fase tão importante na minha vida, em especial as grandes amigas que ganhei da UFCG, Mylena Olga e Francisca Moises por estarem presentes na minha vida acadêmica e por dividirem momentos de alegrias e momentos de tristeza e sempre me incentivando a continuar minha jornada, vocês foram essenciais em todo esse crescimento profissional e pessoal.

Agradeço também ao Doutor Manoel Tolentino por estar sempre disposto a ajudar e pela contribuição na realização de todo o experimento. Ao coordenador do curso Professor Dr. Antônio Gilson, que me deu forças para continuar essa caminhada, foi como um pai para mim, sempre com os melhores conselhos.

À minha amiga Thamillys do Nascimento por todo apoio, incentivo e amizade imensurável.

A todos os meus amigos que me apoiaram tanto na vida acadêmica como também na vida pessoal como grandes conselheiros, e aqueles que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho.

A todos os funcionários da UFCG que contribuíram direto ou indiretamente para a realização deste trabalho.

**Obrigada!**

## EPÍGRAFE

*"Não se precipite em querer vencer. Há sempre um encanto a ser sorvido nos períodos dos preparos. Antes da vitória, a luta"*

***Pe. Fábio de Melo.***

## Resumo

O umbu e o leite caprino apresentam grandes fontes de renda a pequenos agricultores com alto valor nutricional e funcional, porém, são alimentos altamente perecíveis apresentando um grande potencial a ser explorado em diversos processamentos, evitando assim perdas indesejáveis. Objetivou-se com esse trabalho, obter a umbuzada em pó de leite caprino e polpa de umbu, aumentando a vida de prateleira e a criação de novos produtos de forma funcional, visando a saúde dos consumidores e agregando valor a produtos da região. O presente estudo foi desenvolvido em três formulações de leite caprino e umbu onde, T1: 40% (umbu) + 60% (leite); T2: 50% (umbu) + 50% (leite); T3: 60% (umbu) + 40% (leite). Para obtenção do pó foram liofilizadas as três formulações, a fim de obter a melhor concentração em relação à qualidade e as características do produto original, realizado de forma artesanal no Nordeste. As amostras foram submetidas ao comportamento reológico nas temperaturas de 5 °C, 10 °C e 15 °C, no qual se ajustaram bem aos modelos estudados, a cinética de congelamento, que foi realizada nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C, posteriormente à uma cinética de liofilização, e por fim, toda a caracterização inicial e final das formulações e produtos obtidos. O modelo de Fourier e o modelo I de Cavalcanti-Mata e Duarte ajustaram-se bem aos dados de congelamento da umbuzada, apresentando difusividades efetivas que apresentaram propensão a aumentar de acordo com a diminuição da temperatura de congelamento. Na cinética de secagem por liofilização os modelos de Cavalcanti-Mata e Midilli et al. foram os que melhor se ajustaram aos dados experimentais. O tempo de secagem aumentou conforme redução da temperatura de pré-congelamento. Os dados experimentais foram submetidos a análises dos modelos de secagem para determinação da difusividade, propriedades termodinâmicas, bem como os parâmetros  $R^2$ ,  $R^2_a$ , P (%), SE e DQM. As propriedades termodinâmicas aumentaram com a diminuição da temperatura, com exceção da energia livre de Gibbs que reduziu com a diminuição da temperatura. As características químicas e físico-químicas da matéria prima diferiram significativamente dentre as formulações, principalmente em relação aos níveis proteicos e lipídicos com redução da inclusão da polpa de umbu. No pó da umbuzada foram realizadas a caracterização química, físico-químicas e física, onde receberam influências tanto nas formulações como também nas temperaturas de congelamento, havendo uma diminuição da solubilidade com a redução da temperatura exercida no congelamento.

**Palavras-chave:** umbu, umbuzada, leite caprino, cinética de congelamento, cinética de liofilização.



## Abstract

Umbu and goat's milk present great sources of income for small farmers with high nutritional and functional value, because, although they are highly perishable foods, they also have great potential to be exploited in various processes, thus avoiding undesirable losses. The objective of this work was to obtain umbuzada powder from goat's milk and umbu pulp, as a way to increase its shelf life and create new products in a functional way, focusing on the health of consumers as well as adding value to products in the region. This research was developed in three formulations of goat milk and umbu where, T1: 40% (umbu) + 60% (milk); T2: 50% (umbu) + 50% (milk); T3: 60% (umbu) + 40% (milk). To obtain the powder, the three formulations were lyophilized, in order to achieve the best concentration in relation to the quality and characteristics of the original product, handmade in the Brazilian Northeast. The samples were subjected to rheological behavior at temperatures of 5 °C, 10 °C and 15 °C, in which they adjusted well to the models studied; to freezing kinetics, which was performed at temperatures of -20 °C, -50 °C, -100 °C and -150 °C; then to lyophilization kinetics; and finally, all the initial and final characterization of the formulations and products obtained. The Fourier model and the model I of Cavalcanti-Mata and Duarte adjusted well to the data on freezing of umbuzada, presenting effective diffusivities that showed a propensity to increase according to the reduction of the freezing temperature. In the kinetics of drying by lyophilization, the models by Cavalcanti-Mata and Midilli et al. were the models that best adjusted to the experimental data. The drying time increased as the pre-freezing temperature decreased. The experimental data were submitted to analysis of drying models to determine the diffusivity, thermodynamic properties, as well as the parameters  $R^2$ ,  $R^2_a$ , P (%), SE and DQM. The thermodynamic properties increased with temperature reduction, with the exception of the Gibbs free energy which decreased with temperature reduction. The chemical and physical-chemical characteristics of the raw material differed significantly between the formulations, mainly in relation to protein and lipid levels with reduced inclusion of umbu pulp. Chemical, physical-chemical and physical characterization were carried out on the umbuzada powder, in which they were influenced both in the formulations and in the freezing temperatures, causing a decrease in solubility with the reduction of the temperature exerted in the freezing.

**Keywords:** umbu, umbuzada, goat's milk, freezing kinetics, lyophilization kinetics.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	xi
<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	xiv
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	1
1.1. Objetivo geral.....	3
1.2. Objetivos específicos.....	3
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	4
2.1. Umbu.....	4
2.2. Leite caprino.....	7
2.3. Reologia dos fluidos.....	9
2.4. Congelamento.....	12
2.5. Secagem por liofilização.....	14
2.6. Cinética de secagem e modelagem matemática.....	16
2.7. Produtos desidratados em pó .....	19
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	21
3.1. Local de realização do experimento .....	21
3.2. Matéria prima.....	21
3.3. Processamento da polpa de umbu.....	21
3.4. Processamento do leite caprino.....	23
3.5. Elaboração das formulações.....	23
3.6. Processamento da umbuzada.....	24
3.7. Caracterização físico-química da matéria prima e formulações .....	25
3.7.1. Teor de água e sólidos totais .....	25
3.7.2. Potencial hidrogeniônico (pH) .....	25
3.7.3. Sólidos solúveis totais .....	25
3.7.4. Acidez total titulável em ácido cítrico .....	25
3.7.5. Açúcares redutores em glicose .....	25
3.7.6. Açúcares não redutores em sacarose.....	25
3.7.7. Açúcares totais .....	26
3.7.8- Ácido ascórbico .....	26
3.7.9. Cinzas .....	26
3.7.10. Proteínas .....	26

3.7.11. Lipídeos .....	26
3.7.12. Carboidratos totais .....	26
3.7.13. Valor calórico .....	27
3.7.14. Atividade de água .....	27
3.8. Cor .....	27
3.9. Comportamento reológico .....	27
3.9.1. Ajuste matemático aos dados experimentais de reologia .....	28
3.9.2. Análise estatística .....	29
3.10. Cinética de congelamento .....	29
3.10.1. Modelo de Fourier .....	30
3.10.2. Modelo I de Cavalcanti-Mata & Duarte .....	31
3.11. Experimentos da liofilização.....	32
3.12. Cinética de liofilização .....	33
3.13. Caracterização física dos pós de umbuzada.....	39
3.13.1. Densidade aparente.....	39
3.13.2. Densidade compactada.....	39
3.13.3. Ângulo de repouso.....	39
3.13.4. Molhabilidade.....	40
3.13.5. Solubilidade.....	41
3.13.6. Higroscopicidade .....	41
3.14. Análise estatística dos dados.....	41
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>42</b>
4.1. Caracterização física, química e físico química da matéria prima .....	42
4.2. Estudo reológico .....	50
4.2.1. Modelos reológicos .....	60
4.3. Cinética de congelamento.....	66
4.4. Cinética de liofilização .....	86
4.5. Caracterização física, química e físico química dos pós.....	130
<b>5. CONCLUSÕES .....</b>	<b>142</b>
<b>6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>144</b>

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Composição nutricional da polpa de umbu fresca e comercial .....	6
<b>Tabela 2:</b> Composição nutricional do leite caprino.....	8
<b>Tabela 3:</b> Formulações da umbuzada .....	23
<b>Tabela 4:</b> Delineamento experimental para os ensaios de secagem por liofilização.....	32
<b>Tabela 5:</b> Modelos matemáticos empregados na cinética de liofilização da polpa de umbu com leite caprino .....	36
<b>Tabela 6:</b> Valores médio e desvios padrão dos parâmetros físicos, químicos e físico químicos da polpa de umbu .....	42
<b>Tabela 7:</b> Valores médio e desvios padrão da capacidade antioxidante da polpa de umbu .....	44
<b>Tabela 8:</b> Valores médio e desvios padrão dos parâmetros químicos e físico químicos do leite caprino .....	45
<b>Tabela 9:</b> Valores médio e desvios padrão dos parâmetros físicos, químicos e físico químicos das formulações da umbuzada .....	47
<b>Tabela 10:</b> Parâmetros do modelo de Casson, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C.....	60
<b>Tabela 11:</b> Parâmetros do modelo de Herschel-Bulkley, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C.....	62
<b>Tabela 12:</b> Parâmetros do modelo de Mizrahi & Berk, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C .....	64
<b>Tabela 13:</b> Parâmetros do modelo de Ostwald-de-Waele, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C.....	65
<b>Tabela 14:</b> Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da polpa de umbu nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C.....	77

<b>Tabela 15:</b> Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento do leite caprino nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C.....	79
<b>Tabela 16:</b> Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da formulação I nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C.....	81
<b>Tabela 17:</b> Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da formulação II nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C.....	83
<b>Tabela 18:</b> Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da formulação III nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C.....	85
<b>Tabela 19:</b> Parâmetros da cinética de liofilização da polpa de umbu pré-congelada, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).....	93
<b>Tabela 20:</b> Parâmetros da cinética de liofilização do leite caprino pré-congelado, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).....	94
<b>Tabela 21:</b> Parâmetros da cinética de liofilização da formulação I, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).....	95
<b>Tabela 22:</b> Parâmetros da cinética de liofilização da formulação II, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).....	96
<b>Tabela 23:</b> Parâmetros da cinética de liofilização da formulação III, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).....	97

<b>Tabela 24:</b> Dados experimentais da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada utilizando-se os modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.....	102
<b>Tabela 25:</b> Dados experimentais da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado utilizando-se os modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.....	106
<b>Tabela 26:</b> Dados experimentais da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada utilizando-se os modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.....	110
<b>Tabela 27:</b> Dados experimentais da secagem por liofilização da formulação II pré-utilizando-se modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al .....	114
<b>Tabela 28:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada utilizando-se os Modelos de Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata .....	118
<b>Tabela 29:</b> Valores da energia de ativação para a polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III em diferentes modelos matemáticos nas temperaturas de congelamento de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C.....	123
<b>Tabela 30:</b> Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da polpa de umbu .....	124
<b>Tabela 31:</b> Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura do leite caprino .....	125
<b>Tabela 32:</b> Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da formulação I .....	126
<b>Tabela 33:</b> Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da formulação II .....	127
<b>Tabela 34:</b> Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da formulação III .....	128
<b>Tabela 35:</b> Valores médios dos parâmetros físico- químicos dos pós obtidos a partir da secagem por liofilização da polpa de umbu, do leite caprino e das formulações FI, FII e FIII .....	130
<b>Tabela 36:</b> Valores médios dos parâmetros físicos dos pós obtidos a partir da secagem por liofilização da polpa de umbu, do leite caprino e das formulações FI, FII e FIII.....	136

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Fruto em diferentes estádios de maturação: (a) verde, (b) de vez, (c) maduro..	5
<b>Figura 2:</b> Classificação reológica dos fluidos.	10
<b>Figura 3:</b> Etapas do processo de liofilização	15
<b>Figura 4:</b> Diagrama de fases da água.	17
<b>Figura 5:</b> Fluxograma do processamento e obtenção da polpa de umbu.	21
<b>Figura 6:</b> Umbu (A), Sanitização (B), Despolpamento (C), Polpa pré-cozida embalada (D).	22
<b>Figura 7:</b> Ordenha (A), Pasteurização (B), Envase (C)	23
<b>Figura 8:</b> Representação do processo de formulação e obtenção de umbuzada em pó.	24
<b>Figura 9:</b> Fluxograma de realização da liofilização.	33
<b>Figura 10:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da polpa de umbu.	50
<b>Figura 11:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da polpa de umbu.	51
<b>Figura 12:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da polpa de umbu.	51
<b>Figura 13:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da polpa de umbu.	52
<b>Figura 14:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da Formulação I.	53
<b>Figura 15:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da Formulação I.	53
<b>Figura 16:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da Formulação I.	54
<b>Figura 17:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da Formulação I.	54
<b>Figura 18:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da Formulação II.	55
<b>Figura 19:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação da Formulação II	56

<b>Figura 20:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação II. ....	56
<b>Figura 21:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação II. ....	57
<b>Figura 22:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III. ....	58
<b>Figura 23:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III. ....	58
<b>Figura 24:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III. ....	59
<b>Figura 25:</b> Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III. ....	59
<b>Figura 26:</b> Dados da cinética de congelamento da polpa de umbu nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C. ....	66
<b>Figura 27:</b> Dados da cinética de congelamento do leite caprino nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C. ....	67
<b>Figura 28:</b> Dados da cinética de congelamento da formulação I nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C. ....	67
<b>Figura 29:</b> Dados da cinética de congelamento da formulação II nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C. ....	68
<b>Figura 30:</b> Dados da cinética de congelamento da formulação III nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C. ....	68
<b>Figura 31:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -20 °C. ....	70
<b>Figura 32:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -20 °C. ....	71
<b>Figura 33:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -50 °C. ....	72
<b>Figura 34:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -50 °C. ....	72



<b>Figura 35:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -100 °C .....	73
<b>Figura 36:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -100 °C .....	74
<b>Figura 37:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -150 °C .....	75
<b>Figura 38:</b> Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -150 °C. ....	75
<b>Figura 39:</b> Dados experimentais da cinética de liofilização da polpa de umbu pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C .....	86
<b>Figura 40:</b> Dados experimentais da cinética de liofilização do leite caprino pré congelado a -20, -50, -100 e -150 °C .....	87
<b>Figura 41:</b> Dados experimentais da cinética de liofilização da formulação I pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C .....	87
<b>Figura 42:</b> Dados experimentais da cinética de liofilização da formulação II pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C .....	88
<b>Figura 43:</b> Dados experimentais da cinética de liofilização da formulação III pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C .....	88
<b>Figura 44:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série .....	89
<b>Figura 45:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série .....	90
<b>Figura 46:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série .....	90
<b>Figura 47:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série .....	91

<b>Figura 48:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série.....	91
<b>Figura 49:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.....	98
<b>Figura 50:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.....	99
<b>Figura 51:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.....	99
<b>Figura 52:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al. ....	100
<b>Figura 53:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.....	103
<b>Figura 54:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.....	103
<b>Figura 55:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata .....	104
<b>Figura 56:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.....	104
<b>Figura 57:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.....	107
<b>Figura 58:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.....	107

<b>Figura 59:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.....	108
<b>Figura 60:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.....	108
<b>Figura 61:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.....	111
<b>Figura 62:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.....	111
<b>Figura 63:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.....	112
<b>Figura 64:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.....	112
<b>Figura 65:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.....	115
<b>Figura 66:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.....	115
<b>Figura 67:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.....	116
<b>Figura 68:</b> Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.....	116
<b>Figura 69:</b> Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da polpa de umbu estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.....	119
<b>Figura 70:</b> Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento do leite caprino estimada pelos modelos de Fick com 6	

termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.....	120
<b>Figura 71:</b> Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da formulação I estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.....	120
<b>Figura 72:</b> Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da formulação II estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.....	121
<b>Figura 73:</b> Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da formulação III estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.....	121

## 1. INTRODUÇÃO

A agricultura brasileira vem se destacando fortemente na economia, investindo em novas tecnologias e obtendo grande expansão de mercado, com ênfase na incorporação e elaboração de novos produtos, sendo uma forte alternativa para agroindústrias como diversificação produtiva e agregação de valor ao produto base, além da inserção a nichos específicos de mercado, como alimentos funcionais e de forte valor nutricional que estão em alta demanda no mercado (MAIA et al., 2020).

Um alimento pode ser considerado funcional se, além de suas funções básicas nutricionais, afetar positivamente uma ou mais funções fisiológicas do organismo, favorecendo a saúde, melhorando a qualidade de vida e auxiliando na redução de riscos de diversas enfermidades (SILVA et al., 2016). Contudo, dificilmente um alimento só, tem o potencial de suprir as necessidades humanas diárias, razão pela qual nos nutrimos com diferentes alimentos.

Diante dos diversos aspectos nutricionais exigidos pelo mercado consumidor, a agroindústria busca cada vez mais inserir novos produtos visando a utilização de alimentos perecíveis, com pouca vida útil in natura, ou mesmo produtos que possuem apenas uma safra ao ano, fazendo com que ocorra seu aproveitamento a longo prazo e novas formas de utilização, com características nutricionais e funcionais preservadas.

O umbuzeiro (*Spondias tuberosa Arruda*), também conhecido popularmente como imbuzeiro, é uma das plantas que merecem destaque dentre as espécies nativas do bioma Caatinga. Isso se deve a suas variadas possibilidades de utilização, mencionadas em diversos estudos científicos, que registram usos que vão desde a alimentação humana até alimentação animal. (NUNES et al., 2016).

O umbu propicia apenas uma safra por ano, que ocorre entre dezembro e março. Por ter um curto período de tempo, e por ser altamente perecível, uma das melhores formas de evitar as perdas pós-colheita desses frutos é o seu processamento, garantindo assim uma maior conservação do produto, facilitando o transporte e viabilizando outras formas de consumo (ALVES, 2020)

Diante dos alimentos regionais, temos também o leite caprino, com diversas particularidades, com alta capacidade alergênica e uma composição lipídica que acarreta em grandes benefícios à saúde humana. O valor nutricional do leite de cabra para seres humanos, especialmente neonatos e pessoas alérgicas são altamente importantes, e não devem ser negligenciados. (ZHU, WANG, & WANG, 2018).

O leite caprino é uma excelente matriz para o desenvolvimento de produtos com alegação funcional, os benefícios atribuídos ao leite de cabra e seus constituintes incluem, efeito anticarcinogênico, imunoregulador, anti-hipertensivo, hipoglicemiante, hipocolesterolêmico e antiplaquetário. Além disso, sua composição química resulta em melhor aceitação por parte de pacientes intolerantes à lactose e menor potencial alergênico da sua porção proteica (SOUZA ARAÚJO et al., 2019).

Diante desses aspectos, é importante ressaltar o interesse dos consumidores por alimentos saudáveis, nutritivos, saborosos, funcionais e de fácil elaboração, bem como a importância de novos produtos na nutrição humana, visando encontrar alternativas tecnológicas e agroindustriais que proporcionem o aproveitamento dos frutos de umbu e o emprego do leite caprino em diversos produtos, com o objetivo de aumentar sua vida de prateleira, gerando aumento do consumo e agregação de valores dessas matérias-primas.

Visando aumentar a disponibilidade de frutos durante a entressafra ou incrementando a oferta de novos produtos para o mercado consumidor, através da produção de derivados, a secagem de frutos e demais alimentos surge como uma das alternativas, seja agregando valor nutricional, como alimentos funcionais para o consumidor ou agregando valor monetário para o produtor. A secagem permite a diminuição da atividade da água, o que minimiza reações químicas durante a etapa de armazenamento e diminuindo assim perdas pós-colheitas.

O processo de liofilização possui grande importância no aumento da estabilidade do produto durante a estocagem, o qual pode ser armazenado e transportado à temperatura ambiente, facilitando a vida do produtor e do consumidor. Por não haver água no meio, a atividade enzimática é inativada e as reações químicas ocorrem em pequena quantidade, trazendo um resultado satisfatório para o produto final (MALIK et al., 2018).

Diante do exposto, faz-se importante a necessidade do estudo de tecnologias aplicadas no desenvolvimento de novos produtos a partir da polpa de umbu e leite caprino, obtendo assim uma umbuzada a partir de várias formulações, utilizando de processos que mantenham a integridade no produto final.

### 1.1. Objetivo geral

Desenvolver uma umbuzada em pó através da secagem por liofilização do mix de polpa de umbu com leite caprino, preservando o sabor característico na obtenção de um novo produto com diversas formas de utilização.

### 1.2. Objetivos específicos

- Caracterizar a polpa pré-cozida de umbu e o leite caprino quanto à sua composição química e físico-química (Teor de água, sólidos totais, cinzas, proteínas, lipídeos, carboidratos totais, valor calórico, pectina, acidez titulável em ácido cítrico, pH, ácido ascórbico, sólidos solúveis totais, açúcares redutores em glicose, açúcares não redutores em sacarose, açúcares totais, atividade de água, luminosidade ( $L^*$ ), intensidade de vermelho ( $-a^*$ ), intensidade de amarelo ( $+b^*$ ), minerais da polpa (potássio, fósforo, cálcio e magnésio);
- Estudar as propriedades reológicas das formulações da umbuzada em diferentes temperaturas (5 °C, 10 °C, 15 °C e 25 °C), aplicando os modelos Ostwald-de-Waele (Lei da Potência), Casson e Herschel-Bulkley.
- Realizar a cinética de congelamento em diferentes temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C;
- Estudar o comportamento cinético da secagem por liofilização das formulações;
- Caracterizar os pós da umbuzada quanto à sua composição física (densidade aparente, densidade compactada, ângulo de repouso, solubilidade, molhabilidade e higroscopicidade), química e físico-química (teor de água, sólidos totais, cinzas, proteínas, lipídeos, carboidratos totais, valor calórico, pectina, acidez titulável em ácido cítrico, pH, ácido ascórbico, sólidos solúveis totais, açúcares redutores em glicose, açúcares não redutores em sacarose, açúcares totais, atividade de água, luminosidade ( $L^*$ ), intensidade de vermelho ( $-a^*$ ), intensidade de amarelo ( $+b^*$ )).

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Umbu

O umbuzeiro (*Spondias tuberosa* Arruda), também conhecido popularmente como imbuzeiro, taperebá, cajá-do-sertão, umbu e imbu, é uma das plantas que merece destaque dentre as espécies nativas do bioma Caatinga, embora também seja encontrada no Cerrado brasileiro. O Brasil é o maior produtor de umbu, com a produção de 7465 toneladas em 2017, sendo 6699 toneladas produzidas na região Nordeste e 766 toneladas na região Sudeste (IBGE, 2018).

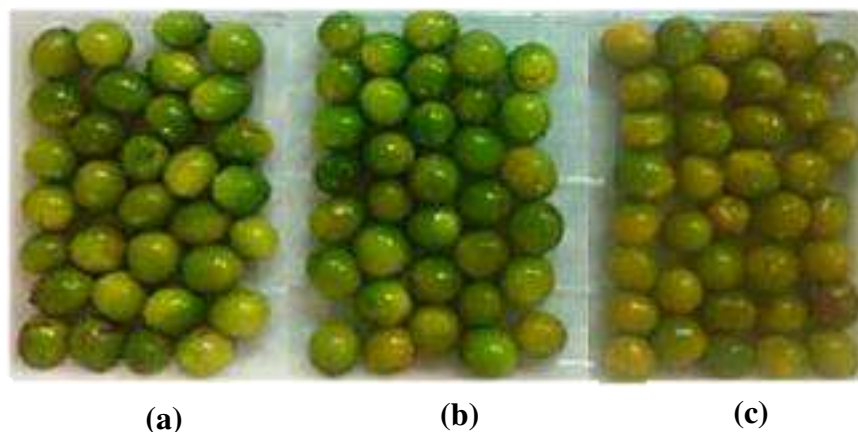
É um fruto atrativo, bastante consumido pela comunidade local, rico em compostos fenólicos e compostos bioativos. Além do consumo *in natura* na alimentação humana e animal (NUNES et al., 2016). O fruto apresenta um rendimento médio de 55 a 65% em polpa, sendo muito consumido na forma *in natura* e na forma processada como polpa congelada, sucos, néctar, compota, bebida láctea, doces, geleias e sorvete (LIMA et al., 2018).

O fruto do umbuzeiro é composto, em média, de 10% de caroço, 22% de casca e 68% de polpa. O peso médio de fruto, por árvore varia de 13 a 22g. O nível de variação fenotípica constatado para as características do fruto sugere a existência de alta variabilidade genética entre família. É uma fruta muito apreciada nas regiões norte e nordeste do Brasil principalmente por seu sabor refrescante e ácido, no entanto é subutilizada (SANTOS et. al., 2015).

Os frutos do umbu são redondos a oval, possuem de 3 a 4 cm de comprimento e 2 a 3 cm de diâmetro e estes possuem cor amarelo esverdeado quando maduro (SANTOS et al., 2017), como observado na figura 1. Quando a fruta está madura, a polpa é doce (9,5 °Brix), agradável e de sabor ácido suave (pH cerca de 3). Fruta tropical que desempenha um papel importante na região Nordeste do Brasil, uma vez que representa uma fonte alternativa de renda para pequenos agricultores, principalmente durante a seca (CASTRO, 2012).

A vitamina C é encontrada em ótima concentração, no fruto maduro pode conter 14,2 mg de ácido ascórbico em 100 ml e no fruto verde 33,2 mg de ácido ascórbico em 100 ml. Os minerais, cálcio, fósforo, ferro, potássio, magnésio, enxofre, cobre, manganês, zinco, boro, sódio e alumínio, além do nitrogênio são encontrados, balanceados, em ótimas concentrações, nas diversas partes do umbuzeiro (SANTOS et al., 2010).





**Figura 1:** Fruto em diferentes estádios de maturação: (a) verde, (b) de vez, (c) maduro.  
Fonte: Santos de Menezes et al. (2017).

Os frutos do umbuzeiro apresentaram pronunciada atividade antioxidante e sequestro de radicais livres (capazes de neutralizar os danos causados pelos radicais livres gerados a partir do metabolismo energético), pela presença de compostos fenólicos ( $90,4 \pm 2,2$  mg.100g<sup>-1</sup>) e vitamina C ( $18,4 \pm 1,8$  mg.100g<sup>-1</sup>;  $19,53$  mg.100g<sup>-1</sup> de polpa), bem como há relatos da presença de flavonoides, antocianinas e carotenoides, possuindo grande capacidade anti-inflamatória, anticarcinogênica e prevenção/retardo de doenças cardiovasculares, atuando assim na resposta imune (ALMEIDA et al., 2011; RAMALHO et al., 2011).

De acordo com Ribeiro et al. (2019) os dados obtidos mostraram que todo o umbu, polpa fresca, casca e semente, bem como polpa comercial, contém nutrientes relevantes e compostos bioativos, que produzem não apenas a parte comestível, mas também ingredientes em potencial de sementes e cascas para o desenvolvimento de novos produtos na indústria de alimentos. Isso, além de contribuir para a oferta de produtos processados mais saudáveis aos consumidores, é uma maneira de reduzir o descarte de material orgânico e agregar valor ao umbu. Na tabela 1 está descrita a composição da polpa de umbu fresca e comercial.

**Tabela 1:** Composição nutricional da polpa de umbu fresca e comercial

Parâmetro	Polpa Fresca	Polpa comercial
Sólidos totais (g.100g <sup>-1</sup> )	11,9 ± 0,01	9,23 ± 0,04
Cinzas (g.100g <sup>-1</sup> )	2,21 ± 0,32	4,17 ± 0,08
Proteína (g.100g <sup>-1</sup> )	7,30 ± 0,01	6,18 ± 0,00
Lipídeos (g.100g <sup>-1</sup> )	6,00 ± 1,21	4,12 ± 0,61
Carboidratos (g.100g <sup>-1</sup> )	71,53 ± 0,65	50,17 ± 0,19
Fibra Alimentar ((g.100g <sup>-1</sup> )	12,35	35,32
Valor calórico (kcal.100g <sup>-1</sup> )	307,21	256,34

Dados referentes à média. Determinados pela diferença (P<0,05). Fonte: Ribeiro et al (2019)

A vida útil pós-colheita do umbu é bastante curta, os frutos apresentam de dois a três dias no máximo em temperatura ambiente (SILVA, 2013), devido seu processo de maturação ser muito rápido e complexo, caracterizado por intensas alterações nos parâmetros fisiológicos e bioquímicos, sendo influenciado diretamente pelo comportamento respiratório do fruto, que é tipicamente climatérico, através do aumento da produção de etileno durante o amadurecimento que determina as taxas em que ocorrem as mudanças químicas como degradação da clorofila, degradação enzimática da parede celular, alterações no teor de açúcares e nos teores de compostos fenólicos (LIMA et al., 2018).

Araújo e Barbosa (2015) analisaram bebida láctea com leite e soro caprino juntamente com o umbu e obtiveram notas de 6,7 e 6,5, mostrando-se melhor aceita o que com o leite de vaca. Marinho et al. (2012), analisando iogurte com 20% de polpa de umbu e leite caprino obtiveram menor teor de proteínas, 2,31%, o que indica maior valor proteico a bebida láctea que ao iogurte. Quanto a análise de ácido ascórbico, esta apresentou elevado teor (13,97 mg/100g), o que pode estar relacionado a embalagem na qual foi armazenada e ao processamento, uma vez que a polpa só foi adicionada após pasteurização e resfriamento da bebida láctea fermentada.

De acordo com Araújo e Barbosa (2015) o desenvolvimento da bebida láctea fermentada sabor umbu, com variação na concentração de 28,5% de soro caprino e 44% de leite caprino permite a obtenção de um produto com boa aceitação sensorial e intenção de compra durante 25 dias de armazenamento. Ao mesmo tempo, possibilita a obtenção de um produto de simples execução, elevado valor nutricional e baixo custo, mostrando-

se como alternativa promissora de forma a agregar maior valor econômico aos frutos do umbuzeiro, bem como ao soro caprino e leite caprino.

## **2.2. Leite Caprino**

A Paraíba é o maior produtor de leite caprino do País, com uma produção de 5,627 milhões de litros por ano, sendo o município de Taperoá o grande destaque na produção. Ocupando ainda o ranking nacional na comercialização, com um total de 4,059 milhões comercializados no ano de 2017, destacando o município de Amparo, com 625 mil litros vendidos (IBGE, 2018).

De acordo com a FAO (2017), os principais leites consumidos no mundo são leite de vaca, camela, búfala, ovelha e de cabra, produzindo um total de 746,7 bilhões de litros de leite anualmente. Dessa informação 635,5 bilhões de litros de leite são oriundas da ordenha de vacas, ou seja, 85,1% da produção mundial, e apenas 2,4% correspondem ao leite de cabras.

A atividade caprina leiteira se destaca devido ao fluxo de caixa dinâmico, grande valor agregado, facilidades no manejo, pequenas instalações e baixo investimento, comparada à produção de vacas leiteiras. Tornando assim uma alternativa economicamente viável, visando o baixo capital investido na produção e manutenção e também o valor do leite ser até três vezes maiores que o de vaca, além de oferecer vários benefícios para a saúde (FELISBERTO et al., 2016)

O leite de cabra apresenta propriedades diferenciadas em relação ao leite de vaca, como melhor digestibilidade, devido a seus glóbulos de gordura menores. Apresenta altos teores de micronutrientes (cálcio, fósforo, potássio, magnésio, dentre outros), com grande destaque em seus constituintes bioativos como os peptídeos, CLA e oligossacarídeos. (GARCIA et al., 2014).

É de menor alergenicidade comparado ao bovino, pois possui a proteína  $\alpha_{s1}$ -caseína que é a responsável pelos processos alérgicos, onde possui cerca de 2 a 15 g L<sup>-1</sup> no leite bovino, enquanto no leite caprino, este valor chega a no máximo 7 g L<sup>-1</sup>. A alergia ao leite de vaca atinge cerca de 6% de crianças brasileiras, e a substituição por leite caprino demonstra resultados satisfatórios em até 40% dos casos estudados. (HODGKINSON et al., 2017). Na tabela 2 podemos observar a composição nutricional do leite caprino.

**Tabela 2:** Composição nutricional do leite caprino

<b>Parâmetro</b>	<b>Leite Caprino</b>
Gordura (%)	3,94
Proteína (%)	3,50
Lactose (%)	3,93
EST (%)	11,63
pH	6,53
Acidez °D	16
Densidade (gcm <sup>-3</sup> )	1.026,63
PC (°C)	-0,547

EST= Extrato Seco Total; °D= Graus Dornic; PC= Ponto de Crioscopia (ponto de congelamento). Fonte: Pellegrini (2012).

O leite caprino é rico em CLA (ácido linoleico conjugado), que é benéfico à saúde, dificulta a formação de placas de gordura nas artérias, facilita a redução dos níveis de açúcar no sangue e contribui para a redução dos níveis sanguíneos de colesterol e triglicerídeos sem alterar os níveis de HDL (bom colesterol). Seus benefícios são importantes para diversos processos, onde a  $\beta$ -lactoglobulina do leite de cabra age gerando peptídeos bioativos durante o processo de digestão e durante o processamento do alimento no organismo. Estes peptídeos exercem papéis biológicos específicos, como atividades anti-hipertensivas, antimicrobianas, antioxidantes e imunomoduladoras (BALTHAZAR et al., 2017).

Os carboidratos do leite caprino também agem de forma eficiente, temos como exemplo os oligossacarídeos que exibem uma série de efeitos benéficos à saúde humana, como propriedades antigênicas e efeitos anti-inflamatórios na região intestinal. O conteúdo de vitamina A também se mostra mais elevado em relação ao leite de vaca, onde as cabras são capazes de converter carotenos em vitamina A (VERRUCK; DANTAS; PRUDENCIO, 2019).

As características nutricionais do leite de cabra justificam sua importância na nutrição humana e sua utilização em diversos processamentos na produção de novos produtos, uma vez que constitui um alimento de elevado valor nutricional com elementos essenciais. Informações específicas sobre os aspectos gerais do leite de cabra são de grande importância para se obter qualidade, aceitação e desenvolvimento de novos produtos, assim como oferecer benefícios à saúde humana.

Há crescente interesse pela utilização do leite de cabra e seus derivados como alimento dotado de propriedades funcionais, em consonância com a atual tendência de alimentação saudável. Entretanto, existem ainda algumas dificuldades com relação à aceitação dos produtos lácteos fabricados a partir do leite de cabra, devido a características sensoriais peculiares como o sabor e o aroma, que causam aversão pelos consumidores. (COSTA et al., 2016).

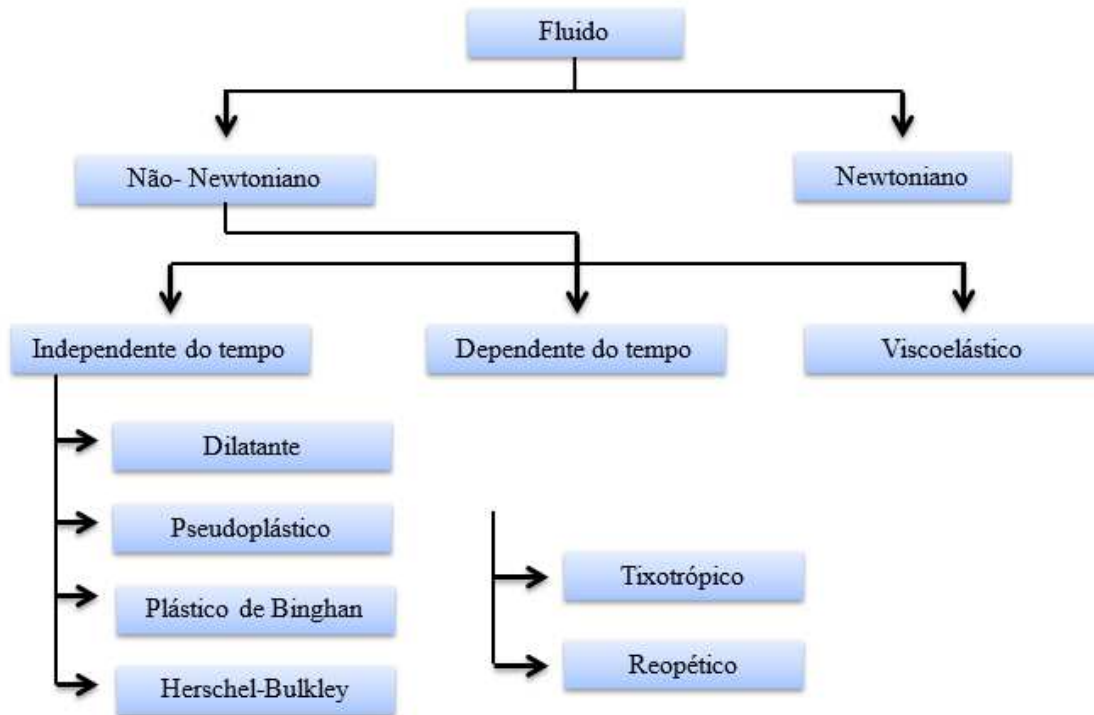
O desenvolvimento de uma bebida láctea com leite caprino destaca-se, pois além do aproveitamento do leite para consumidores com necessidades especiais, agregaria maior valor econômico ao fruto, além de contribuir com a redução do descarte inadequado do soro de queijos no meio ambiente (ARAÚJO; BARBOSA, 2015).

A aceitação do leite caprino ainda traz receio, devido ao odor característico que o mesmo apresenta, podendo ser melhorado pela adição de polpa de frutas aos produtos que o contém em sua formulação. A grande disponibilidade de leite de cabra e a fácil obtenção de polpa de umbu sugere uma associação de produtos a fim de melhorar as características e incorporar valor a ambos (MARINHO et al., 2012).

### **2.3. Reologia dos fluidos**

A Reologia é uma ciência que surgiu no início do século XX e tem como principal propósito o estudo das deformações e do escoamento dos materiais, como indicado pelos radicais de origem grega *rheos* (fluir) e *logos* (estudo). Na área de alimentos as propriedades reológicas são utilizadas no controle de qualidade, avaliação da textura, projetos de controle e processos e determinação da estrutura do alimento, incluindo mudanças físico-químicas que ocorrem durante o processamento e armazenamento (ALVARDO; AGUILERA, 2001).

O comportamento reológico dos fluidos está dividido em newtonianos e não-newtonianos, sendo os newtonianos caracterizados por uma relação linear entre tensão de cisalhamento e a taxa de deformação aplicada, dependendo apenas da temperatura e da composição do fluido. Os fluidos não-newtonianos são os fluidos inelásticos, dependentes ou independentes do tempo, de modo que, os independentes não são afetados pelo histórico anterior de cisalhamento. Estes são classificados como pseudoplásticos como descrito na figura 2.



**Figura 2:** Classificação reológica dos fluidos (Adaptado de STEFFE, 1996).

O dimensionamento de equipamentos para processamento de derivados de frutas quer sejam sucos ou polpas, envolve problemas relativos ao seu escoamento (QUEIROZ et al., 2000), e ter-se o conhecimento do comportamento reológico é útil não só para o controle de qualidade do produto, mas principalmente para a adequação correta de sistemas de tubulação, trocadores de calor, filtros, bombas, entre outros.

A importância do conhecimento do comportamento reológico dos derivados de frutas, que deve ser utilizado nos parâmetros de qualidade, de avaliação e operação dos equipamentos processadores de alimentos. As referências que tratam da reologia de derivados de frutas estabelecem que a temperatura, a concentração de sólidos solúveis, o teor de pectina e de sólidos insolúveis são os principais responsáveis pelo comportamento reológico (QUEIROZ, 1998).

O modelo reológico mais largamente utilizado para descrever o escoamento de fluidos não newtonianos é o modelo da Lei da Potência. É recomendado para fluidos que iniciam o processo de escoamento quando a tensão de cisalhamento aplicada supera a tensão inicial característica de cada um desses fluidos (QUEIROZ, 1998). São exemplos de modelos reológicos: Bingham; Herschel-Bulkley; Mizrahi-Berk e Holdsworth (1971),

onde afirma que a maioria dos fluidos alimentícios apresenta comportamento pseudoplástico, cuja viscosidade aparente decresce com o aumento da taxa de deformação.

De acordo com Lewis (1993), que define viscosidade como a consequência dos atritos internos na massa dos fluidos, representando resistência ao escoamento. A viscosidade é considerada a principal propriedade reológica de um fluido. Em muitas operações das indústrias de alimentos, conhecer a viscosidade do fluido é essencial para a definição do equipamento mais apropriado. No processamento de alimentos, a medição da viscosidade permite controlar a qualidade das matérias-primas, avaliar o efeito das variações nas condições de processamento sobre os produtos durante a fabricação e estimar o produto final.

A viscosidade pode mudar consideravelmente em algumas operações, em particular, nos processos que envolvem aquecimento, resfriamento, homogeneização e concentração, bem como durante fermentações industriais (LEWIS, 1993). O termo viscosidade é comumente utilizado para fluidos Newtonianos, enquanto para fluidos Não-Newtonianos o termo mais apropriado a se utilizar é viscosidade aparente, a qual depende somente da magnitude da taxa de deformação ou da tensão de cisalhamento.

Fluidos newtonianos não alteram sua viscosidade com a variação da taxa de cisalhamento. Fluidos não newtonianos podem ser classificados conforme a variação de sua viscosidade aparente em função da taxa de deformação: pseudoplásticos tendem a diminuir a viscosidade aparente conforme aumenta a taxa de deformação e os dilatantes tendem a aumentar a viscosidade aparente conforme se aumenta a taxa de deformação (DIAMANTE; UMEMOTO, 2015).

Muitos estudos sobre o comportamento reológico de sucos e polpas de frutas estão sendo feitos, Sousa et al., (2014) analisaram o comportamento reológico e efeito da temperatura da polpa de pequi em diferentes concentrações. Diamante e Umemoto (2015), na avaliação de propriedades reológicas de produtos de frutas e vegetais, copilaram e analisaram dados de mais de 30 publicações recentes sobre as propriedades reológicas de produtos à base de frutas. O modelo Herschel-Bulkley e Lei da Potência foram usados para descrever a maior parte do comportamento dos produtos com um comportamento pseudoplástico com  $n < 1$ .

De acordo com Moura et al., (A 2016) existe grande diversidade entre as características gerais dos produtos à base de fruta, principalmente quanto à quantidade de sólidos solúveis. Todas as amostras analisadas foram classificadas como fluidos

pseudoplásticos, seguindo o modelo da Lei da Potência e ajustando bem ao modelo Arrhenius. Foi possível a utilização de modelo teórico para a estimativa da densidade, com erros menores que 1,7%, mesmo com a grande variação de sólidos solúveis das amostras. Para as demais propriedades, foi identificada a necessidade da avaliação experimental das amostras, pois os modelos teóricos estudados levam em conta somente o teor de umidade das amostras e podem gerar erros de até 50% nas estimativas.

O comportamento reológico ocupa posição de grande destaque, porém, há escassez de dados sobre propriedades reológicas dos sucos, polpas e outros concentrados de frutas brasileiras (VIDAL; GASPARETTO, 2000). A matéria-prima brasileira apresenta características diferentes daquela produzida em outras partes do mundo, principalmente no que diz respeito aos teores de polpa e de açúcares. Daí a importância da criteriosa caracterização reológica de produtos brasileiros, considerando a influência dos fatores que afetam as propriedades ligadas ao escoamento (BEZERRA, 2000).

Sousa et al., (2014) observaram que os modelos de Ostwald-de-Waelle, HerschelBulkley e Mizrahi-Berk ajustaram-se bem aos dados reométricos da polpa de pequi, com melhores resultados para o de MizrahiBerk. A equação de Arrhenius na taxa de deformação estudada pode ser utilizada para expressar a influência da temperatura sobre a viscosidade aparente. A polpa de pequi tem características reológicas de natureza similar às de outras frutas e seu comportamento reológico, tanto sob variação de concentração como sob efeito do aquecimento, pode ser ajustado pelos mesmos modelos.

#### **2.4. Congelamento**

O congelamento é um dos métodos de armazenamento de produtos alimentícios mais antigos de conservação de produtos, com menor risco de transformações indesejáveis, pois preserva o valor nutricional, sensorial e outras características de qualidade do produto (OLIVEIRA, 2016). Durante o congelamento, a flora de microrganismos presente diminui consideravelmente, podendo aumentar se a operação de descongelamento não for realizada corretamente (ANDRADE, 2019).

Por um lado, as baixas temperaturas e a formação dos cristais de gelo reduzem o crescimento de micro-organismos e a atividade enzimática, por outro, quando grandes cristais de gelo são formados, pode ocorrer danos à integridade de componentes celulares, alterando de forma significativa as características originais do alimento. Sem dúvida, a taxa ou velocidade de congelamento é um aspecto importante, uma vez que leva à



formação de cristais de gelo menores e, conseqüentemente, menores os impactos sobre a qualidade do produto (PROVESI, 2015).

O processo de congelamento é de suma importância no desenvolvimento do produto final da liofilização, influenciando diretamente em diversos aspectos da amostra, tais como: forma distribuição e tamanho dos poros, que são formados pela sublimação da água ou a substância aquosa congelada durante a secagem primária. Segundo Malik et al.(2018), os cristais de gelo formados durante a etapa de congelamento, influenciam também na consistência, cor e retenção de aroma do produto final.

O congelamento dispõe de três fases que são classificados de acordo com sua velocidade em congelamento lento, rápido e ultrarrápido, no qual irá depender do quociente entre a temperatura do produto e o líquido refrigerante e fatores de resistência como: velocidade do ar, embalagem, tamanho do produto, geometria do sistema e composição do produto (DAMODARAN et al., 2010).

No congelamento lento o processo é mais demorado onde, os primeiros cristais de gelo são formados nos espaços intercelulares forçando assim a migração da água no interior da célula para esses espaços. Essa fase possui formas hexagonais e por seu tamanho ocasionam a ruptura das membranas celulares devido aos cristais formados no espaço intercelular, nesse método o período de cristalização é maior, ocasionando numerosos cristais de gelo extracelulares que se perdem facilmente como consequência disso há a perda de suco celular (gotejamento) durante o descongelamento dos produtos, com perda de elementos nutritivos (OLIVEIRA, 2016; VASCONCELOS, 2016).

O congelamento rápido é resultado de uma queda brusca de pressão ou temperatura, são formados pequenos cristais de gelo e distribuídos uniformemente sem afetar a estrutura das células, nessas condições a taxa de transferência de massa do vapor d'água para a camada seca será maior, facilitando assim todo o processo tecnológico e intensificando a desidratação (MALIK et al., 2018).

O congelamento ultrarrápido também conhecido como “ultracongelamento” é realizado em poucos minutos em função das baixas temperaturas realizadas, onde irão produzir cristais de gelo esféricos (OLIVEIRA, 2016). Vários líquidos congelantes são utilizados nessa fase, um dos mais utilizados é o nitrogênio, por ser atóxico e possuir baixo ponto de ebulição facilitando assim todo o processo de obtenção (EVANGELISTA, 2005).

## 2.5. Secagem por liofilização

A secagem é uma técnica de conservação utilizada para garantir a qualidade dos alimentos e que possibilita elaborar produtos, pela redução do teor de água, esta possibilita melhorar as características de armazenamento e manuseio do produto, conter o desenvolvimento microbiológico, concentrar compostos nutricionais, inativar ou diminuir ações enzimáticas que podem provocar alterações indesejáveis nos alimentos, ou seja, é uma tecnologia que prolonga a vida útil do produto (SILVA et al., 2015).

As indústrias lucram com os benefícios da secagem, pois ela provoca redução de massa e volume, redução dos custos industriais como transporte, embalagem e estocagem, além de proporcionar ao mercado consumidor, alimentos fora do seu período de safra com vida de prateleira longa, por proporcionar estabilidade ao alimento, já que, com a redução da atividade de água, conseqüentemente ocorrerá redução do risco de degradação do alimento (KUMAR et al., 2014).

A liofilização é um processo de secagem que consiste na remoção da água por sublimação. A água, ou a substância aquosa, é removida como vapor da substância congelada, ou seja, passa da fase sólida direto para a fase de vapor. É uma operação de desidratação na qual a matéria-prima previamente congelada é submetida a determinadas condições de pressão e temperatura que ocasionam a sublimação da água. Nesse caso, a água não passa pelo estado líquido e a dinâmica entre vácuo e baixa temperatura promove a sublimação (VIEIRA et al., 2012).

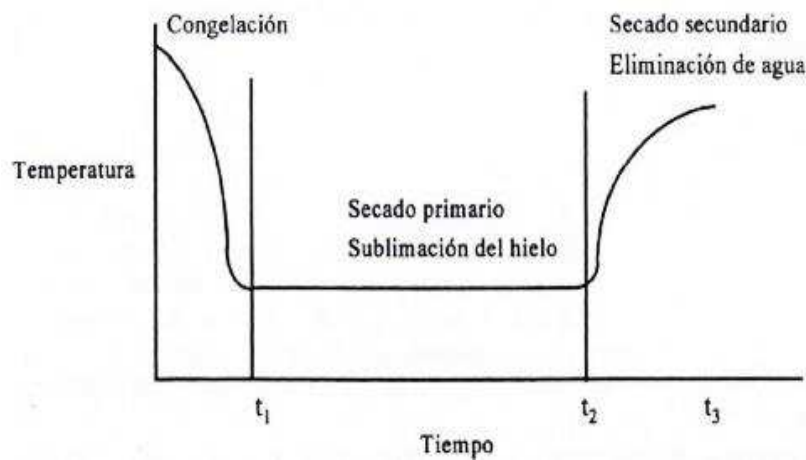
Estudos sobre a aplicação da liofilização vêm sendo desenvolvidos a fim de aprimorar e se ter uma maior preservação da qualidade dos alimentos processados. Oliveira et al., (2012) ao avaliarem a prospecção tecnologia do processo de liofilização na indústria de alimentos afirmaram que o emprego desta técnica se trata de uma área promissora, com número crescente de depósitos de patentes e ressaltam ainda, que na área alimentícia, o emprego deste processo se encontra bastante correlacionado com o preparo e o tratamento de alimentos e gêneros alimentícios.

Por empregar baixas temperaturas, essa tecnologia permite a preservação de propriedades organolépticas, como aromas, que são muito influenciados por processos convencionais de secagem que utilizam temperaturas elevadas (VIEIRA et al., 2012). Entre as vantagens apontadas por Marques (2008) está o fato de que a liofilização permite um mínimo de encolhimento ao material a ser seco, não havendo a formação de camadas duras e impermeáveis (*case-hardening*), bem como não há migração de sólidos solúveis para a superfície, durante a secagem.

Além do aroma, a baixa temperatura preserva grande parte dos nutrientes originais, agregando valor aos alimentos liofilizados. Por outro lado, seu custo é, em média, o triplo daquele empregado por outras técnicas. Assim, torna-se imprescindível o incremento de pesquisas que possam reduzir os custos e tornar esses alimentos mais competitivos comercialmente (VIEIRA et al., 2012).

Entre os métodos de desidratação que podem ser selecionados, a liofilização se destaca como uma das que melhor preservam a compostos termossensíveis, pois utilizam baixas temperaturas. Entretanto, pós de polpa de frutas produzidos por liofilização são muito higroscópicos e é frequentemente necessário usar secagem aditiva como goma arábica para obter produtos com melhores características físicas, como baixa viscosidade (SANTOS et al., 2016).

Marques (2008) e Orrego Alzate (2008) afirmam que a tecnologia da liofilização consiste em três principais operações: congelamento, secagem primária e secagem secundária. As três fases do processo de liofilização são apresentadas na Figura 3.



**Figura 3:** Etapas do processo de liofilização. Fonte: Barbosa-Cánovas et al. 2000.

Na primeira etapa, definida como a de congelamento, a estrutura dos poros do produto seco, irá influenciar na taxa de transferência de calor e massa no período de secagem por liofilização, sendo esta influência determinada pelos cristais de gelo formados no material durante o congelamento e de acordo com a temperatura que será congelado, cristais de gelo pequenos e descontínuos, a taxa de transferência de massa do vapor de água pela camada seca pode ser limitada, tendo em vista que o tamanho e homogeneidade dos cristais de gelo formados, definem toda a característica do produto formada pela sublimação (OLIVEIRA, 2016).

Na segunda etapa vem a desidratação primária que ocorre por sublimação, onde a água (no estado sólido) contida na amostra congelada é convertida diretamente para vapor (cerca de 90% da água é evaporada do produto) (SILVA, 2015). Segundo Chakraborty et al. (2006), essa fase possui diversos fatores críticos, tais como: a quantidade de água na camada seca, a velocidade e temperatura da interface e a sua duração.

A terceira etapa é a desidratação secundária que consiste na retirada de água que está ligada à estrutura do material por dessorção, quando não existe mais água na forma de gelo, ao final da secagem secundária este teor de água chega a níveis abaixo de 3%, (OLIVEIRA, 2016).

Segundo Metta et al. (2012) a liofilização apresenta várias vantagens ao competir com os outros processos de desidratação de alimentos, dentre as quais podem citar-se:

- Estocagem à temperatura ambiente;
- Redução drástica do peso do produto, reduzindo custos com transporte e embalagem:
  - ✓ Frutas e hortaliças – até 95%
  - ✓ Carnes – aproximadamente 80%
- Validade mínima de um ano, desde que em embalagem adequada;
- Manutenção das características nutricionais e organolépticas (cor, sabor, aroma e textura) do produto original;
- Manutenção da forma;
- Reidratação instantânea;
- Segurança microbiológica, uma vez que  $a_w < 0,6$ ;
- Processo ocorre em ausência de oxigênio.

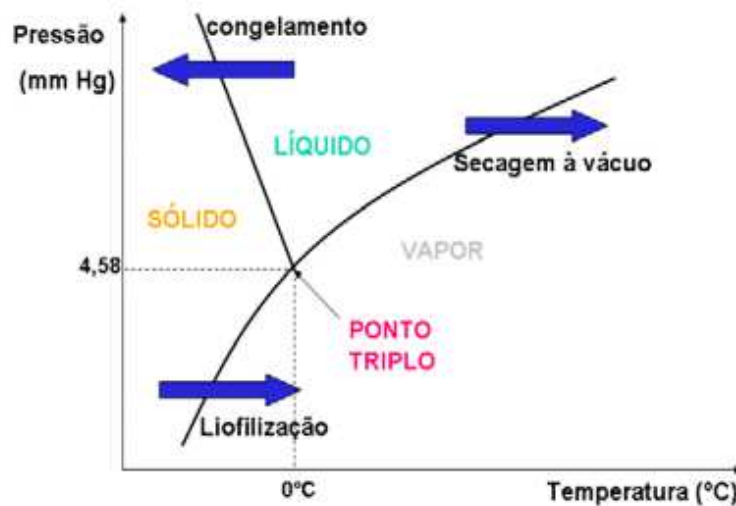
## 2.6. Cinética de secagem e modelagem matemática

A liofilização é definida como um processo de estabilização, em que uma substância previamente congelada, tem o solvente removido por sublimação (secagem primária) e, em seguida, por dessorção (secagem secundária). Estas condições garantem que não haverá mais crescimento biológico e reações químicas (JENNINGS, 2009).

Segundo Oliveira (2016) no processo de liofilização, os cristais de gelo contidos no produto, ao sublimarem, formam uma interface de transição entre a camada congelada e a camada seca, denominada interface de sublimação, onde, não existirá mais cristais de gelo, porém o conteúdo de água presente permanece mais elevado que o conteúdo de água

na camada seca do produto. Esses cristais de gelo presentes nas amostras congeladas só serão realizados devido a etapa primária da liofilização onde o produto está sob pressão e temperatura abaixo do ponto triplo da água (MONTE, 2018).

A cinética de secagem representa as regiões onde a fase sólida, líquida e vapor estão presentes. A intersecção das três linhas ocorre a uma temperatura de 0,0098 °C e uma pressão de 4,58 mmHg, o chamado ponto triplo. É fornecido calor a um material em condições abaixo do ponto triplo, a água contida neste produto passará diretamente do estado sólido ao de vapor, sublimando. É nestas condições que ocorre o processo de liofilização (METTA et al., 2012). A figura... representa graficamente as propriedades da água em termos de duas variáveis intensivas, pressão e temperatura.



**Figura 4:** Diagrama de fases da água. Fonte: (METTA et al., 2012)

O vapor de água é removido gradativamente mantendo-se a pressão da câmara do liofilizador abaixo da pressão de vapor na superfície do gelo, através da remoção de vapor com uma bomba de vácuo e posterior condensação em uma serpentina de refrigeração, assim à medida que a secagem segue, a sublimação atinge o interior do alimento congelado, deixando-o parcialmente desidratado (OLIVEIRA, 2016).

De acordo com Oliveira (2016) o condensador é uma peça indispensável para a retirada de água do produto durante a liofilização, pois com a formação de vapor de água ocorre um aumento da pressão na câmara de secagem, o que poderia interromper o processo de sublimação, portanto outro parâmetro considerado importante no estudo do processo de liofilização é a pressão da câmara. A pressão da câmara também influencia a

transferência de calor e de massa e por isso é considerada um parâmetro importante no estudo do processo de liofilização. Diminuindo-se a pressão na câmara aumenta-se a taxa de sublimação (BORGOGNONI, 2009).

O estudo da cinética de liofilização ainda é bastante escasso em relação ao seu comportamento nos materiais, isso possibilita o estudo da influência das variáveis do processo sobre a transferência de massa e aprofundamento de todo o processo. Muitas técnicas são utilizadas para a determinação da taxa de sublimação durante a secagem primária. Diante disso, alguns autores determinaram a taxa de sublimação retirando amostras durante o processo de liofilização e medindo a perda de peso das amostras analisadas (CHAKRABORTY et al., 2006). Neste sentido, o estudo da cinética de secagem é de fundamental importância para a predição das equações de taxa de secagem utilizadas na modelagem dos fenômenos de transferência na liofilização (MARQUES, 2008).

A utilização de modelos matemáticos que demonstram o comportamento do produto durante o processo de liofilização vem sendo estudada há muitos anos (BORGOGNONI, 2009). Existem vários modelos matemáticos empíricos e teórico. No modo empírico são formados grupos físicos que são facilmente estudados por experimentos laboratoriais, controlando parâmetros como a temperatura, razão da temperatura e a velocidade do ar de secagem, já os modelos teóricos, consideram a transferência de massa o interior do sólido e a transferência de calor, dessa forma descrevem o perfil da distribuição de água no interior do alimento (SILVA, 2017).

Os modelos que representam o fenômeno de água dentro das partículas estão comumente baseados em mecanismos difusionais. São habitualmente usados para representar processos onde a água líquida se difunde através dos poros do material e, em seguida, passa para o estado gasoso, o que é considerado como um processo de secagem convencional. Contudo, também tem sido utilizado na liofilização (PÉREZ CASTILLO, 2010).

Utiliza-se diversos modelos matemáticos na cinética de secagem representando quem melhor se ajusta aos dados experimentais e assim, obter as equações de taxa de secagem. Segundo Perez Castillo (2010) o coeficiente de difusão tem sido eficaz para descrever o movimento da água e a Lei de Fick é utilizada para descrever matematicamente a taxa de secagem decrescente em partículas sólidas. É importante ressaltar que, em geral, durante a secagem de alimentos não há um período de taxa de

secagem constante, e quando há, este é insignificante, portanto, dependendo do caso, poderá descrever o processo de secagem completa.

## **2.7. Produtos desidratados em pó**

O consumo de alimentos “in natura”, principalmente frutas estão cada vez mais baixos, tendo em vista que são produtos altamente perecíveis e de difícil transporte quando comparados ao estilo de vida atual da maioria dos consumidores, impedindo assim seu consumo. Além disso, as perdas de produtos pós-colheita possuem valores elevadíssimos, representando grandes prejuízos econômicos, que vão desde o transporte até a forma de armazenamento.

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

Devido a sua alta perecibilidade, a operação de secagem aplicada às mais diversas frutas constitui uma alternativa para ampliar mercados, aumentar lucros, diminuir perdas pós-colheita e obter produtos com maior vida de prateleira, devido à alta estabilidade microbiológica na forma de pó em comparação com a forma convencional (ARAÚJO-DÍAZ, 2017).

Tendo em vista os diversos meios para a secagem ou mesmo desidratação dos produtos alimentícios, a conservação por liofilização tem sido bastante utilizada por preservar as características nutritivas e compostos bioativos presentes nos frutos. Por provocar alterações mínimas nas características sensoriais e nos valores nutricionais, a liofilização aumenta a estabilidade do produto, podendo este ser armazenado em temperatura ambiente, e ainda reduz o peso e o volume do produto final, estes benefícios possibilitam a redução nos custos com embalagem, armazenamento e transporte (BEZERRA, 2014).

Pós de frutas ou formulações com leite ou demais produtos podem ser usados como um substituto conveniente diversos alimentos, sendo uma forma saudável pois, na sua maioria são alimentos sem aditivos ou mesmo conservantes, propiciando assim características mais próximas ao natural, atendendo a crescente demanda populacional e industrial.

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

Assim, meios agroindustriais no processamento de produtos em pó estão sendo estabelecidos para que os produtos tenham uma maior vida de prateleira, apresentando características desejáveis pelo consumidor, boa capacidade de reidratação, atrativos e nutricionalmente o mais próximo possível dos produtos in natura.



### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1. Local de realização do experimento

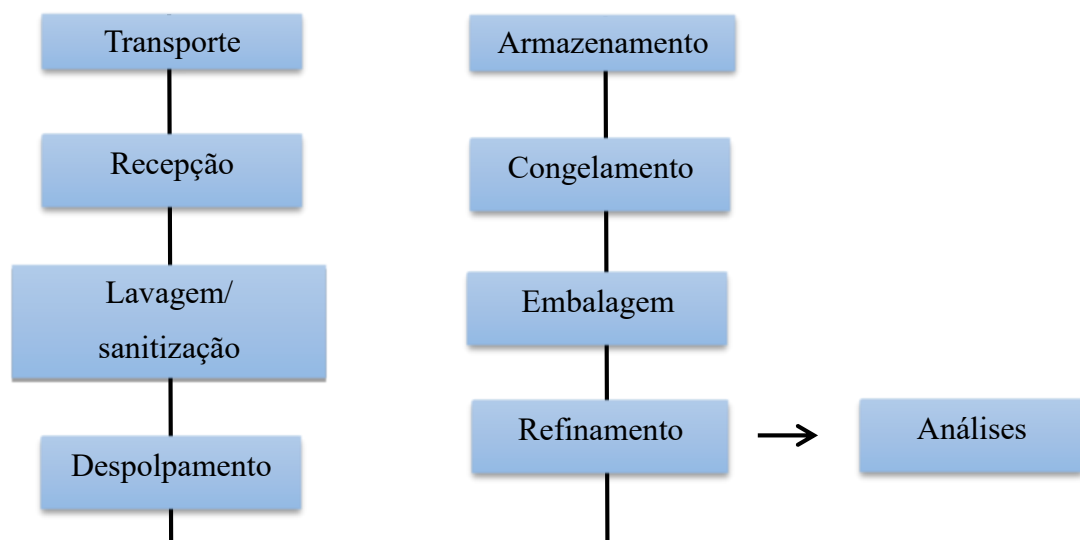
O experimento foi conduzido no Laboratório de Engenharia de Alimentos (LEA), laboratório de tecnologia do frio e no laboratório de agroindústria, pertencentes à Unidade Acadêmica de Engenharia de Alimentos, da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), localizada no município de Campina Grande, microrregião do Agreste Paraibano, a 7°13'32" de latitude Sul e a 35°52'38" de longitude oeste, com área territorial de 593,026 km<sup>2</sup> (IBGE, 2018). E no Laboratório de Pós-Colheita da UFPB, Campus II, localizado na cidade de Areia, PB.

#### 3.2. Matéria prima

Foram utilizados umbus (*Spondias tuberosa* Arruda Câmara), em estágio de maturação verde, adquiridas no município de Sumé, localizado no Cariri Paraibano. O leite utilizado na pesquisa foi obtido do rebanho de caprinos oriundos do Setor de Caprinocultura, pertencente à UFPB, localizado no Campus III – Bananeiras-PB.

#### 3.3. Processamento da polpa de umbu

Após a colheita os frutos foram acondicionados em sacos plásticos e transportados para a UFCG e processado de acordo com o fluxograma da figura 5.



**Figura 5:** Fluxograma do processamento e obtenção da polpa de umbu. Fonte: Autora, 2020.

Os umbus (Figura 6 A) foram recepcionados no laboratório de agroindústria em caixas plásticas vazadas, selecionados manualmente com o objetivo de separar os maduros e verdes ou com qualquer tipo de injúria; em seguida, foram lavados em água corrente para a retirada de sujidades; posteriormente, foram sanitizados com solução de hipoclorito de sódio a 50 ppm por 15 minutos (Figura 6 B), enxaguados em água corrente para a retirada do excesso da solução de hipoclorito de sódio, depois os frutos foram cozidos em água durante 5 minutos após fervura.

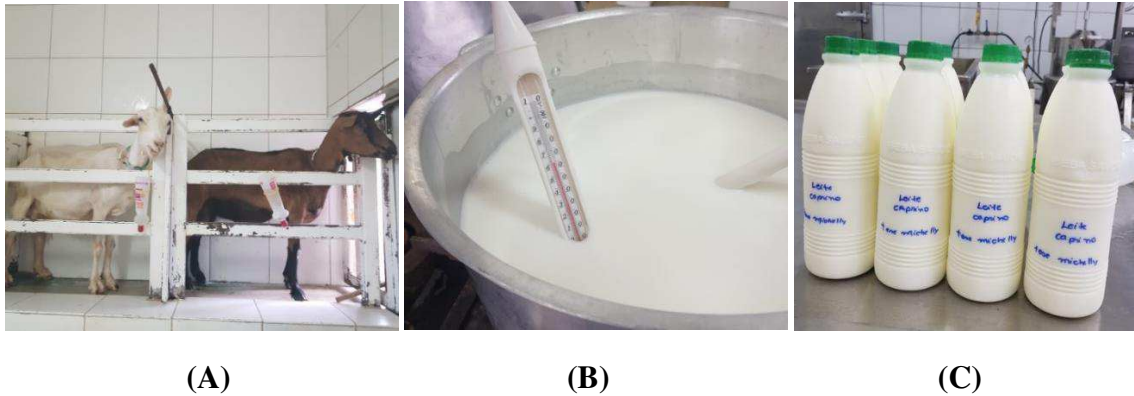
O despulpamento foi realizado em despulpadora industrial (Figura 6 C), onde os frutos foram desintegrados separando a polpa da semente e casca. Posteriormente, a massa obtida foi homogeneizada, e a polpa refinada foi acondicionada em embalagens de polietileno de alta densidade e fechados com seladora manual. (Figura 6 D). Uma parte foi submetida a congelamento rápido em nitrogênio líquido (-196 °C) visando melhor preservação de suas características físicas, químicas e sensoriais, e, em seguida, foram acondicionadas em freezer horizontal a temperatura de  $-30 \pm 2$  °C, até realização dos experimentos. Outra parte foi separada para análises imediatas posteriores.



**Figura 6:** Umbus (A), Sanitização (B), Despulpamento (C), Polpa pré-cozida embalada (D). Fonte: Autora, 2020.

### 3.4. Processamento do leite caprino

As amostras de leite utilizadas foram obtidas por meio de ordenha manual (Figura 7 A), seguindo-se os cuidados higiênicos desenvolvidos no Setor. Depois as amostras foram tratadas (Figura 7 B) por processo térmico de pasteurização lenta a 65 °C por 30 minutos (BRASIL, 2000) sendo acondicionadas em garrafas plásticas de polietileno, com capacidade de 1 (um) litro (Figura 7 C) e armazenadas sob refrigeração (10 °C).



**Figura 7:** Ordenha (A), Pasteurização (B), Envaze (C). Fonte: Autora, 2020.

### 3.5. Elaboração das formulações

As formulações estudadas serão: Formulação 1 = 40 % polpa de umbu + 60% de leite caprino; Formulação 2 = 50% polpa de umbu + 50% de leite caprino; Formulação 3 = 60% polpa de umbu + 40% de leite caprino. Na tabela 2 encontram-se as porcentagens das formulações para a elaboração da umbuzada.

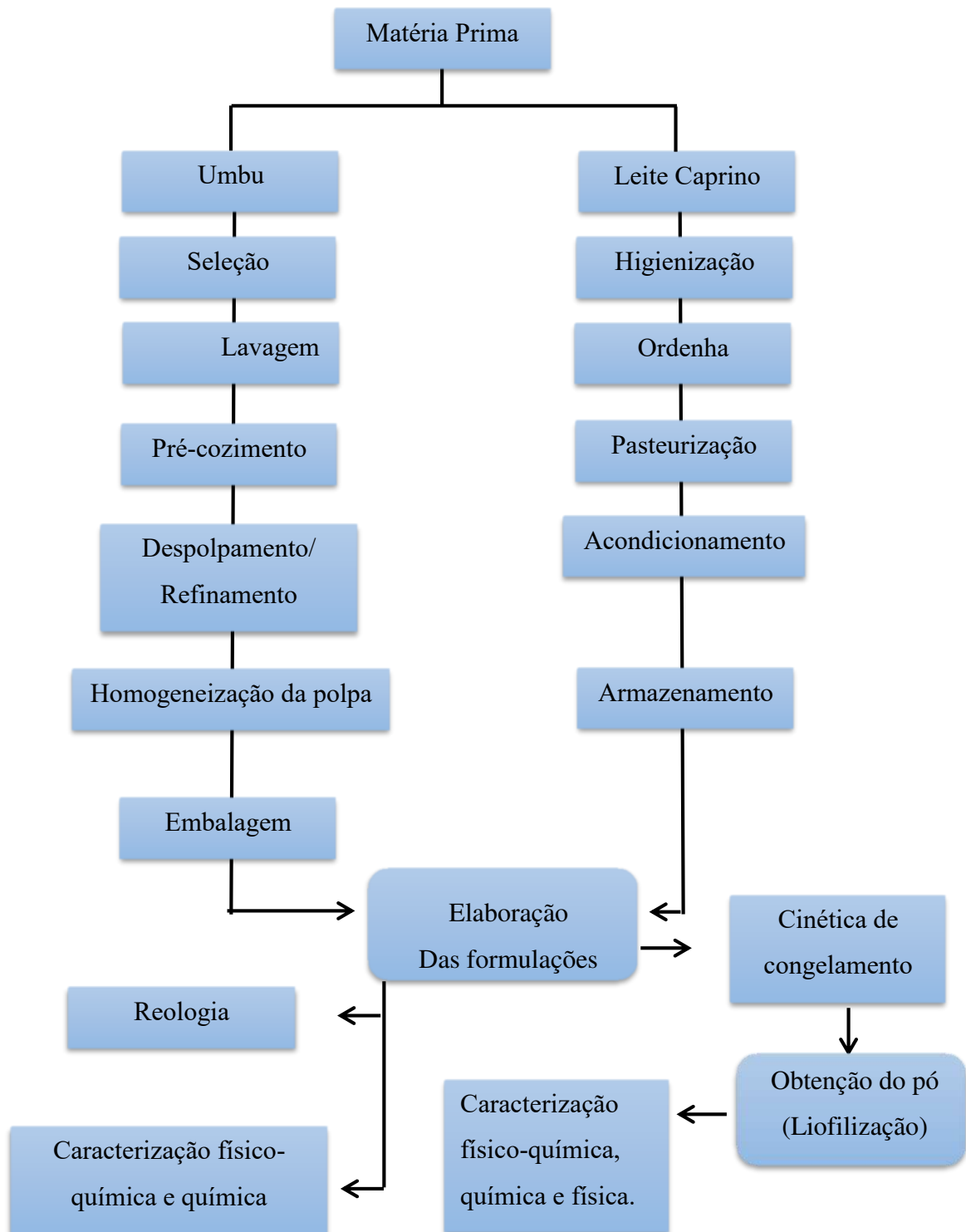
**Tabela 3:** Formulações da umbuzada

Formulação	Polpa (%)	Leite (%)
I	40	60
II	50	50
III	60	40

Fonte: Autora, 2020.

### 3.6. Processamento da umbuzada

As etapas do processamento da umbuzada estão expostas no fluxograma da Figura 8.



**Figura 8:** Representação do processo de formulação e obtenção de umbuzada em pó.  
Fonte: Autora, 2020.

### **3.7. Caracterização físico-química da matéria prima e das formulações**

#### **3.7.1. Teor de água e sólidos totais**

O teor de água e os sólidos totais foram determinados pelo método de secagem das amostras em estufa a  $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  até peso constante, segundo metodologia descrita pelo IAL (2008).

#### **3.7.2. Potencial hidrogeniônico (pH)**

Determinou-se o potencial hidrogeniônico (pH) pelo método potenciométrico, através de um pHmetro, medidor digital modelo TEC-2 da marca Tecnal, calibrado com soluções tampão de pH 7,0 e 4,0, segundo a metodologia do IAL (2008).

#### **3.7.3. Sólidos solúveis totais**

Os sólidos solúveis totais foram determinados através de leitura direta com um refratômetro portátil da marca Instrutherm, modelo RT-95. A leitura do Brix será corrigida em função da temperatura da amostra utilizando-se a tabela contida no manual do IAL (2008).

#### **3.7.4. Acidez total titulável em ácido cítrico**

A acidez total titulável será realizada pela técnica titulométrica, baseada na neutralização da amostra com a solução padronizada de NaOH 0,1 N, de acordo com o método descrito pelo IAL (2008).

#### **3.7.5. Açúcares redutores em glicose**

A técnica utilizada foi a de titulometria com solução de feeling em aquecimento, de acordo com a metodologia descrita pelo IAL (2008).

#### **3.7.6. Açúcares não redutores em sacarose**

Foram determinados segundo método baseado na multiplicação da diferença entre as porcentagens de açúcares totais e açúcares redutores em o fator 0,95 de acordo com a metodologia descrita pelo IAL (2008).

### **3.7.7. Açúcares totais**

A técnica utilizada foi a de titulometria com solução de feeling com aquecimento, após hidrólise ácida da amostra, segundo a metodologia descrita pelo IAL (2008).

### **3.7.8. Ácido ascórbico**

A determinação do ácido ascórbico foi realizada de acordo com a metodologia da AOAC (1997), a qual se baseia na redução do 2,6-diclorofenol indofenol-sódio (DCFI) pelo ácido ascórbico, modificada por BENASSI & ANTUNES (1998), que utilizam o ácido oxálico como solução extratora.

### **3.7.9. Cinzas**

A quantidade de cinzas foi determinada através da incineração das amostras em mufla aquecida a 550 °C, até a obtenção de um resíduo isento de carvão, com coloração branca acinzentada, segundo metodologia descrita pelo IAL (2008).

### **3.7.10. Proteínas**

O teor de proteínas foi determinado pelo método Micro-Kjeldahl, que consiste na determinação do nitrogênio total. Para converter o resultado em proteína será utilizado o fator 5,75, recomendado para proteínas de vegetais, de acordo com a metodologia descrita pela AOAC (2010).

### **3.7.11. Lipídeos**

A quantidade de lipídeos foi determinada pelo método de Bligh-Dyer (FOLCH et al. 1957) na qual utiliza-se clorofórmio e metanol (2:1). E para o leite foi realizada a dosagem de ácidos graxos, utilizando o extrato lipídico obtido na determinação da gordura, como já descrito, que foram saponificados e esterificados segundo descrito por Hartman e Lago (1973).

### **3.7.12. Carboidratos totais**

Os carboidratos totais das amostras foram calculados a partir da diferença entre a massa inicial da amostra (100 gramas) e o total da massa de proteínas, lipídios, cinzas e fibra alimentar, conforme metodologia do IAL (2008).

$$\% \text{ Carboidratos} = 100 - (A + B + C + D) \quad (3.1)$$

em que:

A – teor de água, %;

B – proteínas, %;

C – lipídios, %;

D – cinzas, %;

### 3.7.13. Valor calórico

Para determinação da Energia (calorias Kcal) foram utilizados os fatores de conversão,  $\text{kcal} = (9 \times \text{lipídios}) + (4 \times \text{proteínas}) + (4 \times \text{carboidratos totais})$ , conforme o cálculo do valor energético da Resolução da ANVISA RDC nº 360/03 (BRASIL, 2003).

### 3.7.14. Atividade de água

A atividade de água foi determinada através de leitura direta da amostra na temperatura de aproximadamente, 25 °C, com o auxílio do equipamento Aqualab CX-2T, Decagon a 25 °C.

## 3.8. Cor

Os parâmetros de cor foram determinados por leitura direta na amostra utilizando-se espectrofotômetro MiniScan HunterLab XE Plus, com sistema de cor Cielab. O instrumento, equipado com iluminante D65/10° foi calibrado com placa preta e placa branca padrão (X=80,5, Y=85,3, Z=90,0), conforme instruções do fabricante. Os parâmetros determinados foram: L\* que fornece a luminosidade, variando do branco (L=0) ao preto (L=100); a\* que caracteriza a coloração na região do verde (-a\*) para a cor vermelha (+a\*), e b\* que indica a coloração no intervalo da cor azul (-b\*) para a cor amarela (+b\*).

## 3.9. Comportamento reológico

Para determinação do estudo reológico das formulações da umbuzada, utilizou-se um viscosímetro Brookfield modelo DV II + Pro, para efetuar as leituras dos valores de viscosidade aparente e porcentagem de torque das formulações, as medidas foram realizadas nas temperaturas de 5 °C, 10 °C, 15 °C e 25 °C por serem, respectivamente, a temperatura típica de consumo de suco de frutas e a temperatura representativa ambiente.

As leituras do torque foram feitas logo depois de transcorridos os primeiros 30 segundos de cisalhamento, em diferentes velocidades de rotações: 50, 60, 70, 80, 90, 120, 135, 140, 150, 160, 180 e 200 rpm.

Os dados de velocidade de rotação, viscosidade aparente e torque obtidos no viscosímetro foram utilizados para obtenção das medidas reológicas (tensão de cisalhamento e taxa de deformação) seguindo-se a metodologia de MITSCHKA (1982).

### 3.9.1. Ajuste matemático aos dados experimentais de reologia

Os modelos reológicos de Ostwald-de-Waelle (Lei da Potência), Casson, Herschel-Bulkley e Mizrahi-Berk foram ajustados aos valores experimentais de tensão de cisalhamento e da taxa de deformação e a realização do ajuste dos modelos matemáticos aos dados experimentais foi aplicado à análise de regressão não linear, pelo método Quasi-Newton, a partir do software STATISTICA 7.0. Para a definição do melhor ajuste foram analisados os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadrados médios (DQM).

Os valores experimentais de tensão de cisalhamento e da taxa de deformação foram ajustados pelos modelos reológicos de Ostwald-de-Waelle, Casson e HerschelBulkley (Equações: 3.2, 3.3 e 3.4 respectivamente).

#### Ostwald-de-Waelle (Lei da Potência)

$$\tau = K(\dot{\gamma})^n \quad (3.2)$$

Em que:

$\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa)

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

K = índice de consistência (Pa.  $s^n$ )

$n$  = índice de comportamento de fluxo (adimensional)

#### Casson

$$\tau^{1/2} = k_0 + k_1\dot{\gamma}^{1/2} \quad (3.3)$$



Em que:

$\tau$  = tensão de Cisalhamento (Pa) <sup>1/2</sup>

$\gamma$  – taxa de deformação (s<sup>-1</sup>)

$K_c$  = viscosidade plástica de Casson (Pa. s) <sup>1/2</sup>

$K_o$  = tensão inicial(Pa) <sup>1/2</sup>

### Modelo Herschel-Bulkley

$$\tau - \tau_{oH} = K_H \gamma^{n_H} \quad (3.4)$$

Em que:

$\tau$  = tensão de Cisalhamento (Pa)

$\tau_{oH}$  = taxa de deformação (s<sup>-1</sup>)

$K_H$  = viscosidade plastica de Casson (Pa. s<sup>n</sup>)

$n_H$  = indice de comportamento de fluido (adimensional)

### 3.9.2. Análise estatística

Para avaliação dos dados da viscosidade aparente foi adotado o experimento fatorial de acordo com as rotações, formulações e repetições, utilizando análise de variância no programa computacional ASSISTAT 7.7. De posse das viscosidades aparentes foram calculados o efeito da temperatura com auxílio do programa computacional ORIGIN 6.0 e para identificar comportamento reológico das formulações usou-se o programa STATISTICA versão 7.0. As análises de regressão não linear foram feitas pelo método Quasi-Newton e como critério de seleção para o modelo que melhor representou o processo, utilizou-se o coeficiente de determinação (R<sup>2</sup>), a magnitude do erro médio relativo (P), do desvio-padrão da estimativa (SE) e do desvio quadrático médio (DQM).

### 3.10. Cinética de congelamento

As cinéticas de congelamento das formulações da umbuzada foram realizadas em freezers convencionais da Metal frio com dispositivo de controle nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C. Os dados foram coletados para a construção da curva de

congelamento em função do tempo, colocando-se uma amostra de 20 g da formulação com espessura de aproximadamente 10 mm (placa plana) em um freezer para cada temperatura estudada. A temperatura do freezer foi monitorada por um termopar e a temperatura da amostra a partir de outro termopar instalado no meio da amostra.

Os dados de decréscimo de temperatura foram obtidos introduzindo-se um termopar no centro geométrico da amostra e registrando as temperaturas com intervalos de 60 segundos até que essa se torne constante ou bem próximo à temperatura do meio de congelamento.

### 3.10.1. Modelo de Fourier

A Lei de Fourier foi aplicada aos dados experimentais considerando que segundo Fioreze (2004), o número de Fourier ( $F_0$ ) é o tempo adimensional, em função do comprimento característico  $L$  para superfície plana, ou do raio externo para cilindros ou esferas, conforme Equação 3.5.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (3.5)$$

Para o cálculo da transferência de calor, em regime transiente, cuja forma se assemelha a uma placa plana de espessura  $2L$ , pequena em função do tamanho da mesma, ou seja, placa infinita, inicialmente a temperatura  $T_i$  é subitamente colocada em um meio com temperatura  $T_\infty$ , ocorrerá transferência de energia por condução entre o corpo e o meio, sendo a distribuição de temperatura  $T_x$  na posição “x” (centro geométrico do objeto) desse corpo, uma função do tempo, fornecida pela Equação 3.6 que equivale ao modelo de Fourier:

$$RT = \frac{T_x - T_\infty}{T_i - T_\infty} = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cdot \exp(-\sigma_n^2 F_0) \quad (3.6)$$

em que:

$$A_n = \frac{2 \cdot \text{sen } \sigma_1}{\sigma_1 + (\text{sen } \sigma_1 \cdot \text{cos } \sigma_1)} \quad (3.7)$$

$$F_0 = \left(\frac{\alpha}{L^2}\right) \cdot t \quad (3.8)$$

Para  $n = 1$  a equação se torna:

$$\frac{T-T_{\infty}}{T_0-T_{\infty}} = \frac{2 \cdot \text{sen } \sigma_1}{\sigma_1 + (\text{sen } \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1)} \cdot \exp\left(\frac{\sigma_1^2 \alpha}{L^2} \cdot t\right) \quad (3.9)$$

Essa equação pode ser simplificada para

$$RT = A_1 \cdot \exp(A_2 \cdot t) \quad (3.10)$$

em que,

$$RT = \frac{T-T_{\infty}}{T_0-T_{\infty}} \quad (3.11)$$

$$A_1 = \frac{2 \cdot \text{sen } \sigma_1}{\sigma_1 + (\text{sen } \sigma_1 \cdot \cos \sigma_1)} \quad (3.12)$$

$$A_2 = \left(\frac{\sigma_1^2 \alpha}{L^2}\right) \quad (3.13)$$

em que:

RT = Razão de temperatura, adimensional;

T = Temperatura de cada momento, ° C;

T<sub>∞</sub> = Temperatura do meio de congelamento, ° C;

T<sub>0</sub> = Temperatura inicial do produto, ° C;

A<sub>n</sub> = Coeficiente que depende do produto;

σ<sub>n</sub> = Raíz transcendental;

F<sub>0</sub> = Número de Fourier, adimensional;

α = Difusividade térmica efetiva, mm<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup>;

L = Espessura da amostra dividida por 2, mm;

t = Tempo, s.

### 3.10.2. Modelo I de Cavalcanti-Mata & Duarte

O Modelo I de Cavalcanti-Mata & Duarte proposto pelos autores em 2011 é uma equação derivada do Modelo de Fourier, utilizando o primeiro termo da série (CAVALCANTI-MATA & DUARTE, 2011). No entanto neste modelo os autores atribuem uma correção potencial no tempo, atribuindo um coeficiente *N* ao Modelo de Fourier, tornando o modelo semi-teórico, e pode ser escrito conforme a Equação 3.14.

$$RT(t) = A_1 \exp(A_2 t^N) \quad (3.14)$$

em que,

N = coeficiente de correção temporal.

### 3.11. Experimentos da liofilização

Na liofilização, foram realizados vinte experimentos com 3 repetições, descritos na Tabela 4, com formulações variando a polpa de umbu, o leite caprino e a temperatura (°C). A partir dos ensaios foram determinadas as influências de cada variável e formulação estudada sobre o processo de liofilização, com relação a temperatura de congelamento, tempo de secagem e a qualidade do produto final.

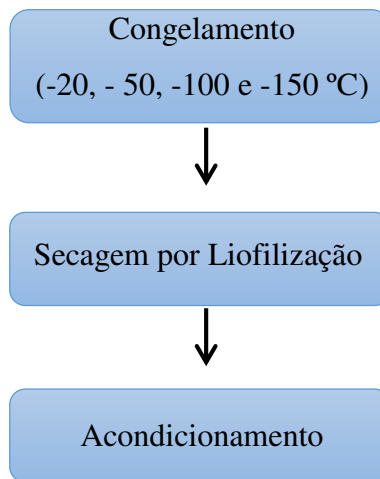
**Tabela 4:** Delineamento experimental para os ensaios de secagem por liofilização

Ensaio	Quantidade de polpa de umbu (%)	Quantidade de leite (%)	Temperatura de congelamento (°C)
1	0	100	-20
2	0	100	-50
3	0	100	-100
4	0	100	-150
5	100	0	-20
6	100	0	-50
7	100	0	-100
8	100	0	-150
9	40	60	-20
10	40	60	-50
11	40	60	-100
12	40	60	-150
13	50	50	-20
14	50	50	-50
15	50	50	-100
16	50	50	-150
17	60	40	-20
18	60	40	-50

19	60	40	-100
20	60	40	-150

### 3.12. Cinética de liofilização

Para a realização da cinética de liofilização foram utilizadas as concentrações já congeladas nas quatro temperaturas citadas anteriormente. As amostras (em duplicatas) em cada formulação foram colocadas em recipientes de plástico e congeladas na forma de placa de 10 mm de espessura e após o congelamento colocadas dentro de um tubo de vidro com capacidade de 500 ml com boca de diâmetro de 75mm e acoplado à válvula (manifolds) do liofilizador adaptado para o procedimento. A cinética de liofilização das formulações, foi realizada, seguindo o Fluxograma da Figura 9. A liofilização foi realizada no equipamento de Marca Terroni, modelo de Bancada Série LS 6000 A.



**Figura 9:** Fluxograma de realização da liofilização.

Durante a secagem foram monitorados o tempo de liofilização e o teor de água do produto inicialmente a cada 30 minutos, depois a cada 1 hora, em seguida a cada 2h fechando-se a válvula (manifolds), e retirando as amostras para pesagem, em balança semianalítica. Esta operação foi repetida até peso constante, finalizando-se o processo. A temperatura interna foi monitorada a cada pesagem como também a externa. A partir dos dados de variação do teor de água com o tempo de liofilização, foi determinada a cinética de liofilização (Equação 3.15).

$$RX = \frac{X_{bs} - X_e}{X_{bs\text{ inicial}} - X_e} \quad (3.15)$$

onde:

$RX$  = razão de teor de água, adimensional;

$X_e$  = Deste modo, a lei de Fick (Equação 3.16) de balanço de massa de água do interior do produto será modificada considerando-se a difusividade efetiva ( $D_{ef}$ ) como uma difusividade efetiva por sublimação ( $D_s$ ), obtendo-se a Equação 3.17.

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \nabla(D_{ef}\nabla X) \quad (3.16)$$

em que:

$X$  = teor de água do produto em base seca, decimal;

$t$  = tempo de secagem, segundos;

$D_{ef}$  = difusividade efetiva,  $m^2s^{-1}$ .

$$\frac{\partial X}{\partial t} = \nabla(D_s\nabla X) \quad (3.17)$$

em que:

$X$  = teor de água do produto a uma pressão de 0,14 mmbar em base seca, decimal;

$D_s$  = difusividade efetiva por sublimação a 0,14 mmbar,  $m^2s^{-1}$ .

Ao aplicar a Lei de Fick modificada para prever a velocidade do movimento da água por sublimação no processo de liofilização, tem-se a Equação 18:

$$\frac{\partial X}{\partial t} = D_s \left( \frac{\partial^2 X}{\partial X^2} + \frac{q}{\psi} \frac{\partial X}{\partial x} \right) \quad (3.18)$$

É necessário considerar as seguintes hipóteses para validar o modelo: sublimação constante, teor de água interna como unidirecional, encolhimento do produto desprezível e geometria como a de uma placa plana infinita de espessura  $L$ .

A Equação 3.19 apresenta soluções para diferentes geometrias, considerando  $q = 0$  para placa plana,  $q = 1$  para cilindro e  $q = 2$  para forma esférica. Considerando a placa plano no estudo, onde, teremos para placa plana, com  $\psi = L$ :

$$\frac{\bar{X}_s - X_{es}}{X_{si} - X_{es}} = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \cdot \exp\left(- (2n+1)^2 \cdot \frac{\pi^2 D_s}{4L^2} \cdot t\right) \quad (3.19)$$

em que:

$\frac{\bar{X}_s - X_{es}}{X_{si} - X_{es}}$  = razão de teor de água no processo de sublimação, adimensional;

X = teor de água submetida a pressão de 0.14 mmbar a cada tempo, decimal;

X<sub>0</sub> = teor de água inicial submetida a pressão de 0.14 mmbar, decimal;

X<sub>e</sub> = teor de água de equilíbrio a pressão de 0.14 mmbar, decimal;

D<sub>s</sub> = difusividade efetiva por sublimação a 0,14 mmbar, m<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>, mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>;

L = comprimento característico (meia espessura da amostra), mm;

t = tempo, segundos.

O estudo da prática que conduz o processo de secagem é realizado através da análise dos dados experimentais e/ou utilizando modelos matemáticos. O modelo exponencial proposto por Lewis pode ser observado a seguir, com o diferencial de considerar o  $K_s$  como uma constante de sublimação:

$$\frac{\partial X}{\partial t} = -K_s(X_s - X_{es}) \quad (3.20)$$

em que:

$K_s$  = constante de sublimação, mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>.

Não considerando os efeitos no interior do material, a equação de Lewis presume que toda a resistência ao transporte de água se encontra na camada limite (KUROZAWA, 2009). A fórmula em sua plenitude é expressa da seguinte forma:

$$RX = \exp(-K_s \cdot t) \quad (3.21)$$

Dentre os modelos de secagem semiteóricos, semiempíricos e empíricos de produtos destacam-se os modelos exponenciais. Para estudo da cinética de liofilização do presente estudo serão utilizados os modelos matemáticos cujas equações correspondentes estão descritas na Tabela 5.

**Tabela 5:** Modelos matemáticos empregados na cinética de liofilização da polpa de umbu com leite caprino

<b>Modelo Teórico</b>	<b>Equação</b>
Fick (1º termo da série)	$RX = \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left[-(2n+1)^2 \cdot \frac{\pi^2 D_s}{4L^2} \cdot t\right] \quad (3.22)$
<b>Modelo semiteórico</b>	<b>Equação</b>
Cavalcanti-Mata modificada	$RX = a_1 \cdot \exp\left(-\frac{\pi^2 D_s}{4L^2} \cdot t^{N_1}\right) + a_2 \cdot \exp\left(-\frac{9 \cdot \pi^2 \cdot D_s}{4L^2} \cdot t^{N_2}\right) \quad (3.23)$
<b>Modelo semiempírico</b>	<b>Equação</b>
Lewis modificada	$RX = \exp(-k_s \cdot t^n) \quad (3.24)$
Page modificada	$RX = \exp\left(-\frac{\pi^2 D_s}{4L^2} \cdot t^n\right) \quad (3.25)$
<b>Modelo empírico</b>	<b>Equação</b>
Midilli et al. Modificada	$RX = a \cdot \exp(-k_s \cdot t^n) + b \cdot t \quad (3.26)$

t = tempo em minutos; a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>, a<sub>3</sub>, a, b e n = são constantes do modelo.

O coeficiente de sublimação ( $K_s$ ) foi obtido por meio da Equação 3.20, considerando que a remoção de água por sublimação durante o período de liofilização dá-se de forma semelhante à remoção de água por difusividade líquida efetiva.

Os parâmetros dos modelos foram obtidos por análise de regressão linear empregando-se o método numérico Quasi-Newton para todos os modelos, por meio do Software Statistica 7.0.

Para selecionar o modelo que melhor representou o processo de secagem, foram utilizados o coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o coeficiente de determinação ajustado ( $R_a^2$ ), calculado de acordo com a Equação 3.27, o desvio quadrático médio (DQM), calculado pela Equação 3.28 e o erro médio relativo (P) calculado conforme Equação 3.29 e o desvio-padrão estimado (SE) conforme Equação 3.30.

$$R_a^2 = 1 - \left(\frac{n-1}{n-(p+1)}\right) \cdot (1 - R^2) \quad (3.27)$$



$$DQM = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RX_{exp_i} - RX_{pre_i})^2}{n}} \quad (3.28)$$

$$P = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \left( \frac{|RX_{exp_i} - RX_{pre_i}|}{RX_{exp_i}} \right) \quad (3.29)$$

$$SE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RX_{exp_i} - RX_{pre_i})^2}{GLR}} \quad (3.30)$$

em que:

$R^2_a$  = coeficiente de determinação ajustado;

$R^2$  = coeficiente de determinação;

$n$  = número de dados experimentais;

$p$  = número de parâmetros determinados pelo modelo;

DQM = desvio quadratico médio;

$RX_{exp}$  = Razão do teor de água obtida experimentalmente;

$RX_{pre}$  = Razão do teor de água predita pelo modelo matemático;

$P$  = erro médio relativo;

SE = erro padrão;

GLR = grau de liberdade do resíduo.

De acordo com os coeficientes de difusão de sublimação, determina-se a energia de ativação ( $E_a$ ) do processo, por meio da equação de Arrhenius, Equação 3.31 (HORN et al., 2010).

$$\alpha = D_0 \exp\left(\frac{E_a}{8,314 T}\right) \quad (3.31)$$

em que,

$T$  - temperatura em Kelvin,

$D_0$  - constante,

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

$E_a$  - energia de ativação ( $\text{J mol}^{-1}$ ).

Após a obtenção da energia de ativação e do parâmetro  $D_0$  determinam-se os cálculos das propriedades termodinâmicas do processo, tais como: entalpia, entropia e energia livre de Gibbs. Segundo Jideani e Mpotokwana (2009), esses três parâmetros podem ser determinados a partir, respectivamente, das Equações: (3.32), (3.33) e (3.34).

$$\Delta H = E_a - RT \quad (3.32)$$

$$\Delta S = R \left[ \ln(D_0) - \ln\left(\frac{k_b}{k_p}\right) - \ln(T) \right] \quad (3.33)$$

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (3.34)$$

em que,

$\Delta H$  - entalpia, J mol<sup>-1</sup>;

$\Delta S$  - entropia, J mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>;

$\Delta G$  - energia livre de Gibbs, J mol<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>

$k_b$  - constante de Boltzmann, 1,38.10<sup>-23</sup> J K<sup>-1</sup>

$k_p$  - constante de Planck, 6,626.10<sup>-34</sup> J s<sup>-1</sup>.

No final do processo de secagem os produtos em pó foram acondicionados em embalagens de polietileno, seladas a vácuo e em seguida revestido por embalagens metalizadas com fechamento zíper pack e em seguida foram identificadas e armazenadas sob temperatura ambiente e condições higiênico-sanitárias adequadas.

### 3.13. Caracterização física dos pós de umbuzada

#### 3.13.1. Densidade aparente

Seguindo a metodologia de POLITI (2009), utilizou-se uma proveta onde a amostra foi pesada na mesma, foi anotado a massa da proveta vazia e a massa da mesma com a amostra, em seguida foi observado o volume ocupado pela massa pesada na proveta e anotou-se esse valor para cálculo da densidade aparente através da equação:

$$\rho_a = \frac{M_{p,vazia} - M_{p,cheia}}{V_{ocupado}} \quad (3.35)$$

Onde:

$\rho_a$  = densidade aparente

$M_{p,vazia}$  = massa da proveta vazia

$M_{p,cheia}$  = massa da proveta com amostra

$V_{ocupado}$  = volume ocupado pela amostra na proveta

#### 3.13.2. Densidade compactada

A metodologia adotada foi a de TONON (2009), onde foi colocado aproximadamente 2 g de pó numa proveta graduada de 5 mL, submetendo a mesma a batimentos (50 vezes) com uma altura de referência sobre a bancada, o volume ocupado pela amostra na proveta foi anotado para cálculo através da equação:

$$\rho_c = \frac{m}{V} \quad (3.36)$$

Onde:

$\rho_c$  = densidade compactada

m = massa da amostra

V = volume ocupado pela amostra na proveta

#### 3.13.3. Ângulo de repouso

Para realização da análise colocou-se um funil em um suporte e logo abaixo um papel milimetrado para quantificação do diâmetro ( $d=2*\text{raio}$ ) que a amostra ocuparia ao

cair sobre o mesmo. Ao colocar a amostra no funil, foi possível observar a forma de um cone sobre o papel, onde além de observar o diâmetro também se observou a altura (h) do cone formado, em seguida foi possível calcular o ângulo de repouso através das equações:

$$tg\theta = \frac{h}{r} \quad (3.37) \quad \theta_r = \arctg (tg\theta)$$

Onde:

h= altura do cone

r= raio do cone

$\theta_r$ = ângulo de repouso

A interpretação dos resultados obtidos foi analisada segundo PRISTA et al. (1995):

- Ângulo de repouso superior a 40° → Fluxo Ruim;
- Ângulo de repouso inferior a 40° → Fluxo Livre.

#### 3.13.4. Molhabilidade

Foi utilizado o método de molhabilidade estático proposto por Freudig et al. (1999) com algumas modificações; este método consistiu em depositar suavemente 1 g de amostra sobre 100 mL de água destilada a 25 °C e determinar visualmente o tempo necessário para que todas as partículas se molhem; enfim, a molhabilidade foi calculada de acordo com a Equação:

$$M = \frac{N}{t} \quad (3.38)$$

Onde:

M- molhabilidade

N- massa da amostra (g)

t- tempo (seg)

### 3.13.5. Solubilidade

A solubilidade foi determinada pelo método de Eastman & Moore (1984) e modificado por Cano-Chauca et al. (2005); 1 g de pó foi adicionado em 100 mL de água sob alta velocidade de agitação em um agitador magnético, por 5 min.; o pó disperso em água foi centrifugado a 2600 rpm durante 5 min.; uma alíquota de 25 mL do sobrenadante foi transferida para uma placa de Petri, previamente pesada e submetida à secagem em estufa a 105 °C, por 24 h; a solubilidade foi calculada segundo a Equação:

$$S = \left[ \left( \frac{M_s}{M_a} \right) \times 4 \right] \times 100 \quad (3.39)$$

Onde:

S- solubilidade (%)

M<sub>S</sub>- massa dos sólidos dissolvidos no sobrenadante, g

M<sub>a</sub>- massa da amostra, g.

### 3.13.6. Higroscopicidade

Foi determinada de acordo com o método proposto por Cai e Corke (2000), com algumas modificações; as amostras em pó (cerca de 1 g) foram colocadas em um recipiente hermético contendo uma solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75,29%) a 25 °C por sete dias, com posterior pesagem dos pós; a higroscopicidade foi expressa como percentagem (%).

### 3.14. Análise estatística dos dados

Os resultados obtidos, referentes à composição das amostras antes e após o processo de liofilização foram submetidos à análise estatística de comparação das médias pelo teste de Tukey a nível de 5% de probabilidade utilizando o programa Assistat 7.7 (SILVA e AZEVEDO, 2016).

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Caracterização física, química e físico química da matéria prima

Na tabela 6 estão apresentados os valores dos parâmetros físicos, químicos e físico químicos da polpa de umbu pré-cozida.

**Tabela 6:** Valores médio e desvios padrão dos parâmetros físicos, químicos e físico químicos da polpa de umbu

Variáveis	Média $\pm$ desvio padrão
Teor de água (% b.u.)	91,53 $\pm$ 0,23
Sólidos totais (%)	8,47 $\pm$ 0,23
Cinzas (%)	0,31 $\pm$ 0,02
Lipídeos (%)	0,16 $\pm$ 0,02
Proteína (%)	1,09 $\pm$ 0,19
Carboidratos totais	6,90 $\pm$ 0,22
Valor calórico	33,50 $\pm$ 1,05
Açúcares redutores em Glicose g/100g	3,22 $\pm$ 0,46
Açúcares não redutores totais em Sacarose g/100g	1,22 $\pm$ 0,78
Açúcares totais g/100g	4,50 $\pm$ 0,44
pH	2,64 $\pm$ 0,03
ATT (%)	2,08 $\pm$ 0,09
Ácido ascórbico mg/100g	8,69 $\pm$ 0,15
Sólidos Solúveis (Brix)	7,23 $\pm$ 0,25
aW	0,99 $\pm$ 0,0006
Luminosidade (L*)	45,40 $\pm$ 0,50
Intensidade de verde (-a*)	-0,50 $\pm$ 0,31
Intensidade de amarelo (-b)	19,67 $\pm$ 0,23

Observa-se que a polpa de umbu possui um elevado teor de água representando 91, 53 % e sólidos totais com 8,47%. Esses valores se aproximaram com dados de Marinho et al. (2012), que encontrou 91,08% e 9,01% para teor de água e sólidos totais, respectivamente. Já para cinzas observou-se valor um pouco mais baixo ao encontrado por Silva et al (2017), onde resultou em seu estudo o valor de 0,34% nesta variável, valor próximo ao encontrado neste trabalho que foi de 0,31%. Segundo Chitarra & Chitarra

(2005) o teor de cinzas, apesar de obter um percentual mais baixo, desempenha um papel de grande importância no valor nutricional dos alimentos.

A polpa deste fruto apresentou valores relativamente baixos para proteína 1,09%, lipídios 0,16% e para carboidratos 6,90%, de acordo com a Tabela Brasileira de Composição de Alimentos (TACO, 2011), para polpa de umbu congelada, foram encontrados valores de 0,5% de proteína, 0,1% de lipídeos e 8,8% de carboidratos, sendo relativamente variável aos encontrados nesse trabalho. Esses valores justificam o valor calórico de 33,50% onde foram bem próximos aos encontrados por Silva (2018), estudando a polpa deste fruto encontrou o valor de 33,99, resultando em valores importantes no fornecimento de energia ao organismo desempenhando funções essenciais.

As médias obtidas para açúcares redutores, não redutores e totais foram 3,22%, 1,22% e 4,50%. Valores inferiores aos encontrados por Silva et al. (2017), obtendo os valores de 4,92%, 5,30% e 10,50% para açúcares redutores, não redutores e totais, respectivamente. Os teores de açúcares desse fruto tem reflexo direto com o grau de maturidade que foram coletados, visto que, os teores de açúcares menores possuem um menor grau de maturidade, um fruto de vez, menos adocicado. Isso acontece devido os carboidratos presentes no fruto ainda não terem degradado os polissacarídeos, onde são convertidos em monossacarídeos e dissacarídeos. (Chitarra & Chitarra, 2005).

A polpa apresentou valores de 2,64 para pH e 2,08 para acidez total titulável (ATT), Santos de Menezes et al. (2017) estudando diversas variedades de umbu analisou as polpas e obteve para uma delas os valores de 2,82 para pH e 2,05 para ATT, valores esses comparativos a mesma maturação do fruto utilizado nesse trabalho. A polpa do fruto de vez possui o maior rendimento, sendo muito importante para produção de novos produtos.

O ácido ascórbico encontrado foi de 9,69, visto que, os frutos utilizados foram os semi-maduros, justificando assim sua alta acidez. O teor de SST foi de 7,23 °Brix, os valores encontrados estão abaixo do Padrão de Identidade e Qualidade (PIQ) que exige valor mínimo de 9,00 °Brix, para polpa de umbu. (BRASIL 2000). Sendo ainda considerado um fruto com grande atividade de água (aW) representando 0,99 na polpa estudada.

Observa-se ainda na tabela 6, os parâmetros da cor, representados pela luminosidade ( $L^* = 45,40$ ) e pelas coordenadas de cromaticidade, intensidade de verde ( $a^* = -0,50$ ) e intensidade de amarelo ( $+b^* = 19,67$ ), sendo considerada uma polpa escura

com predominância verde amarelado. Valores próximos foram encontrados por Santos et al. (2021) em um dos genótipos estudados, onde observou os valores de 46,48 (L\*), 0,05 (a\*) e 18,36 (+b\*).

Na tabela 7 estão apresentados os valores médio e desvios padrão da capacidade antioxidante da polpa de umbu.

**Tabela 7:** Valores médio e desvios padrão da capacidade antioxidante da polpa de umbu

Variáveis	Média $\pm$ desvio padrão
Compostos fenólicos (mgAG*/100g)	32,9 $\pm$ 0,09
Atividade Antioxidante ( $\mu$ M de Trolox/g)	5,63 $\pm$ 0,30

No que se refere ao teor de fenólicos totais (FT), observou-se que a polpa de umbu apresentou 32,90 mg ácido gálico/ 100g de polpa. Segundo Melo e Andrade (2010), os valores de FT de umbu podem variar de 31,47 a 39,6 mg/100 g, pois a variação ocorre de acordo com o grau de maturação deste fruto. Lima et al. (2018), analisando diversas marcas de polpa de umbu, obteve valores entre 31,29 e 39,98 de FT em três marcas estudadas. Os polifenóis têm sido amplamente estudados devido ao seu potencial como antioxidantes, compostos por um ou mais anéis aromáticos, responsáveis por proteger as células sadias do organismo contra a ação oxidante dos radicais livres (Valenzuela et al., 2016).

Em relação a atividade antioxidante (AA), foi obtido o valor de 5,63  $\mu$ M de Trolox/g, valores inferiores aos relatados por Rufino et al. (2010) que encontraram o valor de 6,3  $\mu$ M de Trolox/g para o umbu. As cultivares e os locais em que os frutos são produzidos influenciam na diferença dos compostos fenólicos e atividade antioxidante. Esse tipo de variação reflete as diferenças nas práticas climáticas e culturais entre locais, incluindo variação na radiação ultravioleta, alta temperatura, estresse hídrico e nutrientes minerais (BAHUKHANDI et al., 2018).

A caracterização química e físico química do leite caprino encontra-se na tabela 8. Os resultados das análises químicas e físico-químicas indicaram que o leite caprino utilizado para produção da umbuzada estava dentro dos padrões estabelecidos pelo Regulamento técnico de produção, identidade e qualidade do leite de cabra (BRASIL, 2000), sendo observado apenas algumas variações.

Na tabela 8 estão representados os valores médio e desvios padrão dos parâmetros químicos e físico-químicos do leite caprino in natura.



**Tabela 8:** Valores médio e desvios padrão dos parâmetros químicos e físico químicos do leite caprino

Variáveis	Média $\pm$ desvio padrão
Teor de água (%b.u.)	87,71 $\pm$ 0,09
Sólidos totais (%)	12,29 $\pm$ 0,07
Cinzas (%)	0,81 $\pm$ 0,006
Lipídeos (%)	3,29 $\pm$ 0,03
Proteína (%)	3,66 $\pm$ 0,37
Carboidratos totais	4,55 $\pm$ 0,31
Valor calórico	62,40 $\pm$ 0,24
Lactose	4,20 $\pm$ 0,03
pH	7,03 $\pm$ 0,03
ATT	0,12 $\pm$ 0,01
Condutividade	5,1 $\pm$ 0,01
Ponto de congelamento	-0,53 $\pm$ 0,00
Luminosidade (L*)	70,43 $\pm$ 1,20
Intensidade de verde (-a*)	-2,90 $\pm$ 0,95
Intensidade de amarelo (b*)	10,71 $\pm$ 0,77

A composição do leite de cabra varia de acordo com diversos fatores tais como a raça, as condições ambientais, o estágio da lactação, a alimentação, os cuidados com o animal, o estado de saúde, a idade, a quantidade de leite produzido e a fisiologia de cada animal (AMARAL et al., 2011).

O leite caprino apresentou um teor de água e sólidos totais de 87,71 e 12,29%, respectivamente. Silva et al. (2012) encontrou 86,78% de umidade no leite caprino pasteurizado e conseqüentemente 13,22% para os sólidos totais, valores bem próximos aos exigidos pela legislação.

Observa-se para cinzas (0,81), lipídeos (3,29) e ATT (0,12), esses valores corroboram com dados encontrados por Moura Oliveira et al. (2016), estudando leite de cabra para a produção de queijo, obteve os valores para a composição do leite de 0,14 para acidez, 3,40 para lipídeos 0,80 para cinzas. Os dados para lipídeos tem sido um dos destaques para o leite caprino, sendo de melhor digestibilidade relacionado ao leite caprino, maior capacidade tamponante e rico em ácidos graxos de cadeia curta, que

propicia melhor aproveitamento do produto pelo organismo. (SILVA; FAVARINS, 2020).

Para a proteína do leite caprino foi obtido o valor de 3,66% para esse parâmetro, sendo este valor bem semelhante ao encontrado no leite bovino, porém, o leite caprino apresenta uma quantidade maior de aminoácidos essenciais livres presentes nessa composição. Lima et al. (2020), estudando dietas a base de glicerina observou valores semelhantes a esse trabalho em seu tratamento controle, onde obteve 3,07% para proteína do leite caprino.

Os valores de carboidratos totais e valor calórico são reflexos dos valores obtidos anteriormente, apresentando uma quantidade baixa de carboidratos de 4,55 e consequentemente um valor bem mais considerável à energia desse alimento, obtendo o valor de 62,40.

Nas análises de lactose e pH, os valores obtidos foram de 4,20% e 7,03, respectivamente. Valores semelhantes foram encontrados por Lima et al. (2020), com valores de 4,59% e 6,58 para as variáveis analisadas. O mesmo ainda observou valores como condutividade e ponto de congelamento, sendo esses de 5,34 e -0,52, respectivamente, dados estes bastante próximos ao trabalho em questão, que teve valores de 5,1 para condutividade e -0,53 para o ponto de congelamento do leite caprino.

O número de estudos apresentando o valor nutricional dos produtos lácteos, ou seja, provenientes do leite, tem contribuído com a inclusão destes na alimentação diária das pessoas. Isso se relaciona com as vantagens desse consumo, que são diversas, indo desde as apresentadas anteriormente até a existência de propriedades anticarcinogênicas (FARIAS et al., 2016).

Observa-se ainda na tabela 8, os parâmetros da cor, representados pela luminosidade ( $L^* = 70,43$ ) e pelas coordenadas de cromaticidade, intensidade de verde ( $a^* = -2,90$ ) e intensidade de amarelo ( $+b^* = 10,71$ ), sendo considerada uma polpa escura com predominância verde amarelado. Valores próximos foram encontrados por Santos et al. (2021) em um dos genótipos estudados, onde observou os valores de 46,48 ( $L^*$ ), 0,05 ( $a^*$ ) e 18,36 ( $+b^*$ ).

Valores médio e desvios padrão dos parâmetros físicos, químicos e físico-químicos das formulações para a umbuzada estão apresentados na tabela 9. Estão propostas abaixo as três formulações de umbuzada onde, a formulação I possui 40% de polpa de umbu e 60% de leite caprino, formulação II com 50% de polpa de umbu e 50% de leite caprino e formulação III com 60% de polpa de umbu e 40% de leite caprino.

**Tabela 9:** Valores médio e desvios padrão dos parâmetros físicos, químicos e físico químicos das formulações da umbuzada

Variáveis	FI	FII	FIII	Valor de P
Teor de água (%b.u.)	85,31±0,17b	86,05±0,05b	87,77±0,10a	0,0005
Sólidos totais	14,69±0,17a	13,94±0,05a	12,22±0,10b	0,0008
Cinzas (%)	0,74±0,02a	0,64±0,02b	0,52±0,03c	0,0009
Lipídeos (%)	4,44±0,01a	3,33±0,02b	2,88±0,03c	0,0012
Proteína (%)	4,61±0,43a	3,33±0,02b	2,90±0,02b	0,0016
Carboidratos totais	5,61±0,56b	6,63±0,10a	5,89±0,13a	0,0013
Valor calórico	77,95±0,82a	69,85±0,15b	61,09±0,22c	0,0005
Açúcares redutores em Glicose g/100g	3,71±0,02a	2,71±0,11b	2,33±0,03c	0,0023
Açúcares não redutores totais em Sacarose g/100g	4,35±0,89a	3,57±0,12b	2,64±0,12b	0,0023
Açúcares totais g/100g	8,05±0,90a	6,28±0,08b	4,97±0,14c	0,0004
pH	3,96±0,41a	2,75±0,003b	2,21±0,06c	0,0003
ATT (%)	1,46±0,04b	1,52±0,006a	1,55±0,02a	0,0190
Ácido ascórbico mg/100g	3,77±0,15b	4,10±0,40b	5,87±0,20a	0,0002
Brix	13,00±0,00a	9,25±0,00b	7,52±0,02c	<.0001
Luminosidade (L*)	21,27±2,70a	20,40±3,63b	19,43±0,41c	0,7066
Intensidade de vermelho (+a*)	6,63±0,38b	7,00±0,35b	7,71±0,23a	0,0176
Intensidade de amarelo (-b)	21,00±0,52b	21,17±0,23ab	21,79±0,10a	0,0586

Letras diferentes na linha diferem entre si pelo teste t.

Os valores de teor de água diferiram estatisticamente ( $P < 0,05$ ) entre todas as formulações, observando-se aumento nos seus teores, à medida que se aumentaram os níveis de polpa de umbu nas formulações. Lima et al. (2019) analisando iogurte com leite de cabra adicionado de calda de caju obteve em uma de suas formulações o valor de 88,25% para o valor de umidade, e nesse trabalho o valor foi decrescente obtendo o valor mínimo de 85,31% e máximo de 87,77% aumentando com a inclusão da polpa. Conseqüentemente para as variáveis de sólidos totais e cinzas foi obtido o mesmo efeito anteriormente comentado, visto que a redução de inclusão de leite caprino teve uma

redução variando de 14,69 a 12,22% e 0,74 a 0,52 para sólidos totais e cinzas, respectivamente.

O teor de cinzas e lipídeos obtiveram uma redução bastante significativa diante das formulações estudadas, pode-se observar que as formulações com menor teor de leite caprino, possuem uma menor porcentagem nessas variáveis, isso explica o fato desse leite ser rico em nutrientes. Os valores obtidos variam entre 0,74 a 0,52% para cinzas e 4,44 a 2,88 % para os lipídeos.

Souza et al (2019), verificou valores de cinzas (0,65%) em iogurte de leite de cabra adicionado de polpa de manga. Barreto et al. (2020), ao adicionar 30% de polpa de acerola no leite caprino, obteve 0,74% de cinzas, sendo este um fruto com um teor de umidade mais elevado comparado ao umbu. E observou ainda em seu trabalho que os lipídeos reduziam de acordo com o aumento da inclusão da polpa de acerola, apresentando assim, o mesmo comportamento desse estudo.

No parâmetro de proteína, as formulações II e III se comportaram de forma semelhante em relação ao aumento da polpa de umbu, com 3,33 e 2,90%. Na formulação I, que possui 60% de leite caprino e 40% de polpa de umbu, o teor de proteína foi bem maior, obtendo o valor de 4,61%, pode-se justificar devido ao teor alto de proteínas no leite caprino. Barreto et al. (2020), observou nas suas formulações de leite caprino com polpa de umbu valor máximo de 2,47 na inclusão de 10% de polpa e, com o aumento da porcentagem de polpa essa variável reduziu.

Como o fruto de umbu é rico em carboidratos, diferentemente do leite caprino, esse parâmetro obteve valores variáveis diante das formulações. Consequentemente, com esse comportamento, o valor calórico reduziu de forma significativa, sendo de suma importância produtos que tenham um baixo teor calórico diante das necessidades da população de manter uma qualidade de vida saudável.

Nas variáveis de açúcares, todos os parâmetros tiveram comportamento decrescente com o aumento da inclusão de polpa de umbu, a diferença entre os teores de açúcares está diretamente relacionada com o estágio de maturação dos frutos e das variedades estudadas, quanto mais maduro maior o teor de açúcar.

Ainda na tabela 9, o pH reduziu, visto que, o leite possui um teor mais alto que a polpa de umbu, resultados inversamente proporcionais foram encontrados na acidez total titulável (ATT), o que era de se esperar nas formulações. Os valores de pH variaram entre 3,96 e 2,21, sendo estatisticamente significativo em todas as formulações. Marinho et al. (2012) encontrou valores de 3,90 em iogurte de leite caprino com adição de 20% de polpa

de umbu, valores próximos aos encontrados nesse trabalho quando utilizado 40% de polpa, levando sempre em consideração o estágio de maturação da polpa.

Os valores de ácidos ascórbico obtidos nas formulações variaram de 3,77 a 5,87 mg/100g, verificando um aumento com inclusão da polpa, sendo a polpa utilizado de estágio de maturação de vez, que contém um maior teor de vitamina C, sendo a formulação III com o valor mais alto. Valores encontrados nesse trabalho é considerado baixo em relação à ingestão diária recomendada (IDR) de vitamina C, conforme Brasil (2005).

O valor de °Brix teve uma redução devido ao baixo teor de açúcar na polpa de umbu, variando entre 13,00 a 7,52, sendo diferentes estatisticamente em todas as formulações. Segundo Moraes (2006), ao se medir, a leitura em percentagem de Brix deve combinar com a concentração real de açúcar na solução. As escalas em percentagem de Brix apresentam as concentrações percentuais dos sólidos solúveis contidos em uma amostra (solução com água).

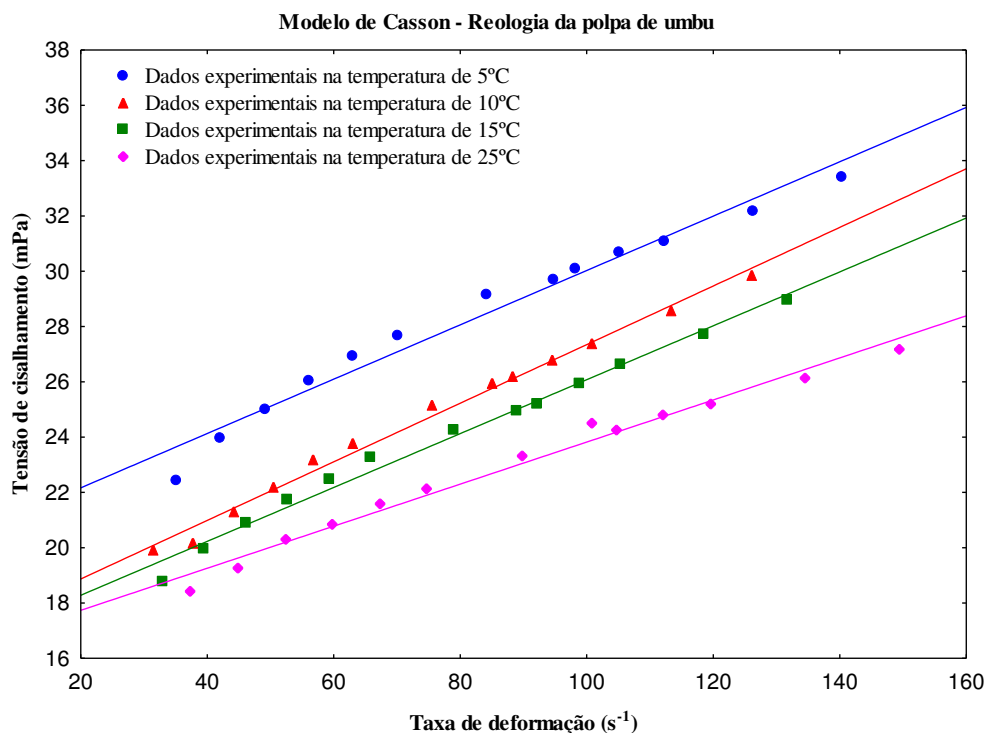
Observa-se ainda na tabela 9, os parâmetros da cor, representados pela luminosidade ( $L^*$ ) que variou entre 21,27 a 19,43 e pelas coordenadas de cromaticidade, intensidade de vermelho ( $a^*$ ) variando entre 6,63 a 7,71 e intensidade de amarelo ( $b^*$ ) variando entre 21,00 a 21,79, sendo considerada formulações com predominância clara amarelada, sendo ambas as formulações com cores bem semelhantes.

## 4.2. Estudo reológico

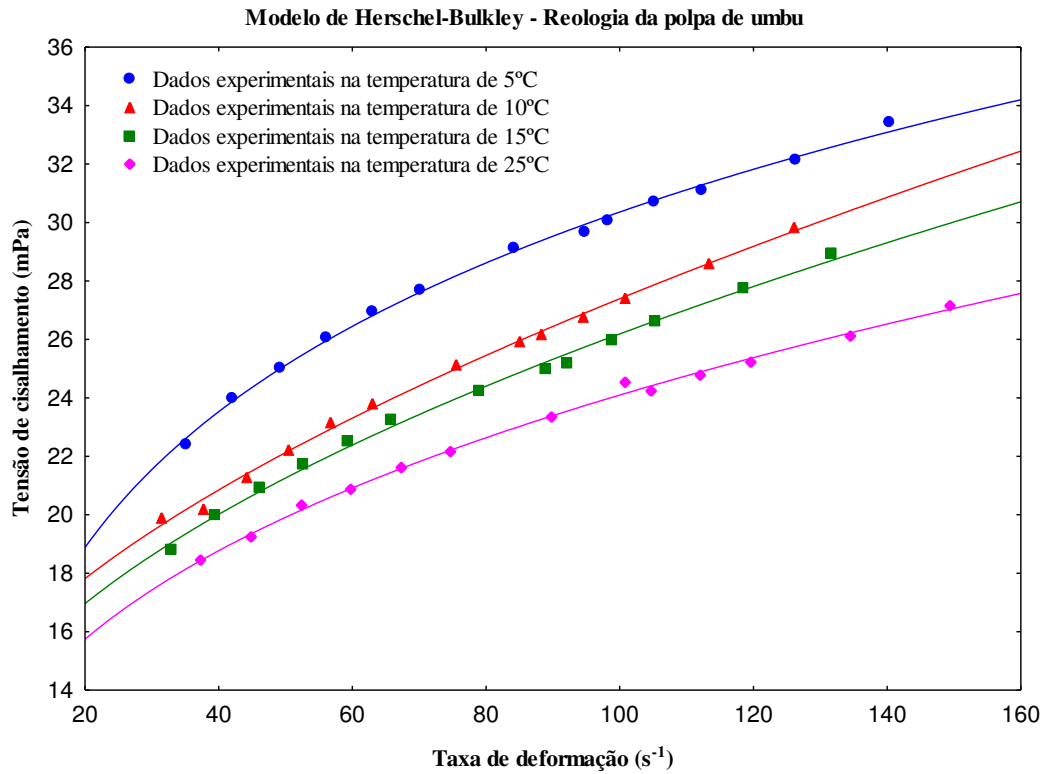
Nas figuras 10 a 13, estão plotados os valores experimentais e preditos ajustados pelos modelos de Casson, Herschel-Bulkley, Mizrahi & Berk e Ostwald-de-Waele da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para a polpa de umbu nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C.

Pode-se observar que para uma tensão de cisalhamento fixa a taxa de deformação diminui com a aumento da temperatura, sendo assim considerado um fluido com comportamento não-newtoniano. Em todos os modelos reológicos ajustados na polpa de umbu observa-se que a temperatura de 5 °C obteve uma maior tensão de cisalhamento em relação as demais temperaturas apresentadas, demonstrando aumento da viscosidade com a redução da temperatura.

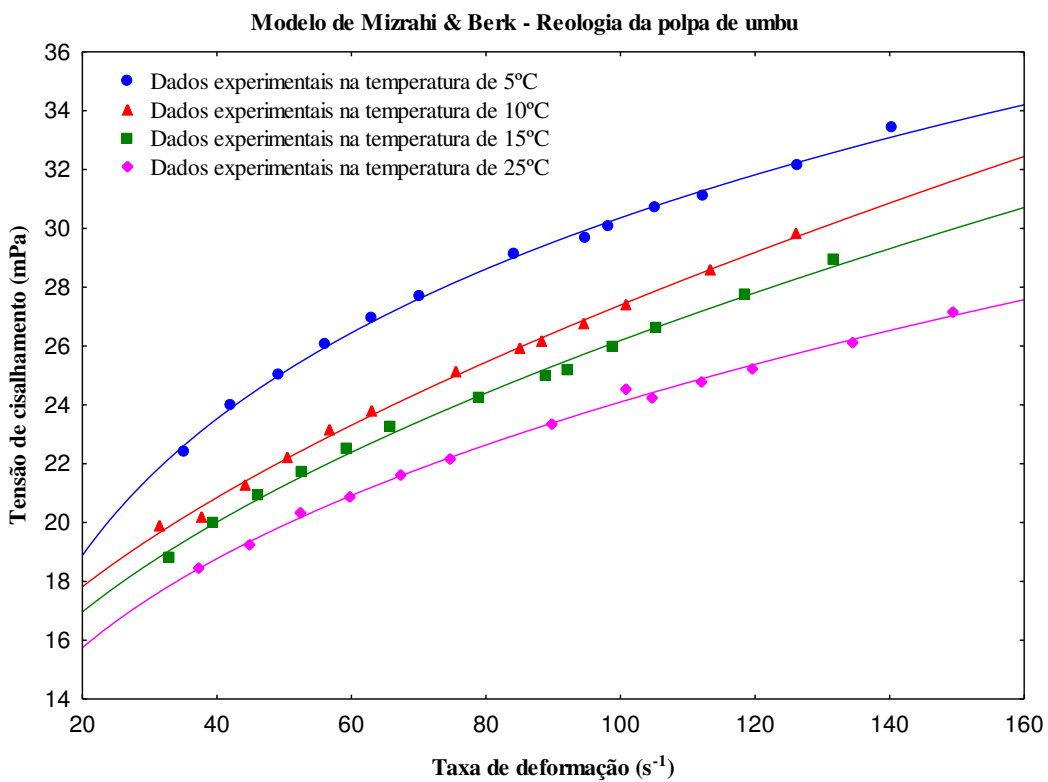
Oliveira et al. (2019), estudando sobre a viscosidade de manga espada em diferentes temperaturas observou que ocorreu uma tendência de diminuição dos valores médios de viscosidade aparente da polpa de manga espada devido ao aumento das temperaturas, pois aumentou a mobilidade das partículas diminuindo consequentemente a viscosidade.



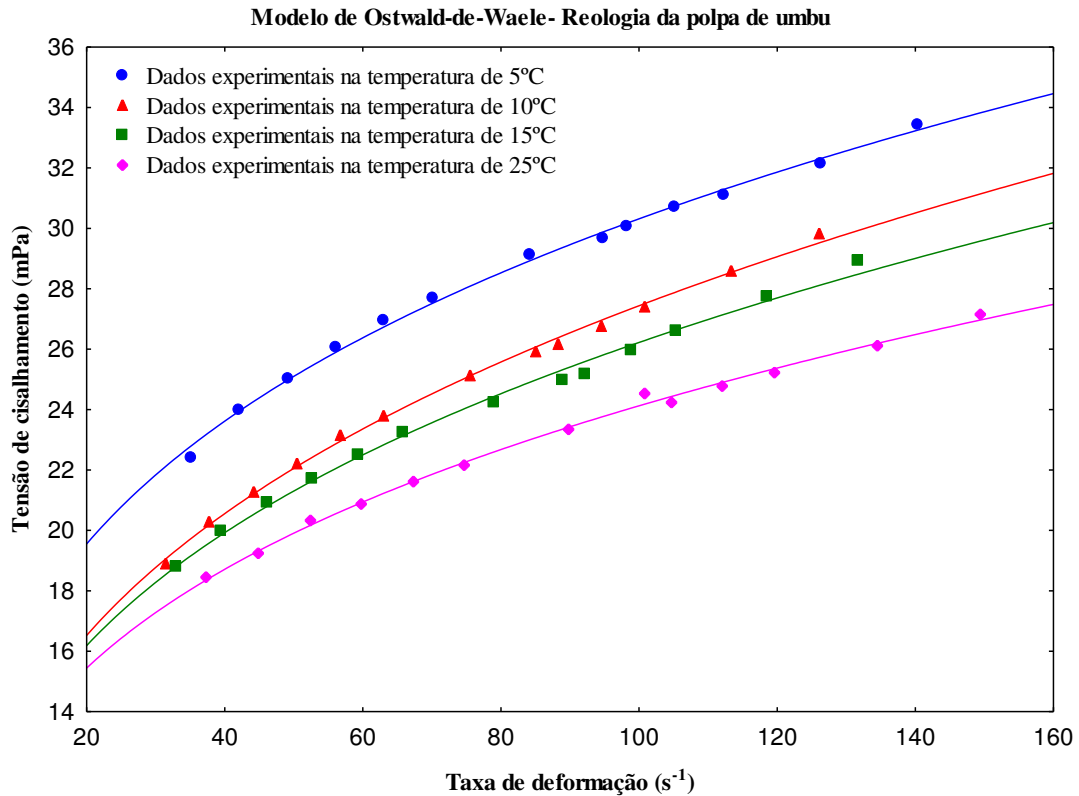
**Figura 10:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação da polpa de umbu.



**Figura 11:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da polpa de umbu.



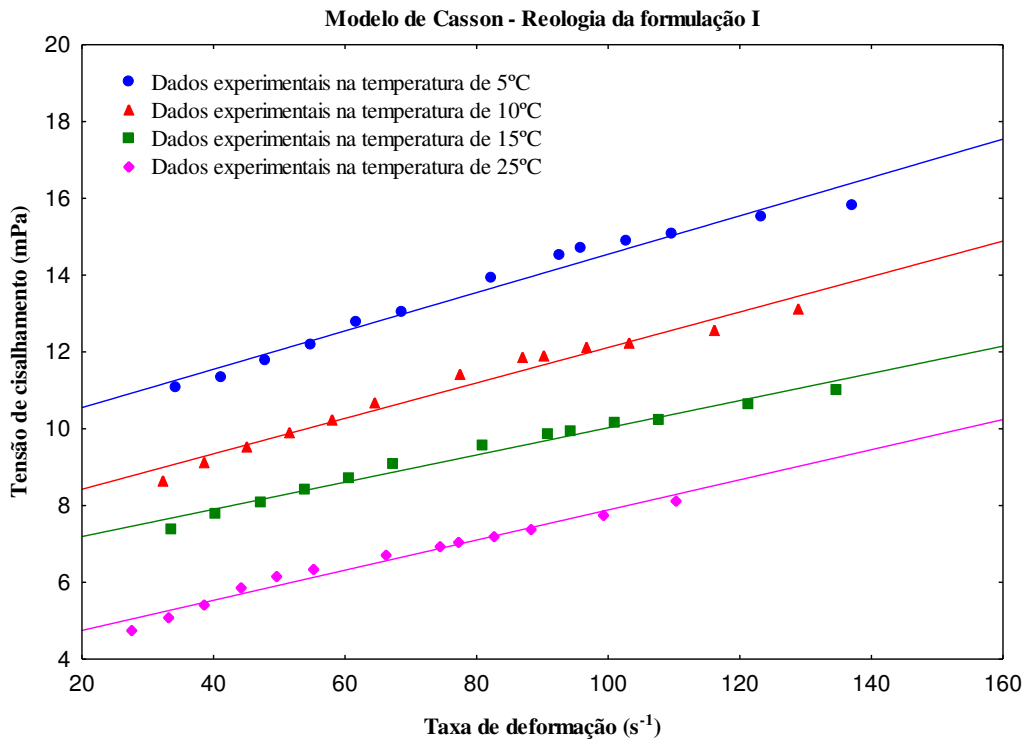
**Figura 12:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da polpa de umbu.



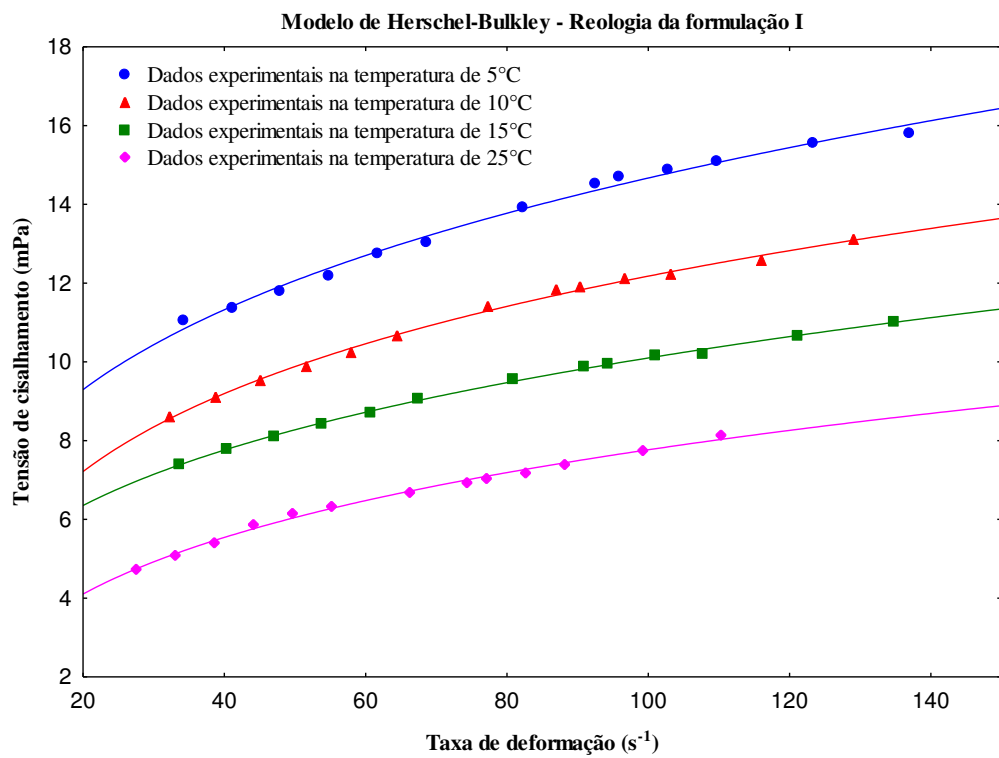
**Figura 13:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da polpa de umbu.

Nas figuras 14 a 17, estão plotados os valores experimentais e preditos ajustados pelos modelos de Casson, Herschel-Bulkley, Mizrahi & Berk e Ostwald-de-Waele da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para a formulação I nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C. Observa-se que as curvas de todos os modelos se apresentaram distintos em relação a temperatura, não linear sendo assim definida como um fluido não-newtoniano e pseudoplástico onde a viscosidade diminuiu com o aumento da temperatura.

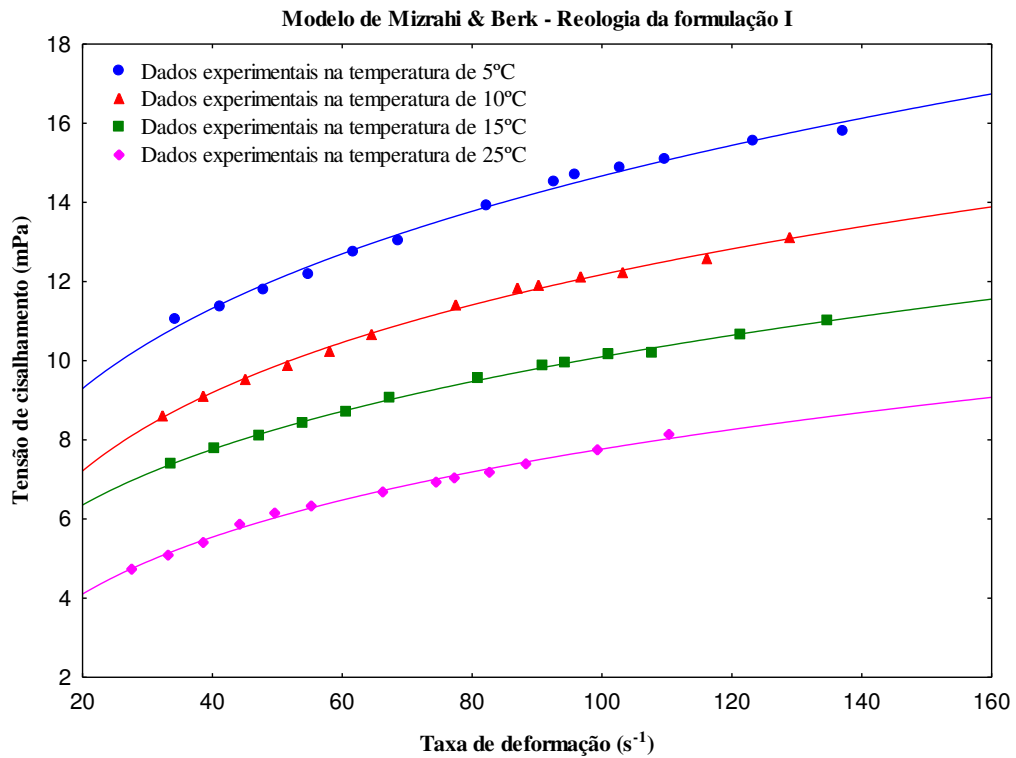




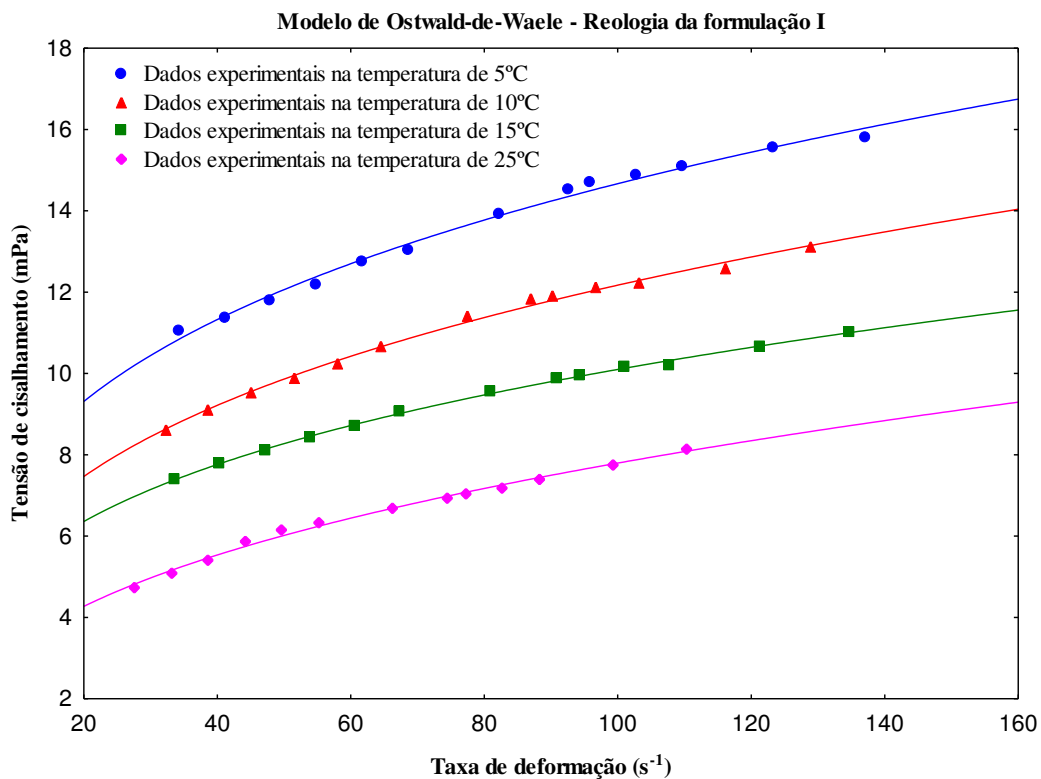
**Figura 14:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação I.



**Figura 15:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação I.

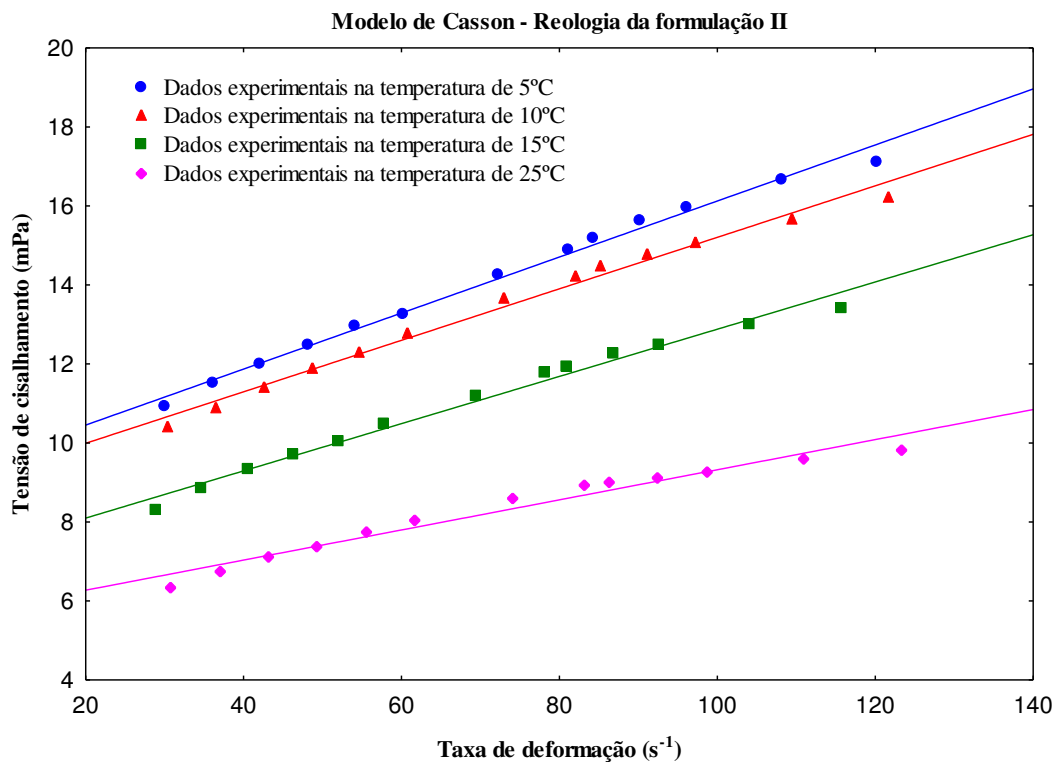


**Figura 16:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação I.

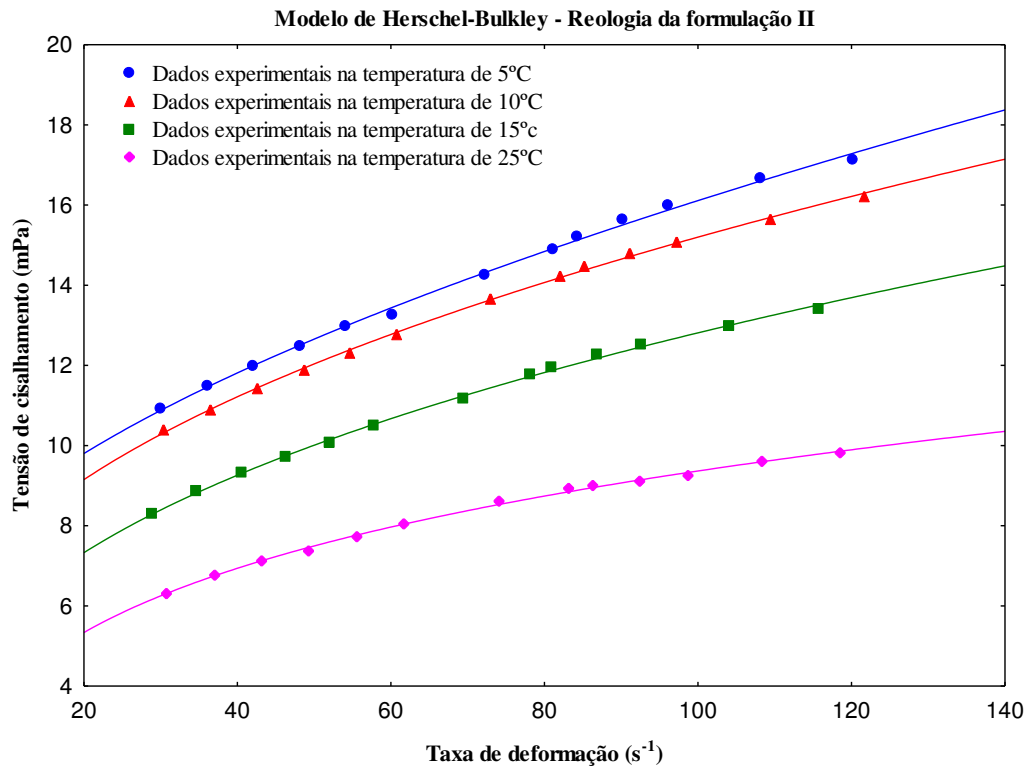


**Figura 17:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação I.

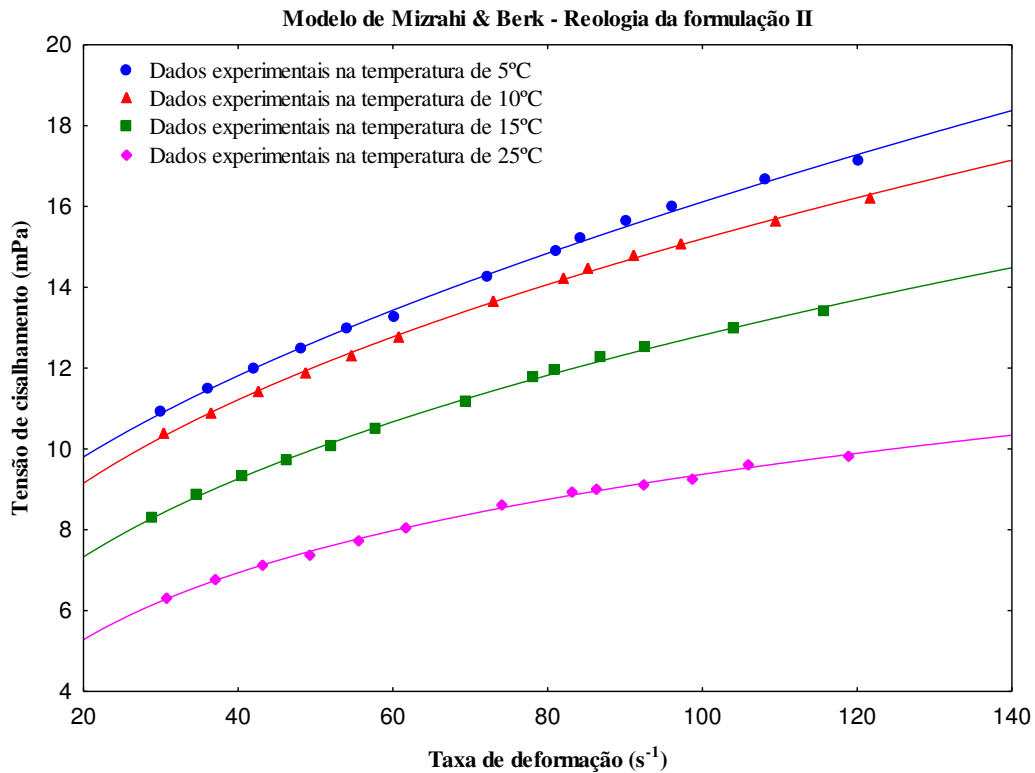
Nas figuras 18 a 21, estão plotados os valores experimentais e preditos ajustados pelos modelos de Casson, Herschel-Bulkley, Mizrahi & Berk e Ostwald-de-Waele da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para a formulação II nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C. Verifica-se comportamento semelhante ao da formulação I onde, as curvas não apresentaram uma relação linear entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação, como deve ocorrer em fluidos não-newtonianos. Onde pode-se observar que as temperaturas de 5 e 10 °C tiveram um escoamento do fluido bem próximos quando relacionado as demais temperaturas com característica pseudoplástica.



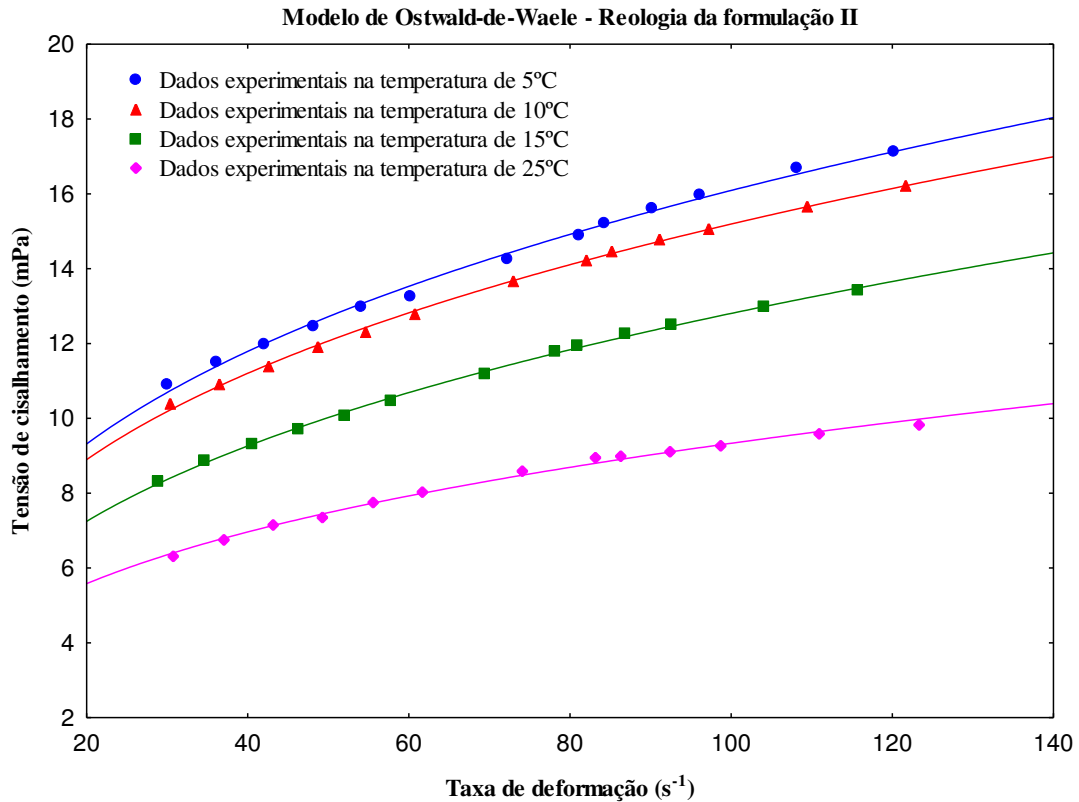
**Figura 18:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação II.



**Figura 19:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação II.

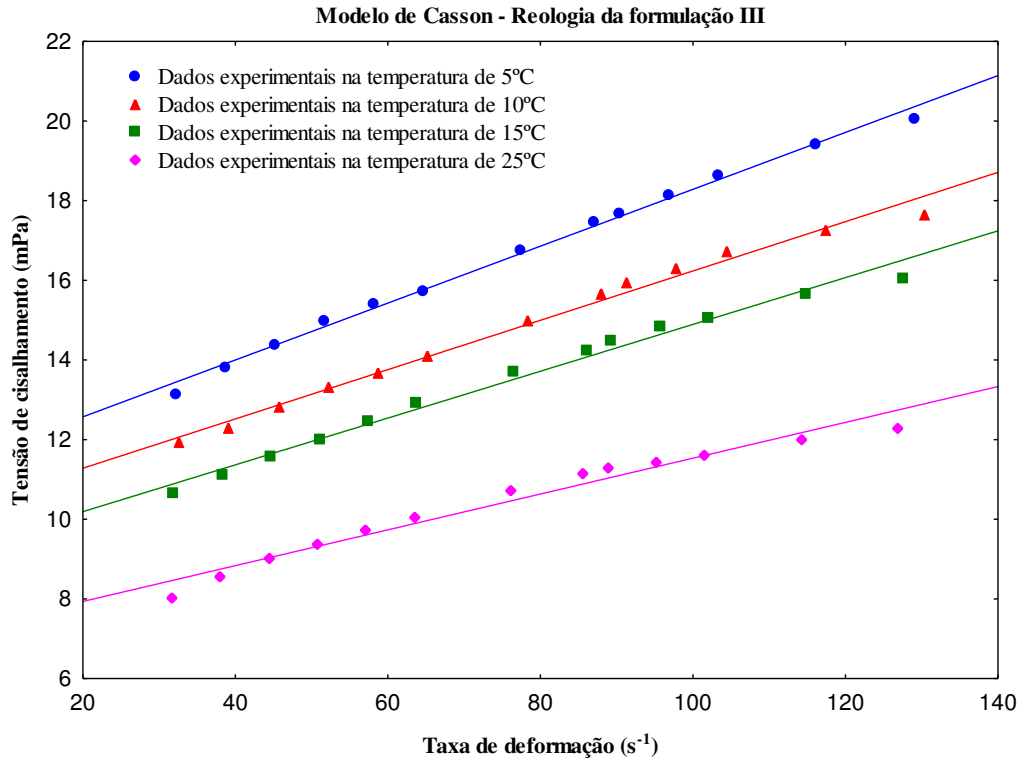


**Figura 20:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação II.

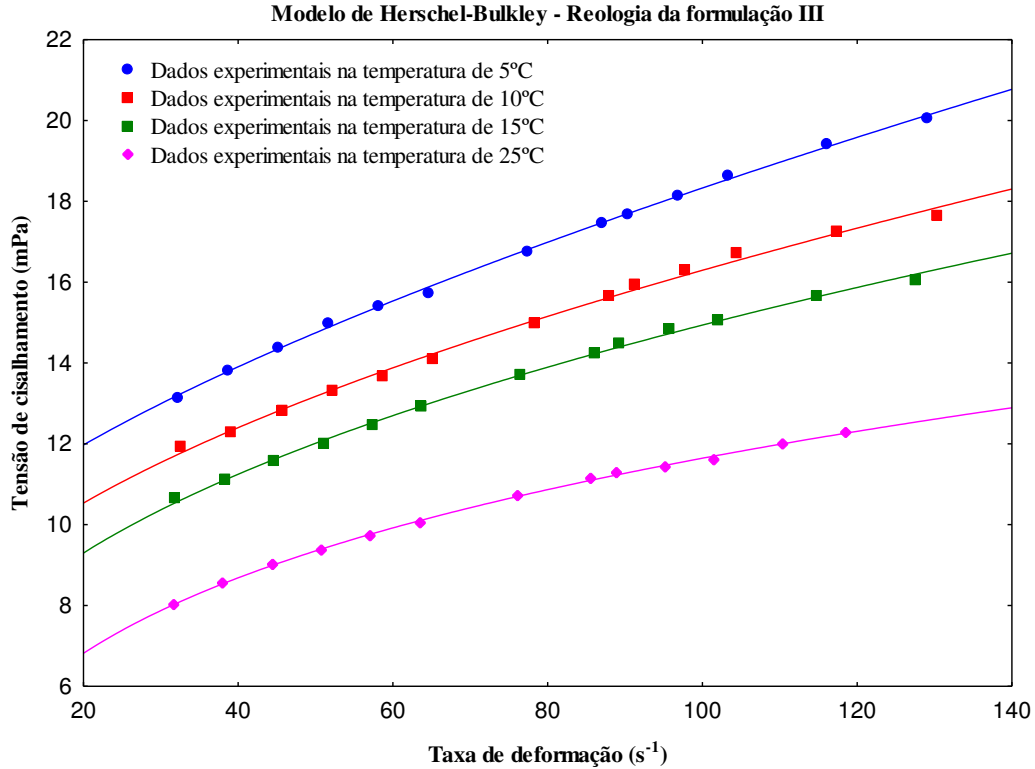


**Figura 21:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação II.

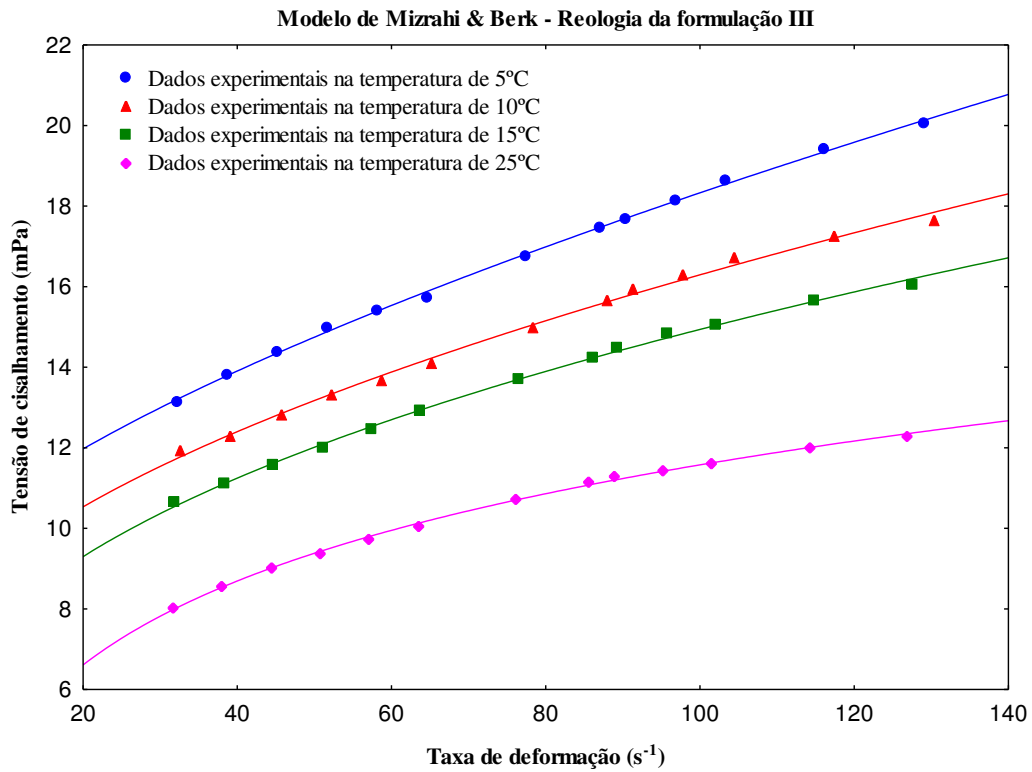
Nas figuras 22 a 25, estão plotados os valores experimentais e preditos ajustados pelos modelos de Casson, Herschel-Bulkley, Mizrahi & Berk e Ostwald-de-Waele da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para a formulação III nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C. Observa-se que a taxa de deformação diminui com o aumento da temperatura, levando em consideração que a formulação III tem uma maior inclusão de polpa de umbu, tornando-se assim um fluido mais viscoso. Pode-se constatar que para todas as formulações apresentadas diante dos modelos reológicos, todos os fluidos apresentaram comportamento não-newtoniano com característica pseudoplástica, sendo este comportamento típico de polpas ou alimentos líquidos com adição de polpa, como iogurte, geleias, entre outros.



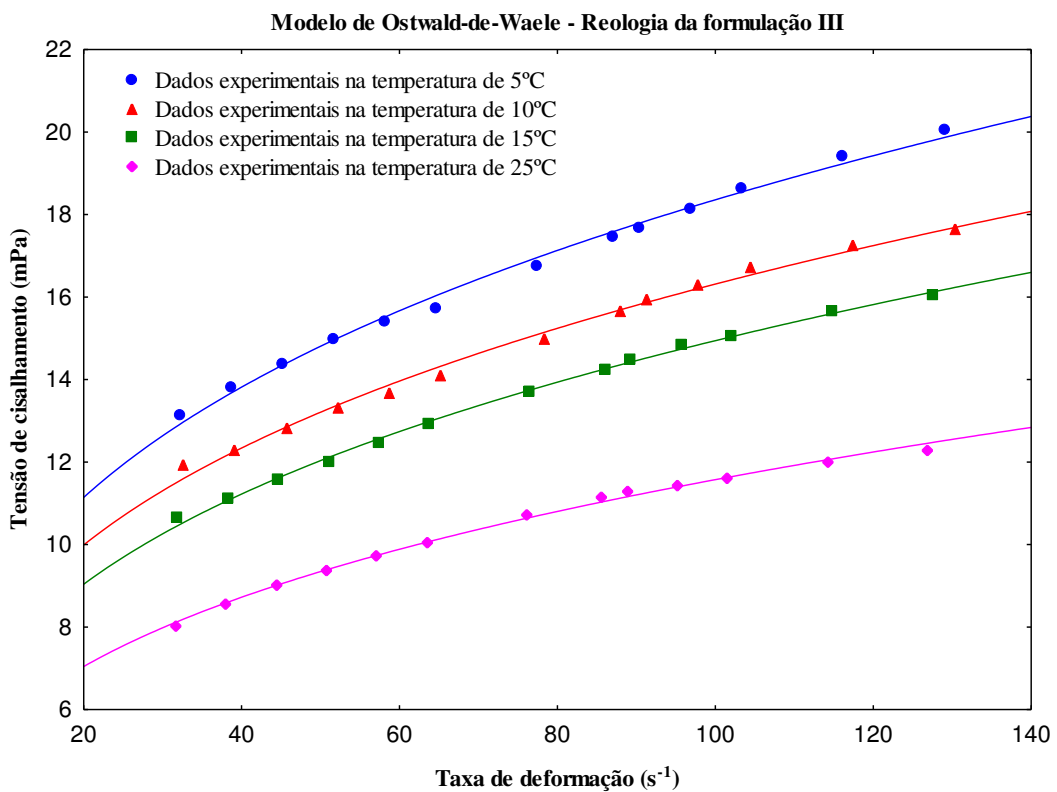
**Figura 22:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Casson, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III.



**Figura 23:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Herschel-Bulkley, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III.



**Figura 24:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Mizrahi & Berk, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III.



**Figura 25:** Valores experimentais e preditos pelo modelo de Ostwald-de-Waele, da tensão de cisalhamento versus taxa de deformação da Formulação III.

### 4.2.1 Modelos reológicos

Na tabela 10 estão apresentados os parâmetros reológicos do modelo de Casson ajustados às curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, para a polpa de umbu *in natura* e demais formulações adicionadas de leite caprino nas temperaturas de 5,10,15 e 25 °C, bem como os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e ( $R^2_a$ ), os valores de erro médio relativo (P), do desvio-padrão da estimativa (SE) e do desvio quadrático médio (DQM).

Verifica-se que, no modelo reológico de Casson os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) foram superiores a 98%, e valores da magnitude do erro médio relativo (P), desvio-padrão da estimativa e desvio quadrático médio foram significativamente baixos, indicando assim que o modelo de Casson pode representar com precisão o comportamento reológico da polpa de umbu e das formulações para a umbuzada.

**Tabela 10:** Parâmetros do modelo de **Casson**, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C

Parâmetros								
Amostra	T (°C)	Koc	kc	$R^2$ (%)	$R^2_a$ (%)	P	SE	DQM
POLPA	5	20,1993	0,0983	98,67	98,55	1,39E-11	0,2232	1,85E-12
	10	16,7486	0,1060	99,60	99,56	1,69E-10	2,53E-06	1,95E-11
	15	16,3312	0,0975	99,45	99,39	4,22E-12	0,1898	4,57E-13
	25	16,2140	0,0761	99,16	99,08	3,96E-12	0,1601	4,33E-13
F1	5	9,5506	0,0499	98,58	98,44	0,1538	0,1101	2,89E-13
	10	7,5003	0,0462	98,56	98,43	0,2283	0,0738	7,34E-09
	15	6,4842	0,0391	98,92	98,82	0,1796	0,0894	1,13E-10
	25	3,9631	0,0352	98,74	98,62	0,1581	0,1441	9,02E-14
F2	5	9,0450	0,0709	99,59	99,55	0,0576	0,0915	2,97E-13
	10	8,6878	0,0652	99,45	99,39	0,1240	0,0749	1,54E-08
	15	6,9032	0,0598	99,31	99,25	0,0911	0,0586	3,5E-14
	25	5,5103	0,0382	98,15	97,98	0,2462	0,1036	4,09E-12
F3	5	11,1435	0,0714	99,78	99,76	0,0405	0,0937	2,86E-12
	10	10,0433	0,0619	99,46	99,41	0,0553	0,0825	3,65E-12
	15	9,0161	0,0588	99,35	99,29	0,1142	0,0747	4,39E-12
	25	7,0370	0,0450	98,32	98,17	0,1780	0,1025	5,15E-13



Observa-se que, o parâmetro Koc apresentou valores decrescentes com o aumento da temperatura, variando de 16, 2140 a 20,1993 para a polpa de umbu nas temperaturas de 5 e 25 °C respectivamente, e nas formulações variando entre 3,9631 e 11,1435, para a formulação 1 na temperatura de 25 °C e na formulação 3 na temperatura de 5 °C respectivamente. No parâmetro de viscosidade (Kc) a polpa de umbu apresentou variação no seu comportamento, os valores variaram de entre 0,0761 na temperatura de 25 °C porém, as demais formulações apresentaram uma diminuição com o aumento da temperatura, onde a formulação 1 que apresenta 60% de leite caprino e 40% de polpa de umbu obteve os menores resultados de viscosidade.

Moura et al. (2016) estudando alimentos à base de frutas como as coberturas de limão e morango, observou que a viscosidade diminuiu com o aumento da temperatura, aumentando o movimento das partículas em suspensão causando assim a redução da viscosidade.

Na tabela 11 estão apresentados os parâmetros reológicos do modelo de Herschel-Bulkley ajustados às curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, para a polpa de umbu *in natura* e demais formulações adicionadas de leite caprino nas temperaturas de 5,10,15 e 25 °C, bem como os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e ( $R^2_a$ ), os valores de erro médio relativo (P), do desvio-padrão da estimativa (SE) e do desvio quadrático médio (DQM).

**Tabela 11:** Parâmetros do modelo de **Herschel-Bulkley**, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C

Parâmetros									
Amostra	T (°C)	T0	k	n	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P	SE	DQM
POLPA	5	-15,3129	12,3818	0,1327	99,88	99,86	0,0021	0,1076	0,0003
	10	2,3639	5,0127	0,3495	99,88	99,86	0,0009	0,0059	0,0001
	15	9,9727	1,4582	0,5230	99,80	99,76	0,0004	0,1338	4,85E-05
	25	4,8266	3,7915	0,3530	99,86	99,83	0,0003	0,0561	3,3E-05
F1	5	-0,3712	4,2471	0,2746	99,58	99,49	0,0298	0,0051	7,39E-05
	10	-9,4795	8,2847	0,1617	99,82	99,78	0,0765	0,0074	0,0001
	15	-0,1202	2,7679	0,2836	99,91	99,89	0,0555	0,0146	0,0005
	25	-5,7700	5,6893	0,1960	99,77	99,72	0,0220	0,1036	7,85E-05
F2	5	5,8277	0,6772	0,5907	99,89	99,86	0,0275	0,0020	1,18E-05
	10	3,7152	1,3506	0,4648	99,95	99,94	0,0160	0,0034	3,31E-05
	15	1,3648	1,7709	0,4053	99,93	99,92	0,0367	0,0034	3,22E-05
	25	-7,6142	7,8221	0,1683	99,88	99,86	0,0708	0,0043	5,16E-05
F3	5	8,7208	0,4328	0,6732	99,95	99,95	0,0219	0,0143	2,32E-06
	10	6,6005	0,7338	0,5604	99,81	99,77	0,0270	0,0024	1,6E-05
	15	3,8809	1,4362	0,4432	99,90	99,88	0,0083	0,0023	1,48E-05
	25	-4,2650	5,6546	0,2246	99,96	99,95	0,0068	0,0050	6,94E-05

Observa-se que a polpa de umbu e todas as formulações apresentadas obtiveram coeficientes de determinação ( $R^2$ ) superiores a 99%, magnitude de erro relativo (P) mínimo de 0,0003 e valores de desvio-padrão da estimativa (SE) abaixo de 0,1338. Sendo assim, um modelo que pode ser usado para prever o comportamento reológico do estudo.

O parâmetro de tensão de cisalhamento (T0) teve uma grande variação na polpa de umbu e na formulação 1, a polpa de umbu obteve o menor valor de tensão de cisalhamento na temperatura de 5°C com -15,3129. Já as formulações 2 e 3 se apresentaram de forma decrescente com o aumento da temperatura onde, a formulação 2 variou entre 5,8277 e -7,6142 nas temperaturas de 5 e 25 °C respectivamente e, na formulação 3 variando entre 8,7208 e -4,2650 nas temperaturas de 5 e 25 °C.

Segundo Tadini et al. (2016), pode-se perceber que a tensão de cisalhamento aumento de acordo com o aumento da taxa de deformação, sendo assim, a viscosidade tende a diminuir com o aumento da taxa de deformação, representando um fluido não-newtoniano com característica pseudoplástico.

Em relação ao índice de consistência (k), a formulação 1 apresentou os maiores valores relacionados em todas as temperaturas, com exceção apenas da polpa de umbu que obteve na temperatura de 5 °C o valor de 12,3818 de consistência e também da formulação 2 que obteve 7,8221 na temperatura de 25 °C. O índice de comportamento (n) do fluido da polpa e diferentes formulações com adição de leite caprino, não apresentaram diferenças significativas em relação ao aumento das temperaturas.

Na tabela 12 estão apresentados os parâmetros reológicos do modelo de Mizrahi & Berk ajustados às curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, para a polpa de umbu *in natura* e demais formulações adicionadas de leite caprino nas temperaturas de 5,10,15 e 25 °C, bem como os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e ( $R^2_a$ ), os valores de erro médio relativo (P), do desvio-padrão da estimativa (SE) e do desvio quadrático médio (DQM).

Entre os melhores ajustes, este modelo foi expresso com graduação elevada do índice de comportamento do fluido (n), com o aumento da porcentagem de polpa de umbu nas formulações, sendo variável entre as temperaturas. O índice de consistência (Km) exibiu comportamento decrescente em algumas temperaturas em função da adição da polpa. Gurjão (2017), relata em seus dados para bebidas lácteas e/ou iogurtes, essa queda da função com o aumento da temperatura estudada.

**Tabela 12:** Parâmetros do modelo de Mizrahi & Berk, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C

Parâmetros									
Amostra	T (°C)	Koh	km	n	$R^2$ (%)	$R^2_a$ (%)	P	SE	DQM
POLPA	5	-15,3129	12,3818	0,1327	99,88	99,86	0,0021	0,1075	0,0002
	10	11,9720	0,9612	0,6026	99,86	98,26	0,0054	0,0564	0,0006
	15	9,9732	1,4580	0,5230	99,80	99,76	0,0001	0,1338	1,62E-05
	25	4,8267	3,7915	0,3530	99,86	99,83	0,0003	0,0561	3,3E-05
F1	5	-0,3734	4,2886	0,2745	99,58	99,49	0,0298	0,0052	7,53E-05
	10	-9,4734	10,2795	0,1617	99,82	99,78	0,0764	0,001	2,98E-06
	15	-0,1202	2,7679	0,2836	99,91	99,89	0,0556	0,0146	0,0005
	25	-5,7700	5,4892	0,1960	99,76	99,72	0,0219	0,1036	7,85E-05
F2	5	5,8277	0,6771	0,5907	99,88	99,86	0,0275	0,0020	1,18E-05
	10	3,7152	1,3506	0,4648	99,95	99,94	0,0160	0,0034	3,31E-05
	15	1,3647	1,7709	0,4052	99,93	99,91	0,0367	0,0034	3,22E-05
	25	-12,3560	11,9561	0,1297	99,87	99,85	0,0598	0,0073	0,0001
F3	5	8,7208	0,4328	0,6731	99,95	99,94	0,0219	0,0143	2,32E-06
	10	6,6005	0,7338	0,5604	99,81	99,77	0,0270	0,0024	1,6E-05
	15	3,8809	1,4362	0,4432	99,90	99,88	0,0083	0,0023	1,48E-05
	25	-5,7733	6,8472	0,2026	99,96	99,95	0,0038	0,0095	0,0002

Na tabela 13 estão apresentados os parâmetros reológicos do modelo de Ostwald-de-Waele (lei da potência) ajustados às curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, para a polpa de umbu *in natura* e demais formulações adicionadas de leite caprino nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C, bem como os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e ( $R^2_a$ ), os valores de erro médio relativo (P), do desvio-padrão da estimativa (SE) e do desvio quadrático médio (DQM).

Nota-se que para o modelo de lei da potência todos os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) foram superiores a 99%, a magnitude do erro médio relativo (P) foi abaixo de 0,1158 e os valores de desvio-padrão da estimativa (SE) foi abaixo de 0,1373, sendo este modelo bastante representativo para demonstrar o comportamento reológico da polpa de umbu e as formulações da umbuzada adicionadas de leite caprino, podendo ser utilizado com precisão experimental.

**Tabela 13:** Parâmetros do modelo de **Ostwald-de-Waele**, coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e desvios quadráticos médios (DQM) da polpa de umbu e das formulações de umbuzada nas temperaturas de 5, 10, 15 e 25 °C

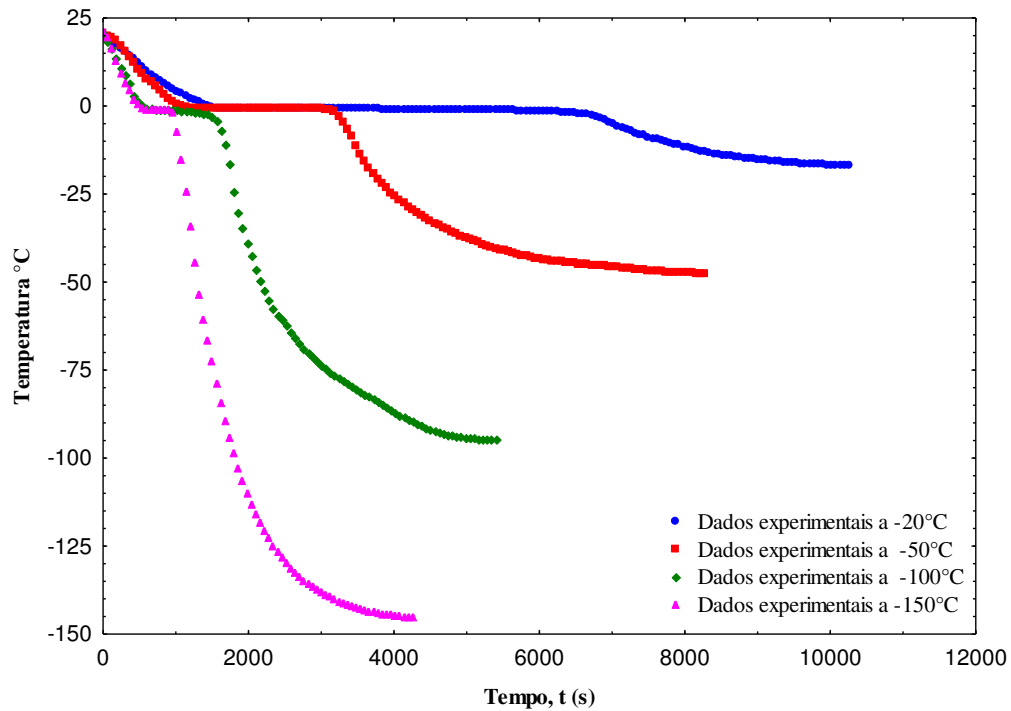
Amostra	T (°C)	Parâmetros						
		k	n	$R^2$ (%)	$R^2_a$ (%)	P	SE	DQM
POLPA	5	8,6422	0,2725	99,85	99,84	0,0124	0,1373	0,0016
	10	6,7996	0,3026	99,88	99,67	0,0046	0,0020	0,0005
	15	6,5945	0,2997	99,72	99,69	0,0257	0,0886	0,0028
	25	6,4306	0,2772	99,85	99,83	0,0075	0,0030	0,0008
F1	5	3,9987	0,2822	99,58	99,54	0,0311	0,0042	0,0001
	10	3,0073	0,3035	99,78	99,76	0,1014	0,0182	0,0010
	15	2,6887	0,2873	99,91	99,90	0,0560	0,0085	0,0002
	25	1,3942	0,3738	99,71	99,69	0,0169	0,1119	0,0012
F2	5	3,3691	0,3395	99,77	99,75	0,0788	0,0320	0,0031
	10	3,2868	0,3324	99,92	99,91	0,0101	0,0221	0,0015
	15	2,5123	0,3536	99,93	99,92	0,0476	0,0136	0,0005
	25	2,1428	0,3195	99,70	99,67	0,1158	0,0325	0,0019
F3	5	4,4003	0,3101	99,73	99,70	0,0900	0,0357	0,0038
	10	4,0100	0,3047	99,69	99,66	0,0739	0,0287	0,0025
	15	3,5470	0,3122	99,87	99,86	0,0160	0,0202	0,0012
	25	2,7957	0,3084	99,80	99,78	0,0490	0,0242	0,0017

Um dos melhores modelos ajustados ao experimento, apresentando nitidamente valores decrescentes do índice de consistência (K) na polpa de umbu e nas demais formulações da umbuzada, quanto maior a temperatura menor a consistência do produto, sendo este um produto denominado não newtoniano, com característica pseudoplástico, assim como nos demais modelos estudados. Os valores observados variaram de 3,99 e 1,39 na formulação com 40% da inclusão da polpa, 3,37 e 2,14 na formulação com inclusão de 50% da polpa e 4,40 e 2,79 para a formulação 3 com a maior porcentagem da polpa, sendo de 60% da inclusão. Já o índice de comportamento do fluido (n) variou entre 0,37 e 0,28, sendo valores bem próximos em ambas as formulações, incluindo também a polpa de umbu. Sendo este um fluido com boa resistência de escoamento

### 4.3. Cinética de congelamento

Nas Figuras de 26 a 30 estão representadas as curvas de decréscimo de temperatura das amostras de polpa de umbu, leite caprino e das formulações FI (40% Polpa de umbu + 60% de leite caprino), formulação II (50% de polpa de umbu + 50% de leite caprino) e formulação III (60% de polpa de umbu + 40% de leite caprino), nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.

Decréscimo de temperatura no congelamento da polpa de umbu nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150°C



**Figura 26:** Dados da cinética de congelamento da polpa de umbu nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.

Decréscimo de temperatura no congelamento do leite caprino nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150°C

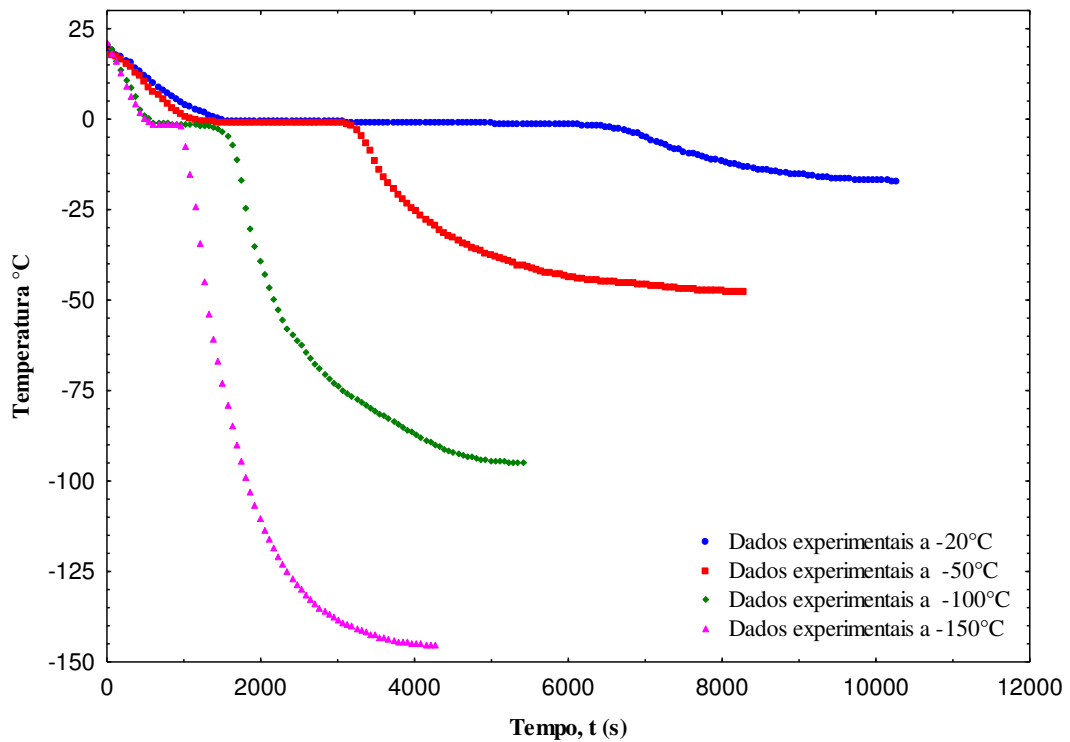


Figura 27: Dados da cinética de congelamento do leite caprino nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.

Decréscimo de temperatura no congelamento da formulação I nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150°C

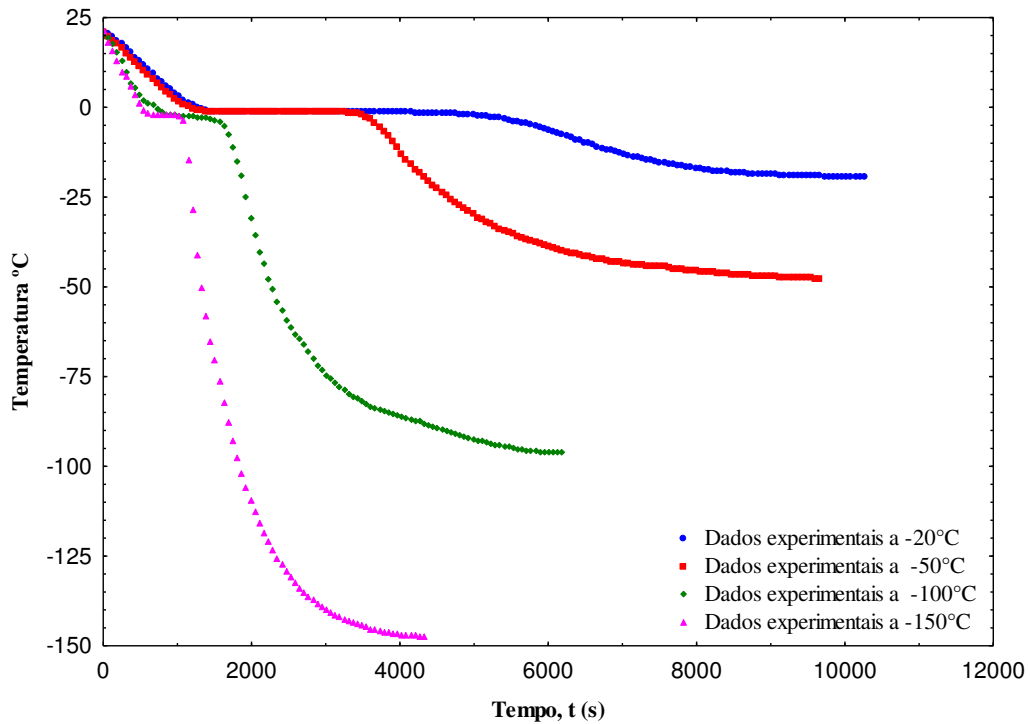
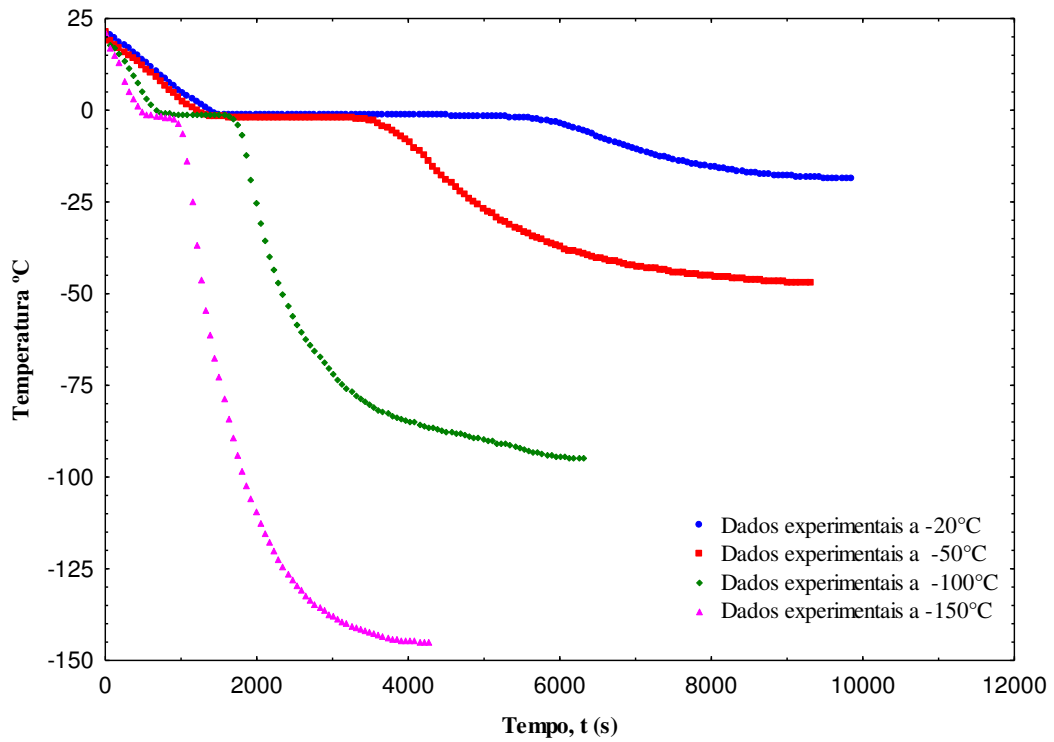


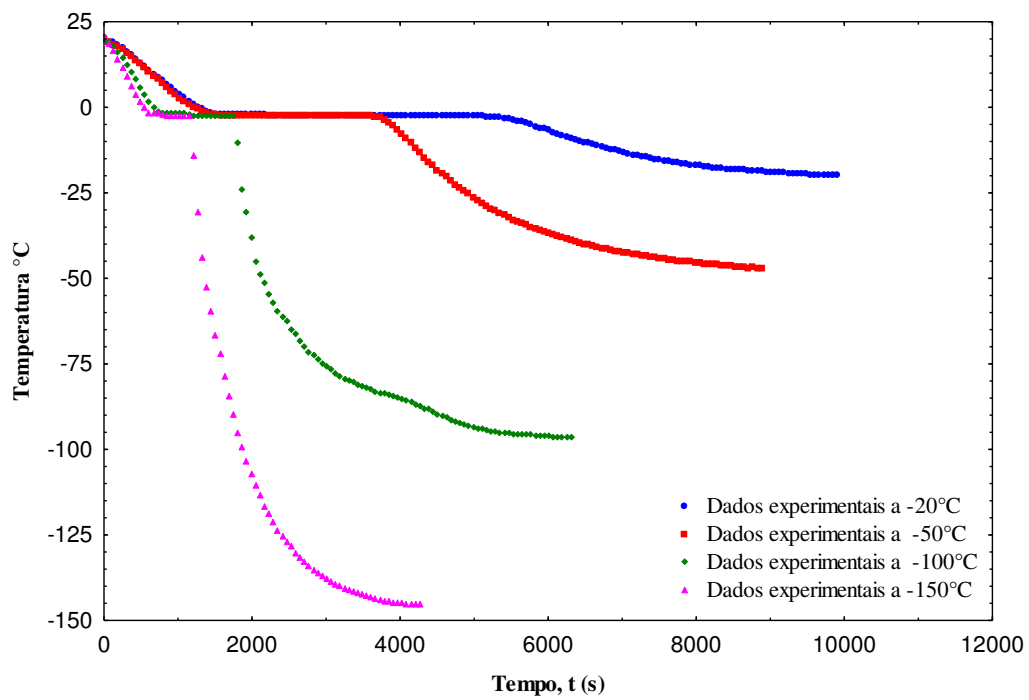
Figura 28: Dados da cinética de congelamento da formulação I nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.

Decréscimo de temperatura no congelamento da formulação II nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150°C



**Figura 29:** Dados da cinética de congelamento da formulação II nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150°C.

Decréscimo de temperatura no congelamento da formulação III nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150°C



**Figura 30:** Dados da cinética de congelamento da formulação III nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.



Observando as Figuras 26 a 30, nota-se que o comportamento das curvas são influenciadas pela temperatura de congelamento e conseqüentemente no tempo necessário para atingir o equilíbrio térmico, portanto a cinética de congelamento obteve valores médios de 10200s, 7920s, 5220s e 4200s para a polpa de umbu, de 10200s, 8160s, 5160s e 4140s para o leite caprino, de 10200s, 9780s, 6120s e 4260s para formulação I, de 9780s, 9240s, 6300s e 420s para formulação II, de 9780s, 8880s, 6240s e 4200s para formulação III, respectivamente, nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.

Pela análise destas Figuras, observa-se a presença de três fases distintas no congelamento em todas as amostras, ou seja, verificou-se a fase I (resfriamento), fase II (cristalização) e fase III de congelamento até chegar em equilíbrio com o meio, isto só ocorre devido ao fato das amostras conterem altos percentuais de teor de água similares às curvas obtidas no congelamento da água pura. Oliveira (2016) observou comportamento semelhante analisando o tempo de duração das fases no congelamento da amostra de maracujá do mato in natura (FC).

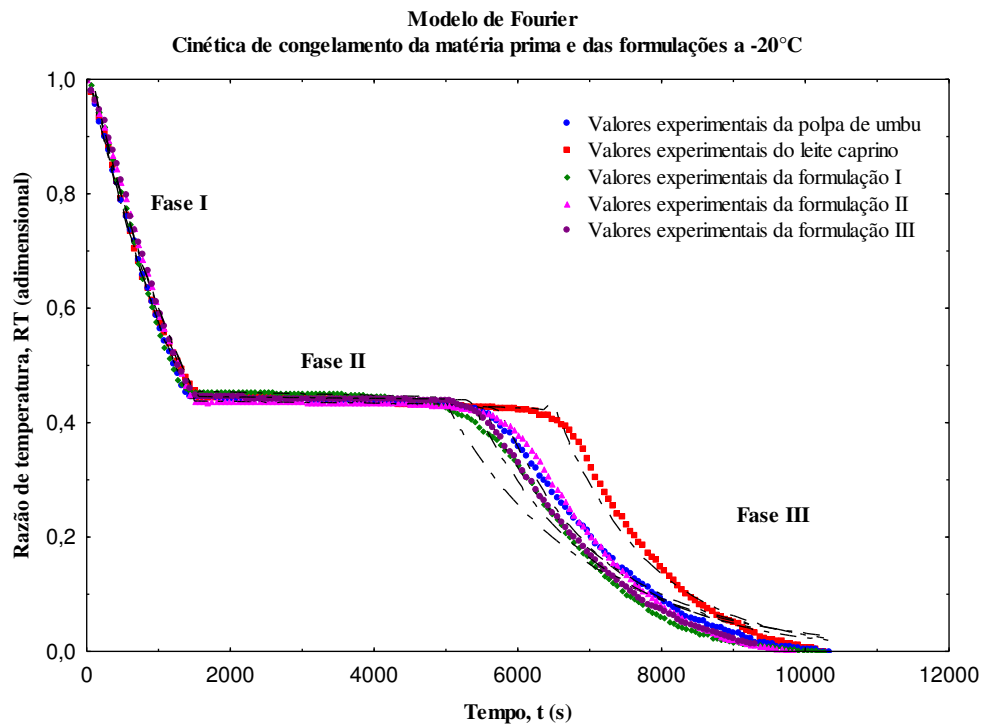
Para as temperaturas de -100 °C e -150 °C, onde a cinética foi realizada em freezer criogênico, o congelamento aconteceu de forma mais rápida, com tempo reduzido para as fases, dificultando um pouco a visibilidade da divisão dessas fases, mas ainda assim é possível identificá-las. De acordo com Zhu et al. (2010) isto acontece devido à grande diferença de temperatura entre o fluido criogênico e a superfície do produto e a alta taxa de transferência de calor da superfície resultante da vaporização do fluido criogênico.

Nas Figuras 31 a 40 estão, respectivamente, os dados experimentais e calculados, utilizando a Equação de Fourier e o Modelo I de Cavalcanti-Mata e Duarte, nas temperaturas de congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C. De acordo com as Figuras é possível comparar o comportamento das mudanças de fases da polpa de umbu, do leite caprino e nas formulações (I, II e III) de acordo com cada temperatura.

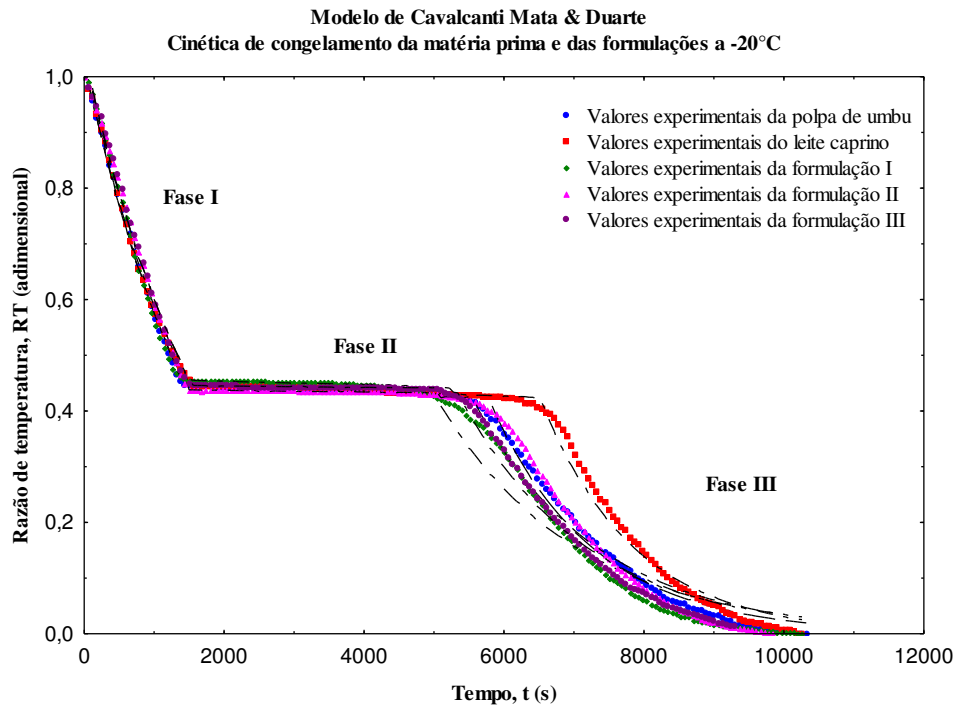
Nas curvas da cinética de congelamento a -20 °C (Figuras 31 e 32), a fase I corresponde ao resfriamento das amostras até o início da temperatura de congelamento, nesta fase de resfriamento para a polpa de umbu, o processo demorou 1380 segundos; para o leite caprino o tempo foi de 1500 segundos, enquanto para as formulações I, II e III o processo demorou 1500, 1440 e 1500 segundos, respectivamente.

Na fase de cristalização, fase II, corresponde à fase em que a temperatura apresenta pouca variação pois a maior parte da energia é utilizada com o intuito de que a água mude de fase, transformando-se em gelo. Percebe-se que o menor tempo para atingir o final da fase foi da formulação I com 2940 segundos e o maior foi o leite caprino com

4740 segundos, em seguida a polpa do umbu com 4200 segundos, já as formulações II e III, apresentaram tempos médios em torno de 3600 e 3720 segundos, respectivamente. A fase III, corresponde ao congelamento até o equilíbrio térmico e as amostras apresentaram duração de 4620, 3960, 5760, 4740 e 4560 segundos, para o umbu, leite caprino, formulação I, formulação II e formulação III, respectivamente.

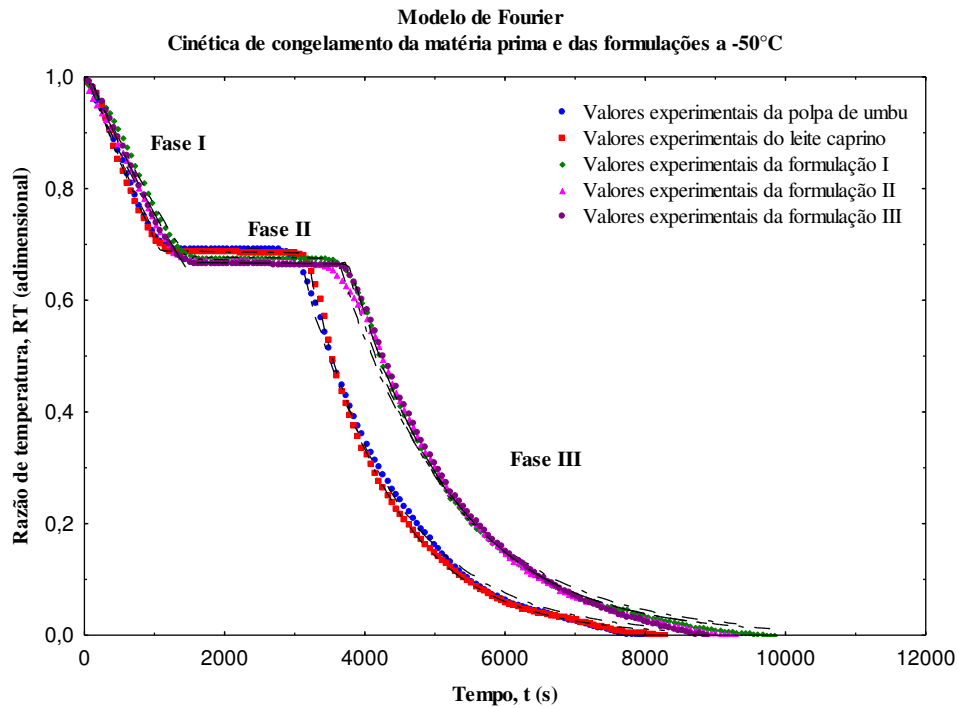


**Figura 31:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -20 °C.

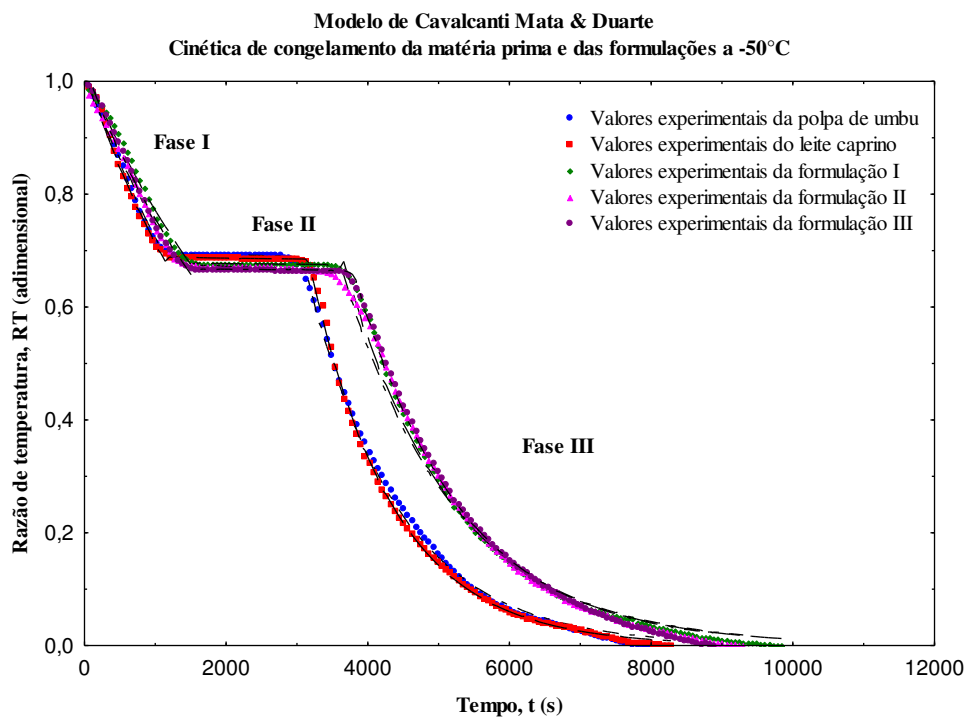


**Figura 32:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -20 °C.

Analisando as Figuras 33 e 34, correspondentes as temperaturas de congelamento a -50 °C, nota-se que os tempos médios de duração na fase I foram bem semelhantes com 1140 segundos para polpa do umbu e o leite caprino, enquanto que para as formulações I, II e III, o processo demorou 1500, 1320, 1500 segundos. No tempo da fase II, observou-se que a polpa de umbu demorou 1740 segundos, o leite caprino 1920 segundos e para as formulações I, II e III a duração da fase de cristalização foram muito próximas, em torno de 2040 segundos. Na fase III, a maior duração foi 6360 segundos e a menor de 5040 segundos a formulação I e polpa de umbu, respectivamente, já o leite caprino demorou 5100 segundos e as formulações II e III obtiveram valores próximos a 5520 segundos.

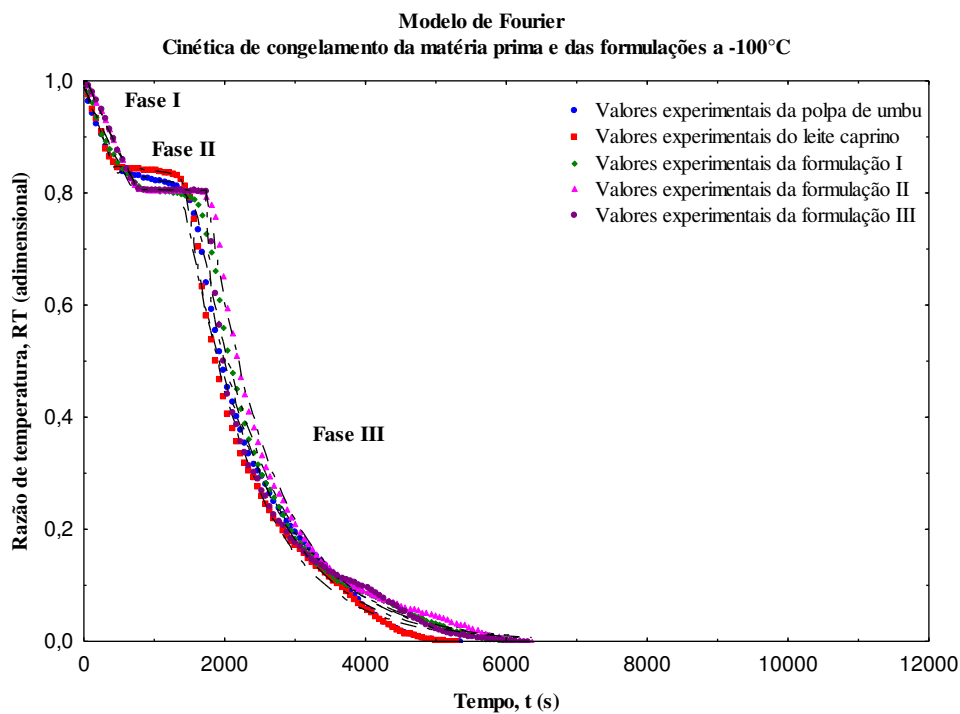


**Figura 33:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -50 °C.

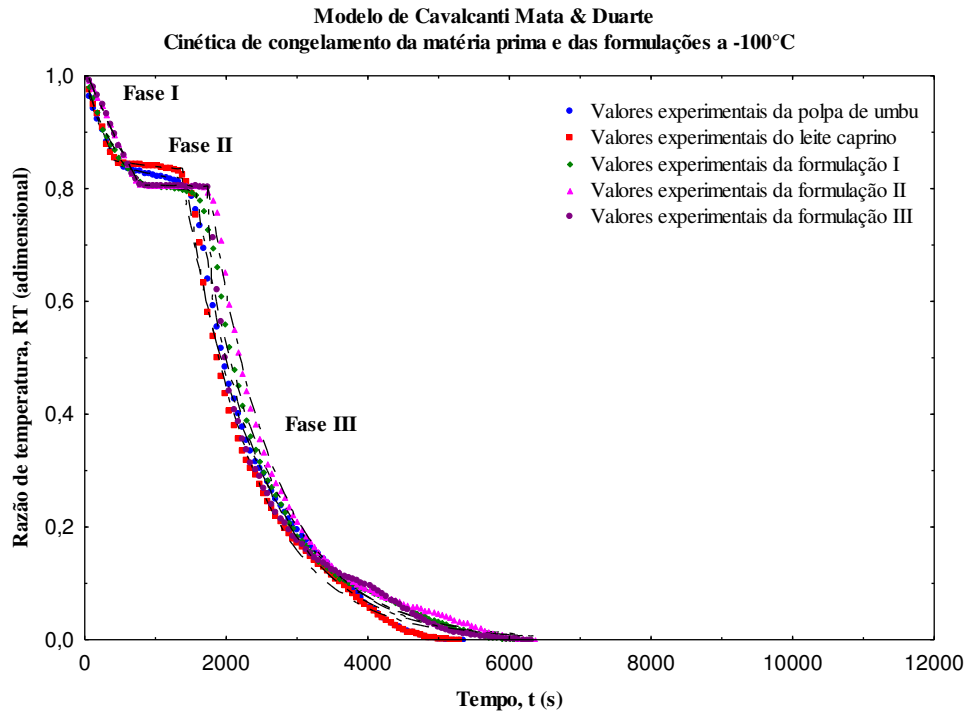


**Figura 34:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -50 °C.

Pode-se constatar nas curvas de congelamento a  $-100^{\circ}\text{C}$  (Figuras 35 e 36), que na fase I corresponde ao resfriamento, na polpa de umbu a duração foi de 480 segundos, para o leite caprino 420 segundos, na formulação I o processo demorou 660 segundos, em contrapartida para as formulações II e III o processo demorou 720 segundos. Na fase de cristalização (fase II), verifica-se que a amostra com maior tempo foi a formulação III com 1020 segundos, a menor foi da polpa de umbu com 660 segundos, enquanto que para o leite caprino, formulação I e II demoraram 900, 720 e 960 segundos, respectivamente. Na fase III de congelamento, a duração foi de 4080, 3840, 4740, 4620 e 4500 segundos, para a polpa de umbu, leite caprino, formulação I, formulação II e formulação III, respectivamente.

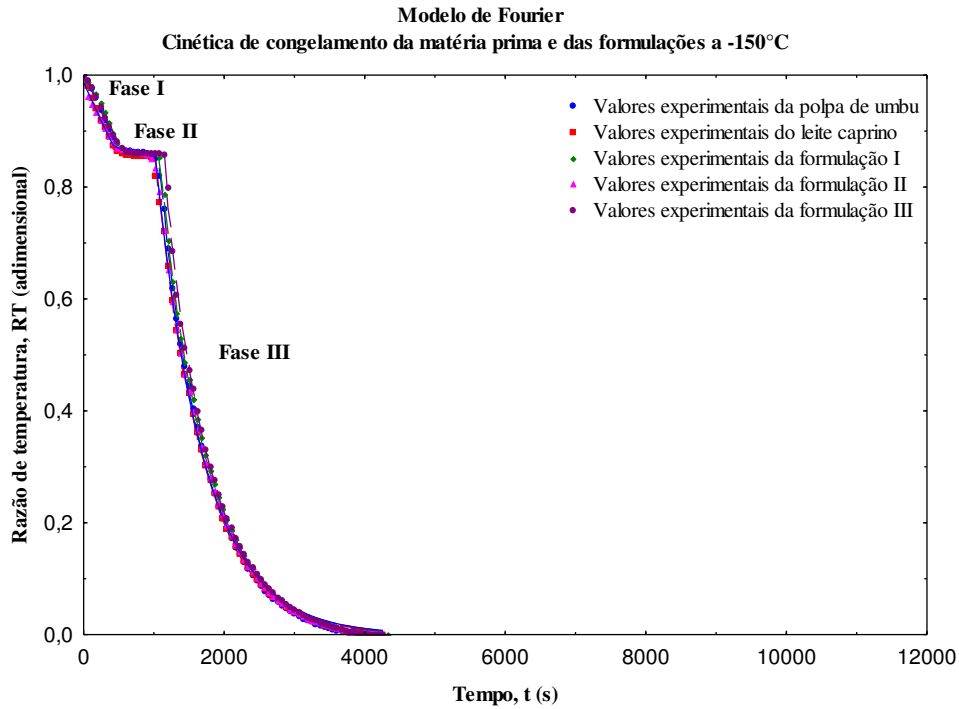


**Figura 35:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de  $-100^{\circ}\text{C}$ .

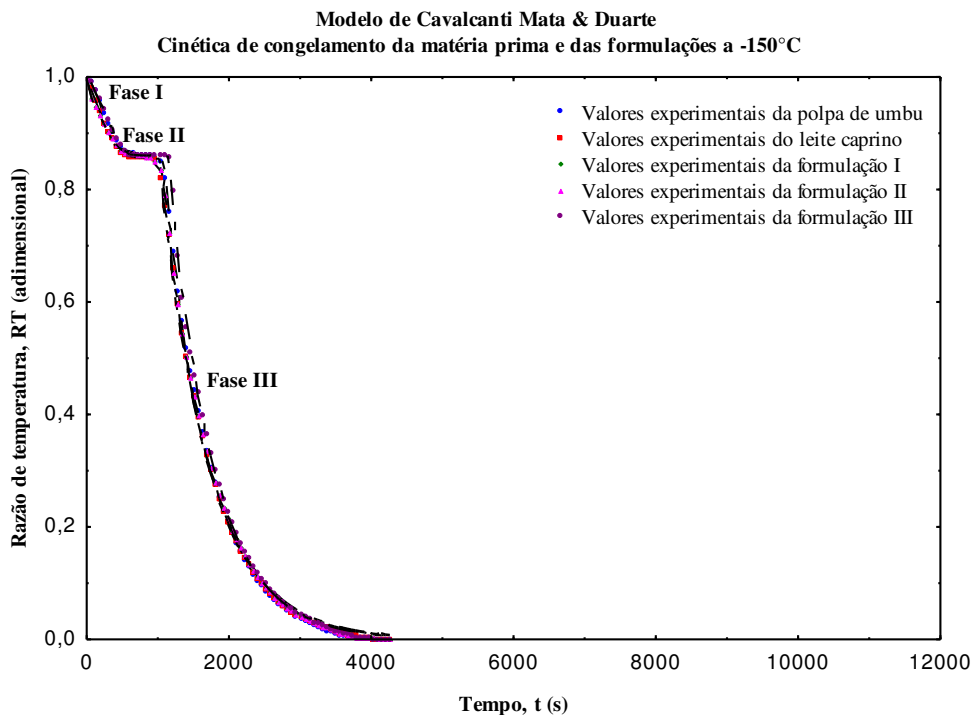


**Figura 36:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -100 °C.

No congelamento a -150 °C, ao analisar as Figuras 37 e 38, nota-se que o período das fases I, II e III ocorreram de forma bem semelhante entre as amostras estudadas, apresentando valores de tempo médio no resfriamento em torno de 420 segundos, na cristalização 600 segundos e no congelamento duração de 3180 segundos. Portanto, pode-se constatar que quanto menor a temperatura de congelamento, mais semelhante ocorre o tempo médio de duração das fases de resfriamento, cristalização e congelamento, sendo isto possível pois os teores de água das amostras estudadas são similares.



**Figura 37:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo de Fourier na temperatura de -150 °C



**Figura 38:** Dados experimentais da cinética de congelamento das amostras de polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III e os dados calculados pelo modelo I de Cavalcanti- Mata & Duarte na temperatura de -150 °C.

Na Tabela 14 encontram-se os parâmetros ( $L/2$ ), a difusividade térmica efetiva ( $\alpha$ ) e a difusividade térmica efetiva média ( $\alpha$  média) segundo o Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte para as fases I e III da polpa de umbu, bem como o coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o coeficiente de determinação ajustado ( $R_a^2$ ), o erro médio relativo (P), o desvio-padrão da estimativa (SE) e o desvio quadrático médio (DQM) nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ .

Observando a Tabela 14, verifica-se que para a polpa do umbu congelada a  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  a difusividade térmica efetiva média foi de 0,81 e  $0,93\text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ , para a amostra congelada à  $-50\text{ }^\circ\text{C}$  foi de 1,31 e  $1,42\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$ , à  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  foi de 1,66 e  $1,77\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  e no congelamento a  $-150\text{ }^\circ\text{C}$  foi de 2,89 e  $2,98\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  para os modelos de Fourier e Cavalcanti-Mata & Duarte, respectivamente. Tem-se que a difusividade térmica efetiva média é mais elevada quando o produto é submetido a um gradiente térmico maior, ou seja, a difusividade térmica aumenta com a diminuição de temperatura de congelamento.

Ferreira (2018) ao estudar a cinética de congelamento de umbuzada sob diferentes temperaturas, também identificou que com o aumento da concentração da polpa de umbu e a diminuição do gradiente de temperatura, ocorreu o aumento da difusividade média efetiva.

Os modelos apresentaram, em média, coeficientes de determinação ajustado acima de 98,92%, o erro médio relativo (P) abaixo de 10%, o desvio-padrão da estimativa (SE) e DQM foram abaixo de 0,09 nas fases I e III em todas as temperaturas, indicando que o modelo de Fourier e Cavalcanti-Mata & Duarte representam bem a cinética de congelamento do leite asinino nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , ajustando-se aos dados experimentais.



**Tabela 14:** Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da polpa de umbu nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C

<b>Modelo de Fourier</b>										
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
<b>Polpa de umbu</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,97	1,37	0,81	99,86	99,85	0,070	0,044	0,0006
		<b>III</b>	4,97	1,36		99,08	99,06	2,742	0,035	0,0263
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,97	0,85	1,31	99,71	99,68	0,135	0,085	0,0010
		<b>III</b>	4,97	1,86		99,74	99,73	2,661	0,034	0,0403
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,97	0,85	1,66	99,19	98,92	0,009	0,082	0,0036
		<b>III</b>	4,97	2,14		99,22	99,20	4,212	0,037	0,0617
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,97	0,71	2,89	99,51	99,31	0,092	0,089	0,0002
		<b>III</b>	4,97	3,70		99,96	99,96	2,455	0,043	0,0164
<b>Modelo I Cavalcanti-Mata &amp; Duarte</b>										
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
<b>Polpa de umbu</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,97	1,19	0,93	99,76	99,72	0,306	0,045	0,0028
		<b>III</b>	4,97	1,67		99,09	99,05	4,520	0,036	0,0434
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,97	1,28	1,42	99,60	99,52	0,079	0,088	0,0006
		<b>III</b>	4,97	1,92		99,70	99,69	1,955	0,034	0,0296
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,97	1,38	1,77	99,90	99,83	0,020	0,089	0,0014
		<b>III</b>	4,97	2,19		99,21	99,17	2,988	0,038	0,0438
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,97	1,78	2,98	99,61	99,31	0,324	0,097	0,0007
		<b>III</b>	4,97	3,69		99,96	99,96	2,960	0,044	0,0198

Na Tabela 15 encontram-se os parâmetros ( $L/2$ ), a difusividade térmica efetiva ( $\alpha$ ) e a difusividade térmica efetiva média ( $\alpha$  média) segundo o Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte para as fases I e III do leite caprino, bem como o coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), o erro médio relativo (P), o desvio-padrão da estimativa (SE) e o desvio quadrático médio (DQM) nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ .

Verifica-se nesta Tabela 15, que a difusividade média para as diferentes temperaturas variou de 0,95 a  $2,77\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  no modelo de Fourier e 0,99 a  $2,85\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  no modelo de Cavalcanti-Mata & Duarte, para as temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. É possível notar um comportamento regular de aumento da difusividade média com a redução da temperatura de congelamento. Os modelos apresentaram coeficientes de determinação ajustado acima de 98,38%, valores de P abaixo de 10%, SE e DQM abaixo de 0,1, indicando que os modelos representam satisfatoriamente a cinética de congelamento do leite caprino nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , ajustando-se aos dados experimentais.

**Tabela 15:** Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento do leite caprino nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C

<b>Modelo de Fourier</b>										
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
<b>Leite caprino</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,97	1,37	0,95	99,86	99,85	0,070	0,044	0,0006
		<b>III</b>	4,97	1,91		98,43	98,38	2,685	0,038	0,0229
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,97	0,90	1,46	99,51	99,46	0,090	0,085	0,0006
		<b>III</b>	4,97	2,13		99,92	99,93	0,459	0,033	0,0059
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,97	0,95	1,96	99,61	99,45	0,001	0,088	4,15-06
		<b>III</b>	4,97	2,52		99,72	99,71	0,850	0,038	0,0096
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,97	0,78	2,77	99,82	99,73	0,008	0,089	1,55E-05
		<b>III</b>	4,97	3,49		99,95	99,94	3,147	0,043	0,0227
<b>Modelo I Cavalcanti-Mata &amp; Duarte</b>										
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
<b>Leite caprino</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,97	1,82	0,99	99,81	99,79	0,738	0,045	0,0068
		<b>III</b>	4,97	1,85		98,49	98,41	3,738	0,039	0,0322
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,97	1,55	1,55	99,41	99,30	0,018	0,088	0,0001
		<b>III</b>	4,97	2,13		99,93	99,92	0,459	0,034	0,0060
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,97	1,62	2,02	99,63	99,36	0,063	0,097	0,0001
		<b>III</b>	4,97	2,55		99,72	99,71	0,725	0,039	0,0082
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,97	1,65	2,85	99,84	99,68	0,115	0,097	0,0002
		<b>III</b>	4,97	3,50		99,95	99,94	2,819	0,044	0,0204

Na Tabela 16 encontram-se os parâmetros ( $L/2$ ), a difusividade térmica efetiva ( $\alpha$ ) e a difusividade térmica efetiva média ( $\alpha$  média) segundo o Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte para as fases I e III da formulação I, bem como o coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), o erro médio relativo (P), o desvio-padrão da estimativa (SE) e o desvio quadrático médio (DQM) nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ .

Analisando a Tabela 16, nota-se que a difusividade média para formulação I nas diferentes temperaturas variou de  $0,93$  a  $2,75\text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$  no modelo de Fourier e  $0,94$  a  $3,09\text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$  no modelo de Cavalcanti-Mata & Duarte, para as temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. Os valores de difusividade térmica efetiva mantiveram o comportamento observado na polpa de umbu e leite caprino, ou seja, crescente com a redução da temperatura de congelamento. Os modelos apresentaram coeficientes de determinação ajustado acima de  $96,40\%$ , valores de P abaixo de  $10\%$ , SE e DQM abaixo de  $0,09$  em todas as fases da curva de congelamento da amostra, indicando que os modelos representam bem a cinética de congelamento da formulação I nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , ajustando-se aos dados experimentais.

**Tabela 16:** Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da formulação I nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C

<b>Modelo de Fourier</b>											
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>	
<b>Formulação I</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,97	1,47	0,93	99,62	99,59	0,035	0,044	0,0003	
		<b>III</b>	4,97	1,29		96,48	96,40	3,719	0,031	0,0616	
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,97	1,48	1,09	99,52	99,48	0,194	0,074	0,0017	
		<b>III</b>	4,97	1,33		99,63	99,62	1,325	0,030	0,0267	
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,97	0,71	1,87	98,52	98,19	0,014	0,069	5,07E-05	
		<b>III</b>	4,97	2,31		99,58	99,56	0,511	0,035	0,0109	
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,97	0,64	2,75	99,28	99,04	0,002	0,082	5,57E-06	
		<b>III</b>	4,97	3,58		99,94	99,94	2,889	0,043	0,0185	
	<b>Modelo I Cavalcanti-Mata &amp; Duarte</b>										
	<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
	<b>Formulação I</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,97	1,77	0,94	99,57	99,51	0,437	0,045	0,0040
			<b>III</b>	4,97	1,24		96,52	96,41	5,247	0,032	0,0870
<b>-50</b>		<b>I</b>	4,97	2,14	1,22	99,31	99,21	0,423	0,076	0,0038	
		<b>III</b>	4,97	1,60		99,67	99,66	1,493	0,030	0,0301	
<b>-100</b>		<b>I</b>	4,97	3,79	2,21	99,35	99,11	0,048	0,073	0,0002	
		<b>III</b>	4,97	2,31		99,57	99,55	0,179	0,035	0,0025	
<b>-150</b>		<b>I</b>	4,97	4,88	3,09	99,80	99,68	1,182	0,089	0,0029	
		<b>III</b>	4,97	3,39		99,81	99,80	3,543	0,044	0,0279	

Na Tabela 17 encontram-se os parâmetros ( $L/2$ ), a difusividade térmica efetiva ( $\alpha$ ) e a difusividade térmica efetiva média ( $\alpha$  média) segundo o Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte para as fases I e III da formulação II, bem como o coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), o erro médio relativo (P), o desvio-padrão da estimativa (SE) e o desvio quadrático médio (DQM) nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ .

Constata-se na Tabela 17, que a difusividade média para as diferentes temperaturas variou de 0,90 a  $2,76\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  no modelo de Fourier e 0,88 a  $3,14\text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  no modelo de Cavalcanti-Mata & Duarte, para as temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. Sendo assim, observa-se que a difusividade média cresce com a diminuição da temperatura de congelamento. Os modelos apresentaram coeficientes de determinação ajustado acima de 96,48%, valores de P abaixo de 10%, SE e DQM abaixo de 0,1, indicando que os modelos representam satisfatoriamente a cinética de congelamento da formulação II nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , ajustando-se aos dados experimentais.

**Tabela 17:** Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da formulação II nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C

<b>Modelo de Fourier</b>										
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
<b>Formulação II</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,96	1,37	0,90	99,57	99,53	0,245	0,045	0,0022
		<b>III</b>	4,96	1,44		96,59	96,50	2,990	0,035	0,0389
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,96	0,75	1,08	99,77	99,75	0,082	0,079	0,0007
		<b>III</b>	4,96	1,52		99,37	99,35	2,979	0,031	0,0589
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,96	0,71	1,91	99,70	99,63	0,022	0,065	0,0259
		<b>III</b>	4,96	2,48		99,71	99,70	2,849	0,035	0,0343
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,96	0,69	2,76	98,72	98,21	0,023	0,089	4,8E-05
		<b>III</b>	4,96	3,48		99,95	99,94	3,277	0,043	0,0095
<b>Modelo I Cavalcanti-Mata &amp; Duarte</b>										
<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Fases</b>	<b>L/2 (mm)</b>	<b><math>\alpha</math> (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b><math>\alpha</math> média (mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>(R<sup>2</sup><sub>a</sub>)</b>	<b>P</b>	<b>SE</b>	<b>DQM</b>
<b>Formulação II</b>	<b>-20</b>	<b>I</b>	4,96	1,31	0,88	99,53	99,46	1,291	0,046	0,0116
		<b>III</b>	4,96	1,39		96,63	96,49	6,799	0,035	0,0885
	<b>-50</b>	<b>I</b>	4,96	1,39	1,19	99,57	99,50	0,402	0,081	0,0037
		<b>III</b>	4,96	1,56		99,35	99,33	1,111	0,032	0,0220
	<b>-100</b>	<b>I</b>	4,96	1,50	2,05	99,66	99,55	0,246	0,069	0,0471
		<b>III</b>	4,96	2,55		99,71	99,70	3,527	0,036	0,0424
	<b>-150</b>	<b>I</b>	4,96	4,42	3,14	99,83	99,71	0,015	0,098	3,1. 10 <sup>-5</sup>
		<b>III</b>	4,96	3,49		99,95	99,94	2,906	0,044	0,0093

Na Tabela 18 encontram-se os parâmetros ( $L/2$ ), a difusividade térmica efetiva ( $\alpha$ ) e a difusividade térmica efetiva média ( $\alpha$  média) segundo o Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte para as fases I e III da formulação III, bem como o coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), o erro médio relativo (P), o desvio-padrão da estimativa (SE) e o desvio quadrático médio (DQM) nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ .

Nota-se na Tabela 18, que a difusividade média para formulação III nas diferentes temperaturas de congelamento variou de 0,94 a 2,81  $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$  no modelo de Fourier e 0,88 a 2,99  $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$  no modelo de Cavalcanti-Mata & Duarte, para as temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. Os valores de difusividade térmica efetiva mantiveram o comportamento observado nas outras amostras estudadas, ou seja, aumenta com a redução da temperatura de congelamento. Os modelos apresentaram coeficientes de determinação ajustado acima de 98,27%, valores de P abaixo de 10%, SE e DQM abaixo de 0,09 em todas as fases da curva de congelamento da amostra, indicando que os modelos representam bem a cinética de congelamento da formulação III nas temperaturas de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , ajustando-se aos dados experimentais.



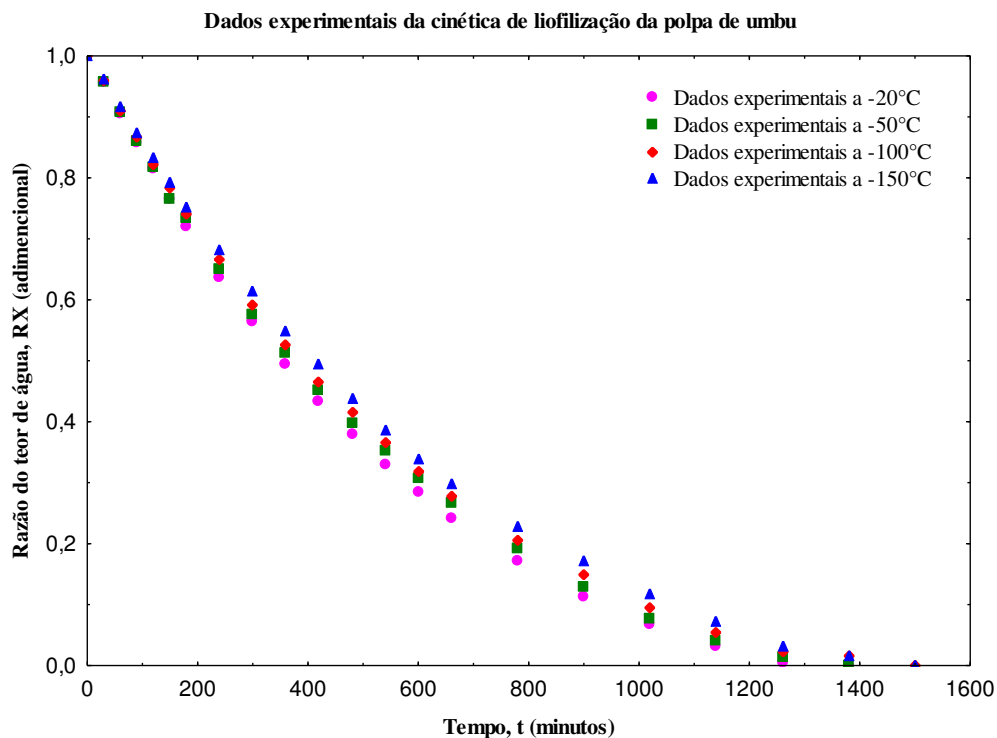
**Tabela 18:** Parâmetros e coeficientes do Modelo de Fourier e Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte na cinética de congelamento da formulação III nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C

Modelo de Fourier										
Amostra	Temperatura (°C)	Fases	L/2 (mm)	$\alpha$ (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	$\alpha$ média (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	(R <sup>2</sup> <sub>a</sub> )	P	SE	DQM
Formulação III	-20	I	4,96	1,37	0,94	99,52	99,48	0,166	0,045	0,0014
		III	4,96	1,48		98,54	98,50	3,306	0,037	0,0365
	-50	I	4,96	0,76	1,14	99,60	99,57	0,036	0,074	0,0004
		III	4,96	1,68		99,62	99,61	1,202	0,034	0,0207
	-100	I	4,96	0,71	1,85	99,61	99,54	0,114	0,063	0,0266
		III	4,96	2,43		98,91	98,89	2,449	0,036	0,0113
	-150	I	4,96	0,66	2,81	99,67	99,57	0,0009	0,077	2,6. 10 <sup>-6</sup>
		III	4,96	3,72		99,91	99,90	1,929	0,045	0,0115
Modelo I Cavalcanti-Mata & Duarte										
Amostra	Temperatura (°C)	Fases	L/2 (mm)	$\alpha$ (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	$\alpha$ média (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	(R <sup>2</sup> <sub>a</sub> )	P	SE	DQM
Formulação III	-20	I	4,96	1,40	0,88	99,51	99,44	0,333	0,045	0,0015
		III	4,96	1,37		98,35	98,27	6,851	0,038	0,0757
	-50	I	4,96	1,50	1,25	99,40	99,32	0,678	0,076	0,0074
		III	4,96	1,66		99,62	99,60	3,109	0,034	0,0536
	-100	I	4,96	1,88	1,99	99,50	99,35	0,404	0,066	0,0313
		III	4,96	2,42		98,92	98,87	2,654	0,036	0,0117
	-150	I	4,96	1,90	2,99	99,59	99,38	0,420	0,082	0,0012
		III	4,96	3,76		99,91	99,90	1,307	0,045	0,0078

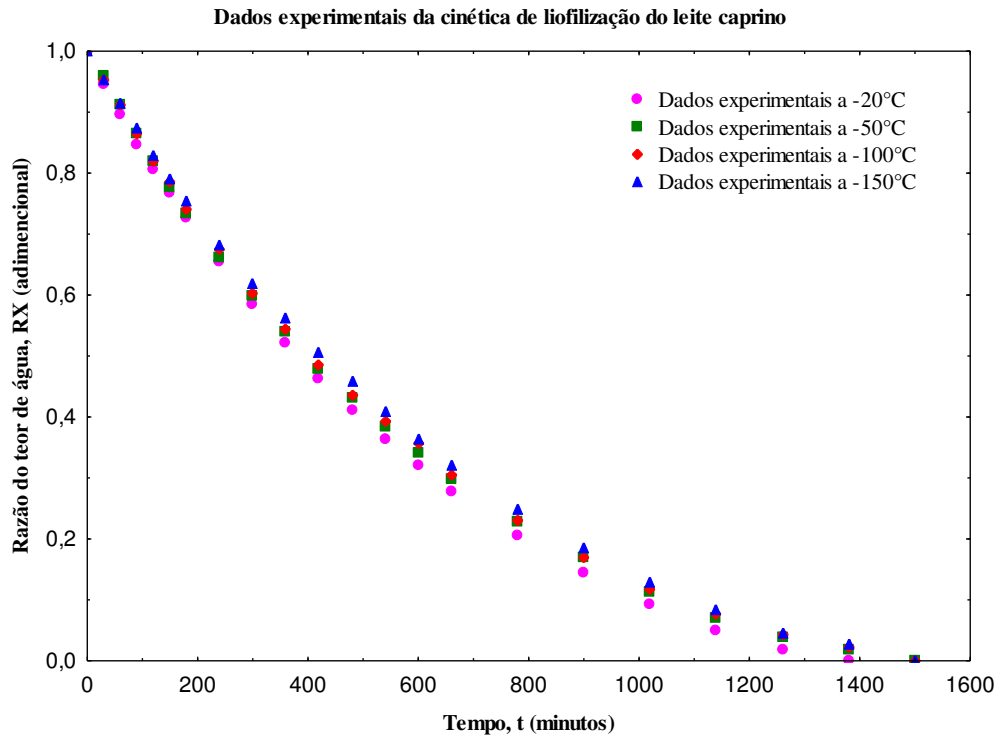
#### 4.4. Cinética de liofilização

Nas Figuras 39 a 43 observa-se os gráficos dos dados experimentais da cinética de liofilização da polpa de umbu, leite caprino e das formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino) nas temperaturas de congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C, no qual demonstra a relação entre a razão de teor de água (adimensional) e do tempo (minutos).

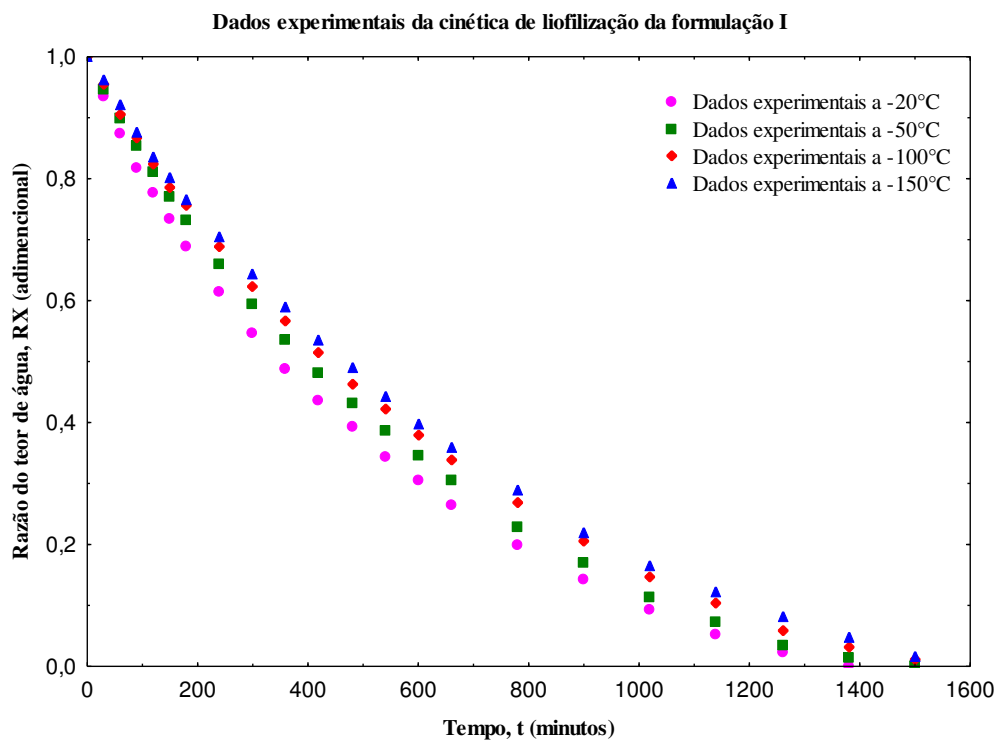
Verifica-se que o tempo de liofilização foi de aproximadamente 25h para todas as amostras (polpa de umbu, leite caprino, formulações I, II e III) nos diferentes pré-congelamentos, nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C, e as curvas de secagem por liofilização têm comportamento semelhante com relação às taxas de remoção de água. Pode-se observar que ocorre uma redução do teor de água das amostras no decorrer do tempo, ou seja, o teor de água das amostras reduz rapidamente no início da secagem e, posteriormente, diminui no decorrer do tempo da operação de secagem.



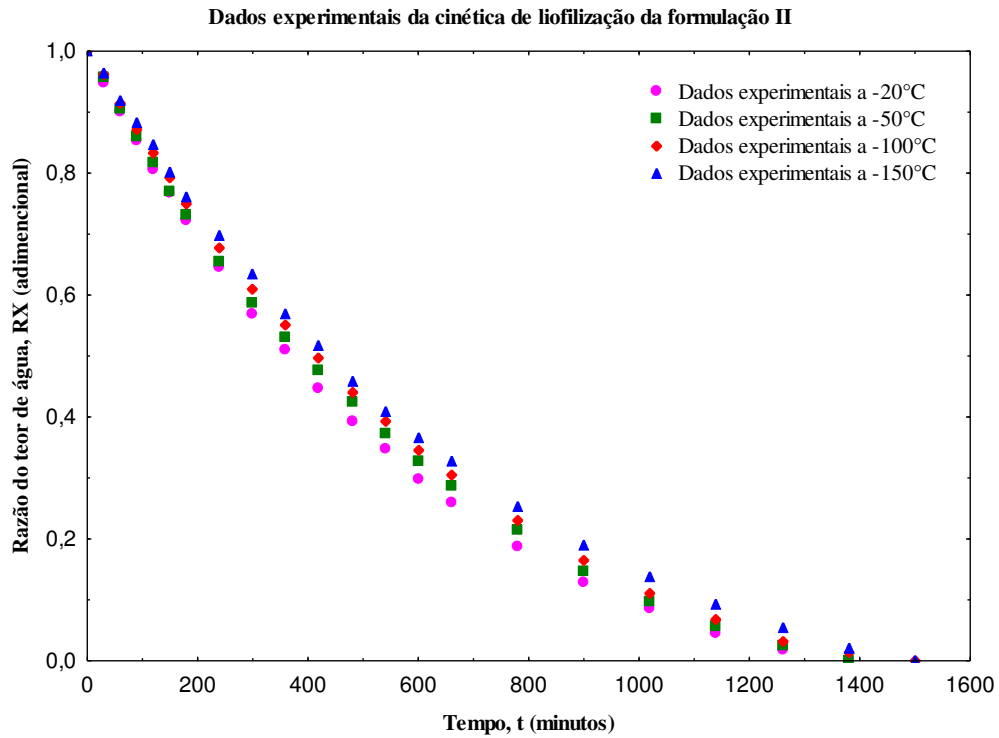
**Figura 39:** Dados experimentais da cinética de liofilização da polpa de umbu pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C.



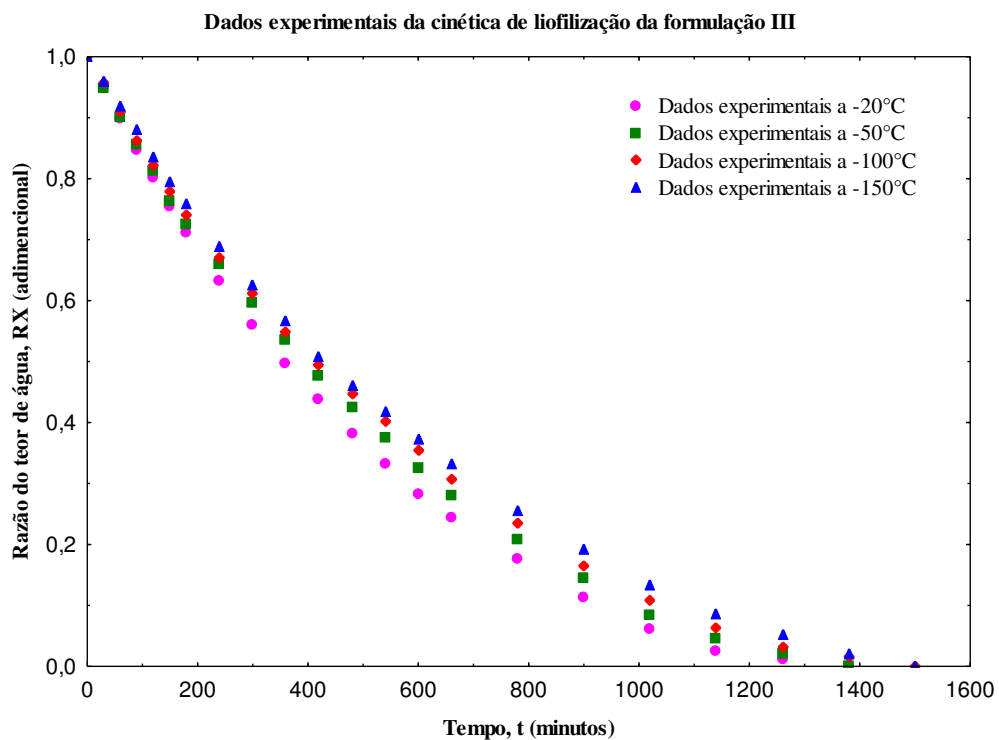
**Figura 40:** Dados experimentais da cinética de liofilização do leite caprino pré congelado a -20, -50, -100 e -150 °C.



**Figura 41:** Dados experimentais da cinética de liofilização da formulação I pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C.

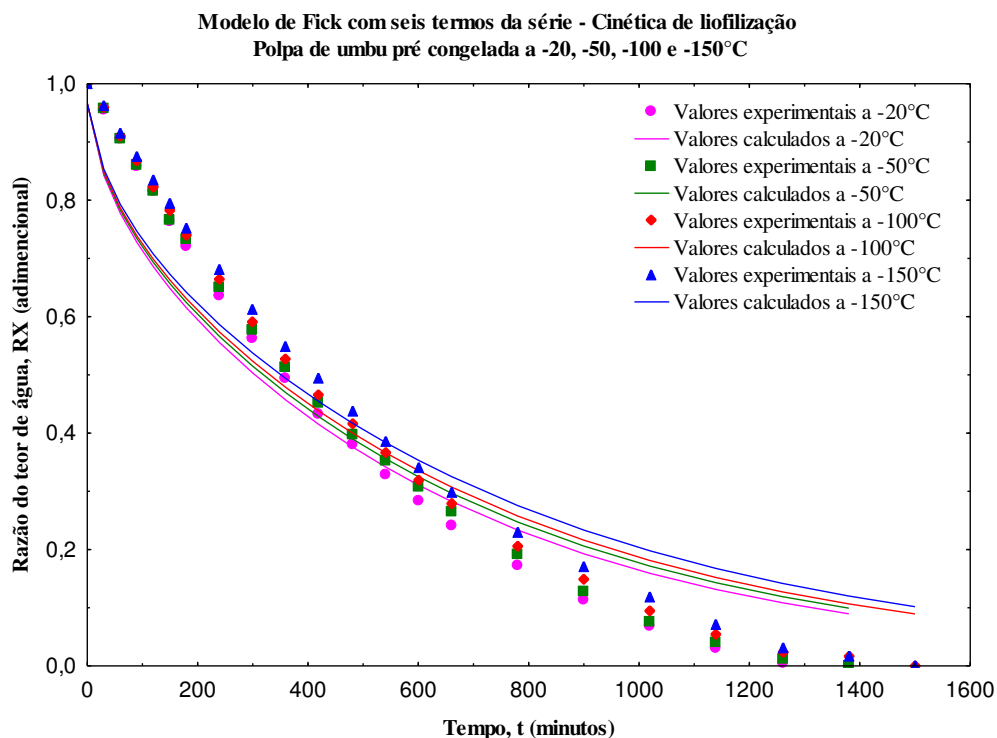


**Figura 42:** Dados experimentais da cinética de liofilização da formulação II pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C.

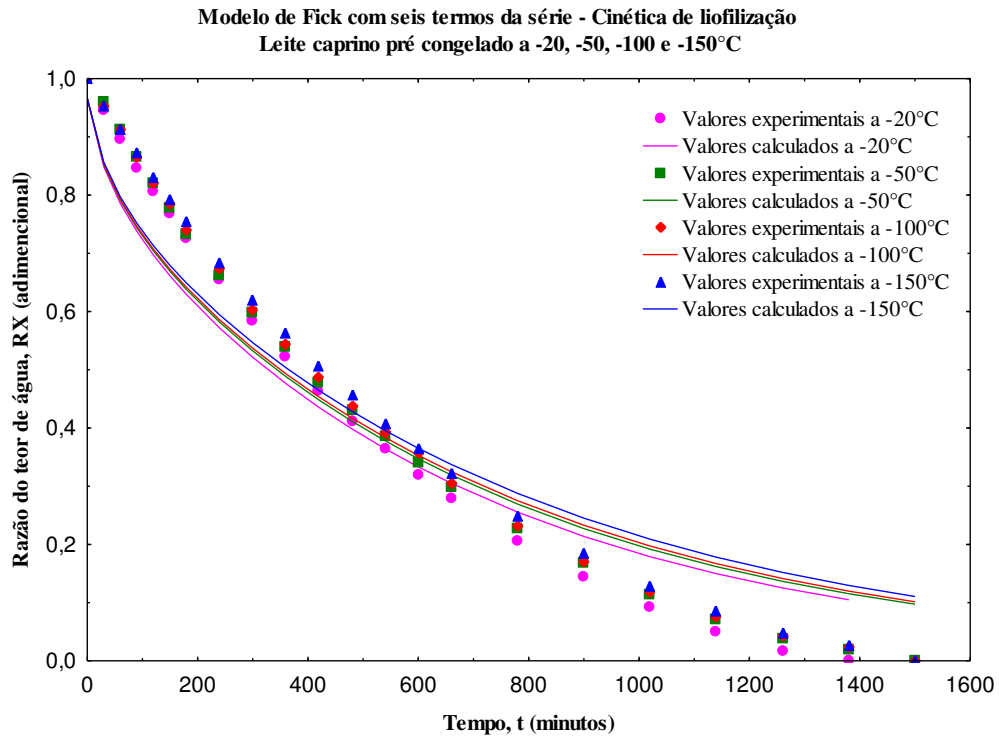


**Figura 43:** Dados experimentais da cinética de liofilização da formulação III pré congelada a -20, -50, -100 e -150 °C.

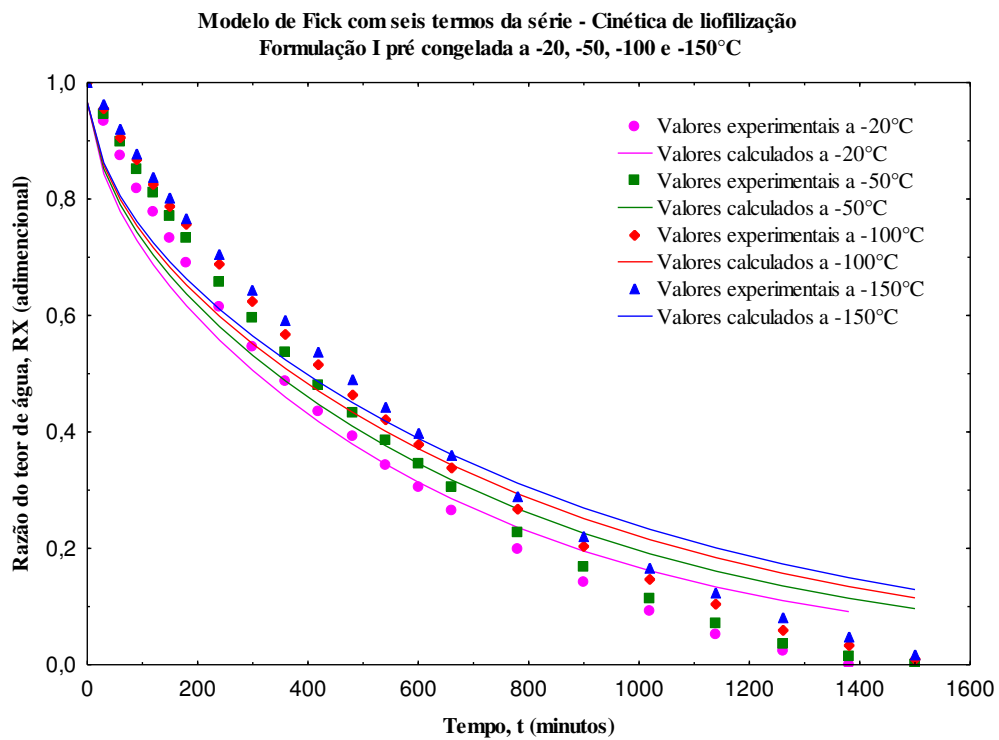
Nas Figuras 44 a 48 temos as curvas de secagem com os valores experimentais e calculados para o modelo de Fick com os 6 termos de série na secagem por liofilização da polpa de umbu, leite caprino e das formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino) nas temperaturas de congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C, observa-se que o tempo de liofilização entre as amostras com diferentes temperaturas de congelamento foram aproximadas, e que com a diminuição da temperatura de congelamento há uma redução da quantidade de água sublimada. Sousa et al. (2021) ao estudar as cinéticas de liofilização de leite de assino nas temperaturas de -20, -60, -100 e -150 °C, obteve um comportamento semelhante, os autores afirmaram que o congelamento rápido, realizado em temperaturas não muito baixas, favorece a formação de cristais de gelo de maior tamanho e conseqüentemente gera maior porosidade, estes fatores são responsáveis por facilitar a remoção da água dos alimentos durante a liofilização.



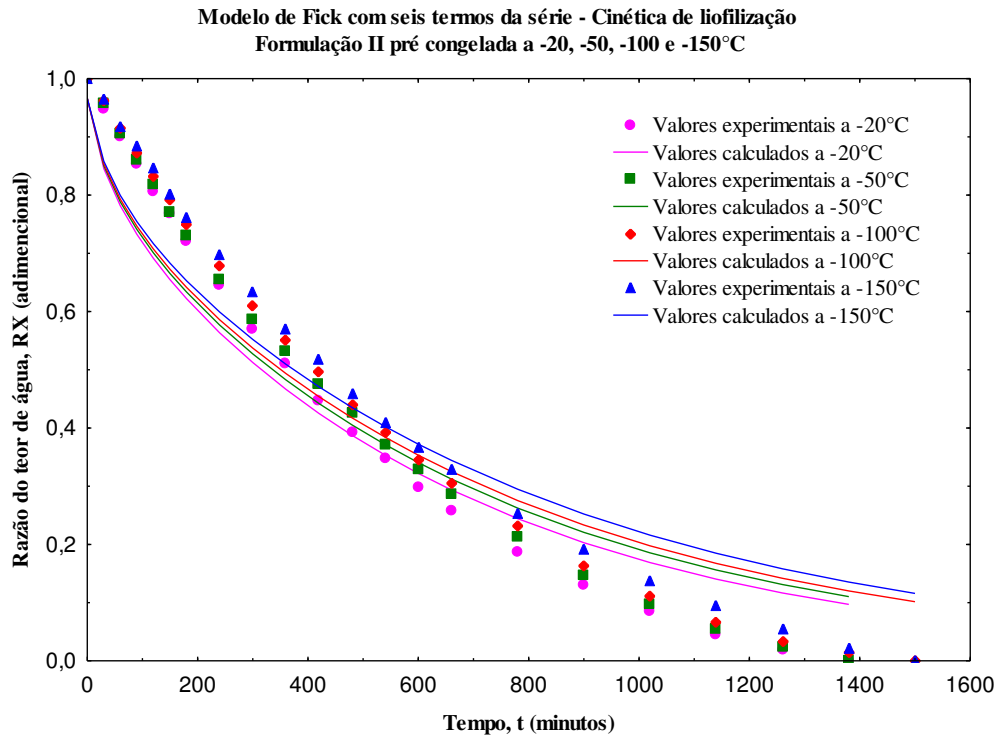
**Figura 44:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série.



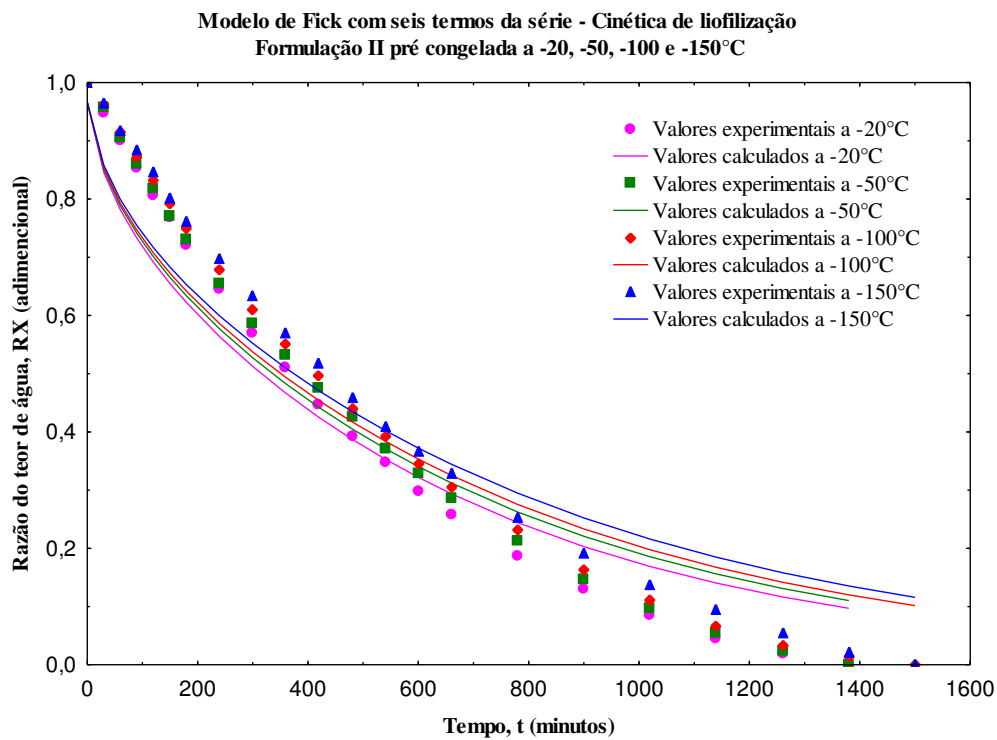
**Figura 45:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série.



**Figura 46:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série.



**Figura 47:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série.



**Figura 48:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Fick com 6 termos da série.

Nas Tabelas 19 a 23 temos os valores da difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ), dos coeficientes de determinação ( $R^2$ ) e dos coeficientes de determinação ajustado ( $R^2a$ ) determinados pelo modelo de Fick do 1º ao 6º termo da série para polpa de umbu, leite caprino e das formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino) nas temperaturas de congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C.

Os valores da difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) variaram de 2,70 a 2,32 x 10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para polpa de umbu, 2,50 a 2,23 x 10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para leite caprino, 2,66 a 2,05 x 10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para formulação I, 2,59 a 2,17 x 10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para formulação II e 2,71 a 2,19 x 10<sup>-9</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para formulação III, observa-se que os valores obtidos pelas amostras para a difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) foram bem próximos não ocorrendo variações significativas. Foi verificada uma correlação entre a temperatura utilizada no pré-congelamento do material e a difusividade de sublimação efetiva, valores superiores de difusividade foram observados em temperaturas mais brandas de congelamento (-20 °C). Comportamento similar foi observado por Vieira (2012) ao estudar a cinética de secagem de fatias de abacaxi pré-congeladas sob as temperaturas de -14, -24 e -34 °C, ao ajustar a solução analítica da Segunda Lei de Fick para placa plana, também obteve o maior valor de difusividade efetiva na maior temperatura de congelamento (-24 °C).

Os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) ficaram acima de 96,33%, o coeficiente de determinação ajustado ( $R^2a$ ) ficaram acima de 96,16%. Com isto, o modelo de Fick ajustou-se satisfatoriamente aos dados experimentais, e observa-se que ao rodar os 6 termos da série do modelo os valores da difusividade de sublimação efetiva, não variaram ocorrendo diferenças mínimas nos valores.



**Tabela 19:** Parâmetros da cinética de liofilização da polpa de umbu pré-congelada, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).

<b>Fick modificado</b>						
<b>T(°C)</b>	<b>1 Termo</b>			<b>2 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,70	94,73	94,45	2,68	96,37	96,18
<b>-50</b>	2,57	94,62	94,33	2,56	96,33	96,14
<b>-100</b>	2,48	94,80	94,54	2,47	96,43	96,25
<b>-150</b>	2,34	94,46	94,18	2,32	96,20	96,01
<b>T(°C)</b>	<b>3 Termos</b>			<b>4 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,68	96,57	96,39	2,68	96,62	96,45
<b>-50</b>	2,55	96,54	96,36	2,55	96,60	96,42
<b>-100</b>	2,46	96,63	96,46	2,46	96,69	96,52
<b>-150</b>	2,32	96,41	96,23	2,32	96,47	96,29
<b>T(°C)</b>	<b>5 Termos</b>			<b>6 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,68	96,65	96,47	2,68	96,60	96,48
<b>-50</b>	2,55	96,62	96,44	2,55	96,63	96,45
<b>-100</b>	2,46	96,71	96,54	2,46	96,72	96,55
<b>-150</b>	2,32	96,49	96,32	2,32	96,50	96,33

**Tabela 20:** Parâmetros da cinética de liofilização do leite caprino pré-congelado, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).

<b>Fick modificado</b>						
<b>T(°C)</b>	<b>1 Termo</b>			<b>2 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,50	94,91	94,64	2,49	96,62	96,44
<b>-50</b>	2,38	94,94	94,69	2,37	96,65	96,48
<b>-100</b>	2,34	94,86	94,61	2,33	96,58	96,41
<b>-150</b>	2,24	94,57	94,30	2,23	96,36	96,17
<b>T(°C)</b>	<b>3 Termos</b>			<b>4 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,48	96,83	96,67	2,48	96,83	96,67
<b>-50</b>	2,37	96,86	96,70	2,37	96,86	96,70
<b>-100</b>	2,32	96,79	96,63	2,32	96,79	96,63
<b>-150</b>	2,23	96,57	96,40	2,23	96,57	96,40
<b>T(°C)</b>	<b>5 Termos</b>			<b>6 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,48	96,91	96,75	2,48	96,93	96,76
<b>-50</b>	2,37	96,93	96,78	2,37	96,94	96,79
<b>-100</b>	2,32	96,87	96,71	2,32	96,88	96,72
<b>-150</b>	2,23	96,65	96,48	2,23	96,66	96,50

**Tabela 21:** Parâmetros da cinética de liofilização da formulação I, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).

<b>Fick modificado</b>						
<b>T(°C)</b>	<b>1 Termo</b>			<b>2 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,66	95,99	95,78	2,65	97,58	97,45
<b>-50</b>	2,39	95,22	94,98	2,38	96,86	96,71
<b>-100</b>	2,19	95,06	94,83	2,18	96,72	96,57
<b>-150</b>	2,07	94,62	94,36	2,06	96,41	96,24
<b>T(°C)</b>	<b>3 Termos</b>			<b>4 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,65	97,78	97,66	2,65	97,84	97,73
<b>-50</b>	2,38	97,07	96,92	2,38	97,12	96,98
<b>-100</b>	2,18	96,93	96,78	2,18	96,98	96,84
<b>-150</b>	2,05	96,63	96,47	2,05	96,69	96,53
<b>T(°C)</b>	<b>5 Termos</b>			<b>6 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,65	97,86	97,75	2,65	97,88	97,76
<b>-50</b>	2,38	97,14	97,00	2,38	97,15	97,01
<b>-100</b>	2,18	97,00	96,86	2,18	97,01	96,87
<b>-150</b>	2,05	96,71	96,55	2,05	96,72	96,57

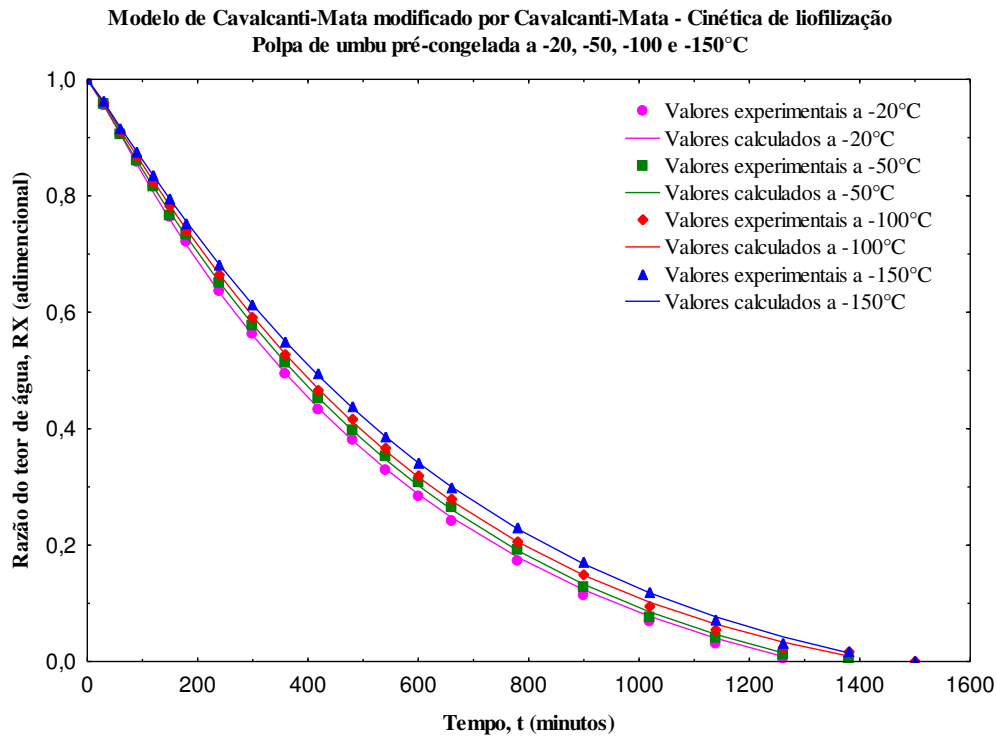
**Tabela 22:** Parâmetros da cinética de liofilização da formulação II, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).

<b>Fick modificado</b>						
<b>T(°C)</b>	<b>1 Termo</b>			<b>2 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,59	94,92	94,65	2,58	96,60	96,42
<b>-50</b>	2,44	94,61	94,32	2,43	96,41	96,22
<b>-100</b>	2,34	94,48	94,20	2,32	96,21	96,02
<b>-150</b>	2,19	94,16	93,88	2,18	96,02	95,83
<b>T(°C)</b>	<b>3 Termos</b>			<b>4 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,58	96,81	96,64	2,58	96,86	96,70
<b>-50</b>	2,42	96,63	96,45	2,42	96,69	96,51
<b>-100</b>	2,32	96,42	96,24	2,32	96,47	96,29
<b>-150</b>	2,17	96,25	96,07	2,17	96,31	96,13
<b>T(°C)</b>	<b>5 Termos</b>			<b>6 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,58	96,88	96,72	2,58	96,89	96,73
<b>-50</b>	2,42	96,71	96,54	2,42	96,72	96,55
<b>-100</b>	2,32	96,49	96,32	2,32	96,50	96,33
<b>-150</b>	2,17	96,33	96,15	2,17	96,34	96,16

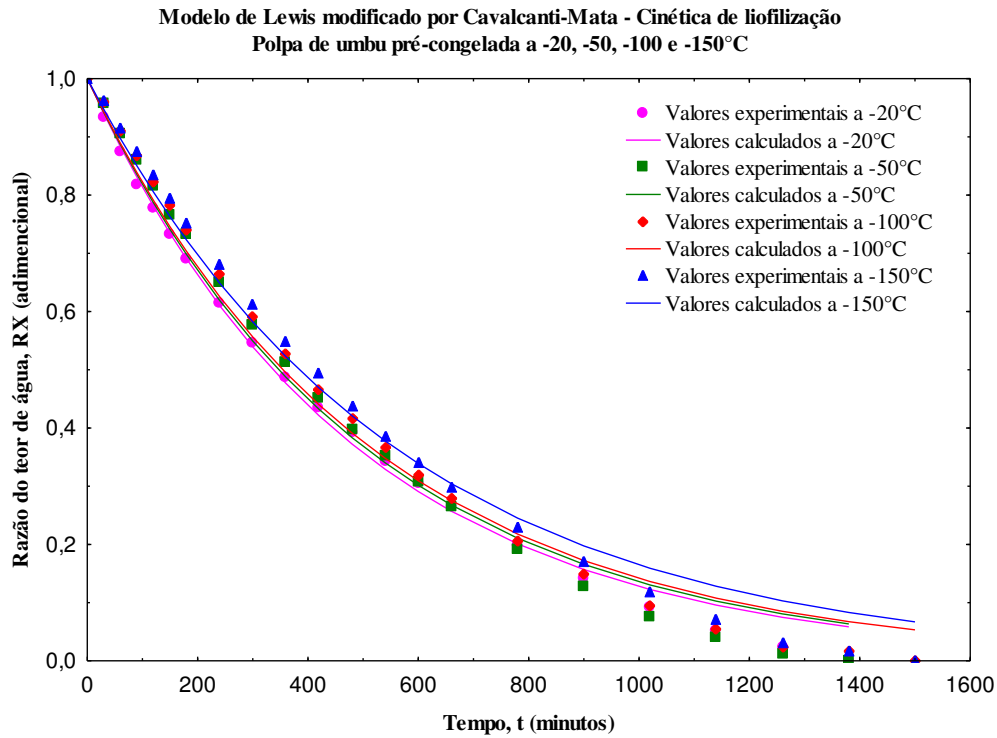
**Tabela 23:** Parâmetros da cinética de liofilização da formulação III, por meio do modelo de Fick até o 6 termo da série, com seus respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) para as quatro temperaturas (-20, -50, -100 e -150 °C).

<b>Fick modificado</b>						
<b>T(°C)</b>	<b>1 Termo</b>			<b>2 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,71	95,01	94,75	2,70	96,61	96,44
<b>-50</b>	2,46	94,66	94,38	2,45	96,40	96,22
<b>-100</b>	2,34	94,72	94,46	2,33	96,43	96,25
<b>-150</b>	2,21	94,34	94,06	2,19	96,18	95,99
<b>T(°C)</b>	<b>3 Termos</b>			<b>4 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,69	96,81	96,64	2,69	96,87	96,70
<b>-50</b>	2,44	96,62	96,44	2,44	96,68	96,50
<b>-100</b>	2,32	96,64	96,47	2,32	96,69	96,52
<b>-150</b>	2,19	96,41	96,23	2,19	96,46	96,29
<b>T(°C)</b>	<b>5 Termos</b>			<b>6 Termos</b>		
	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>	<b>Ds</b> ( $10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ )	<b>R<sup>2</sup></b>	<b>R<sup>2</sup><sub>a</sub></b>
<b>-20</b>	2,69	96,89	96,72	2,69	96,90	96,74
<b>-50</b>	2,44	96,70	96,53	2,44	96,71	96,54
<b>-100</b>	2,32	96,71	96,55	2,32	96,72	96,56
<b>-150</b>	2,19	96,49	96,31	2,19	96,50	96,32

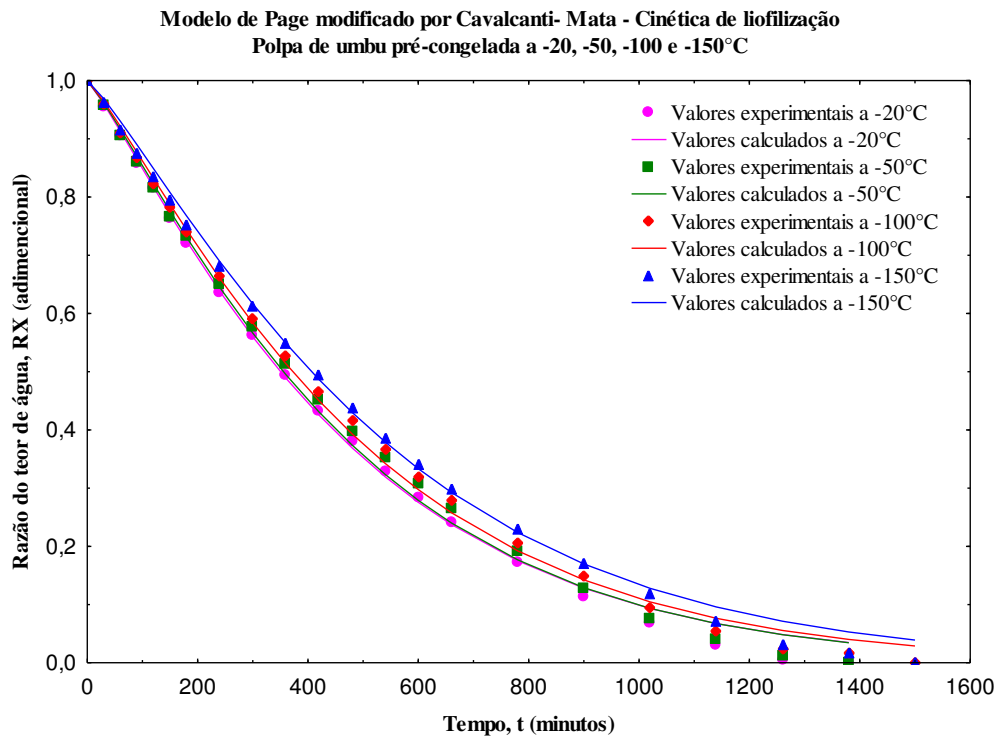
Nas Figuras 49 a 52 apresentam as curvas que relacionam a razão do teor de água (adimensional) e o tempo (minutos) da cinética de liofilização da polpa de umbu, nas temperaturas de congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C para modelo de Cavalcanti Mata, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al. Observa-se que a menor redução de água para a polpa de umbu congelada foi a -150 °C quando comparadas com as demais temperaturas de congelamento.



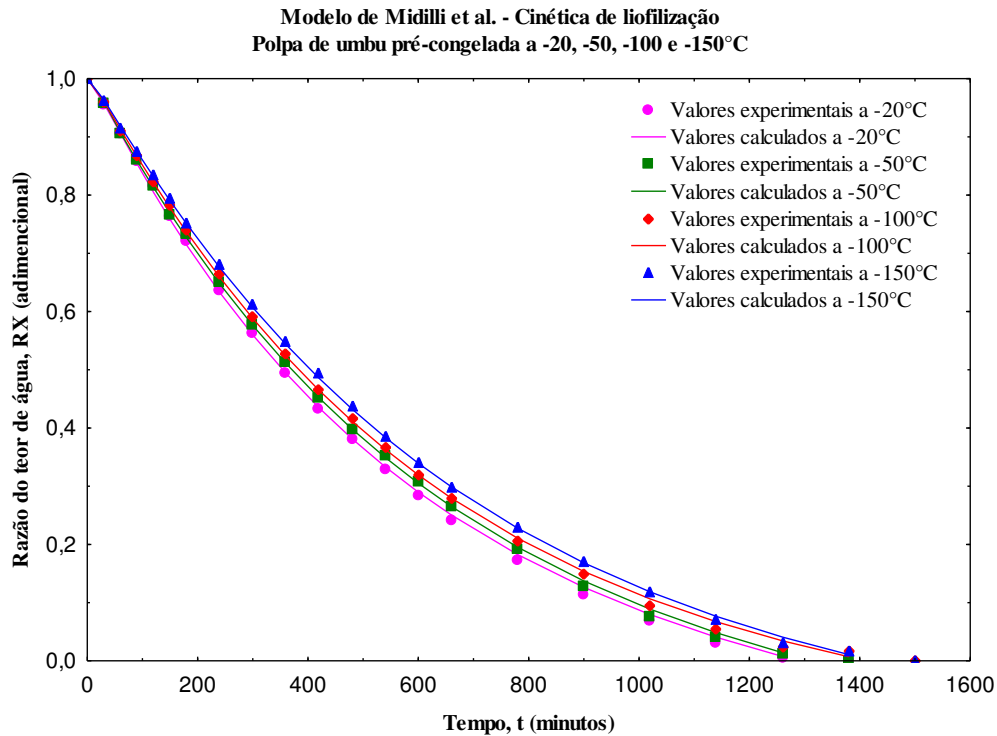
**Figura 49:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 50:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 51:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 52:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.

Na Tabela 24 temos os parâmetros referentes aos modelos de Cavalcanti Mata, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al, com os respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficiente de determinação ajustado ( $R^2a$ ), desvio-padrão da estimativa (SE) e erro médio relativo (P) para polpa de umbu pré- congelada nas temperaturas de -20, -50, -100 e -150 °C.

Observa-se que a difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) apresenta um comportamento decrescente com a diminuição da temperatura de congelamento, fato esse também observado para o modelo de Midilli et al. com a constante de sublimação ( $K_s$ ). Os valores da difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) variaram de 3,04 a  $1,64 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Cavalcanti Mata, 5,67 a  $4,83 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Lewis Modificado, 2,17 a  $1,67 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Page Modificado, e a constate de sublimação variou de 0,0012 a 0,0019 para o modelo de Midilli et al.

Vê-se que para todos os modelos estudados, os coeficientes de determinação ( $R^2$ ) ficaram acima de 99,42% e o erro P abaixo de 6,695, com base nesses resultados pode-se dizer que todos os modelos tiveram bom ajuste aos dados obtidos experimentalmente em todas as temperaturas de congelamento (-20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C). No entanto, observando os coeficientes de determinação ( $R^2$ ), o DQM e erro médio P para cada



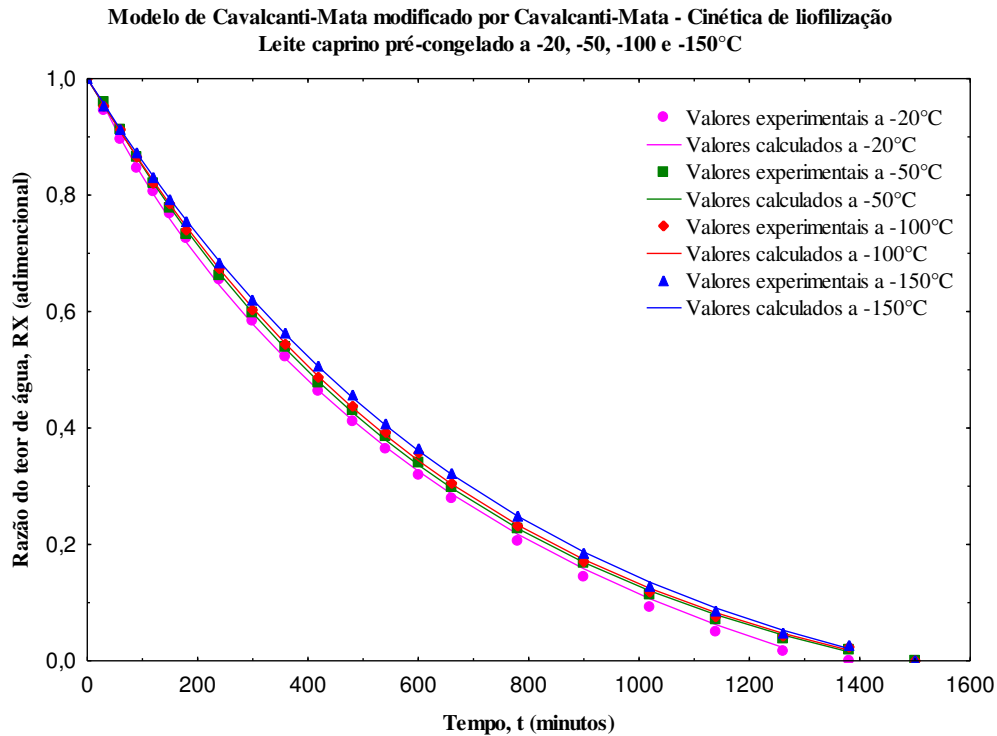
modelo analisado, verifica-se que para a cinética de liofilização da polpa de umbu na temperatura de congelamento de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C os modelos que melhor se ajustaram aos dados foram os de Cavalcanti Mata e de Midili, apresentando valores de R<sup>2</sup> acima de 99,97 e 99,95%, respectivamente e os menores valores de P para todas as temperaturas estudadas.

No momento em que os parâmetros estatísticos são estudados em conjunto, podem dimensionar a qualidade do ajuste dos modelos aos dados experimentais. Coeficientes de determinação superiores a 0,95 indicam que o modelo apresenta elevada confiabilidade para prever com precisão o comportamento do produto com relação ao processo avaliado. Contudo, este parâmetro deve ser avaliado simultaneamente com outros parâmetros como o qui-quadrado ( $\chi^2$ ) e desvio quadrático médio (DQM), em que valores de R<sup>2</sup> próximos a 1 e valores de  $\chi^2$  e DQM próximos a 0 indicam maior eficiência do modelo matemático na descrição do processo (ALVES et al., 2019; KENENI et al., 2019).

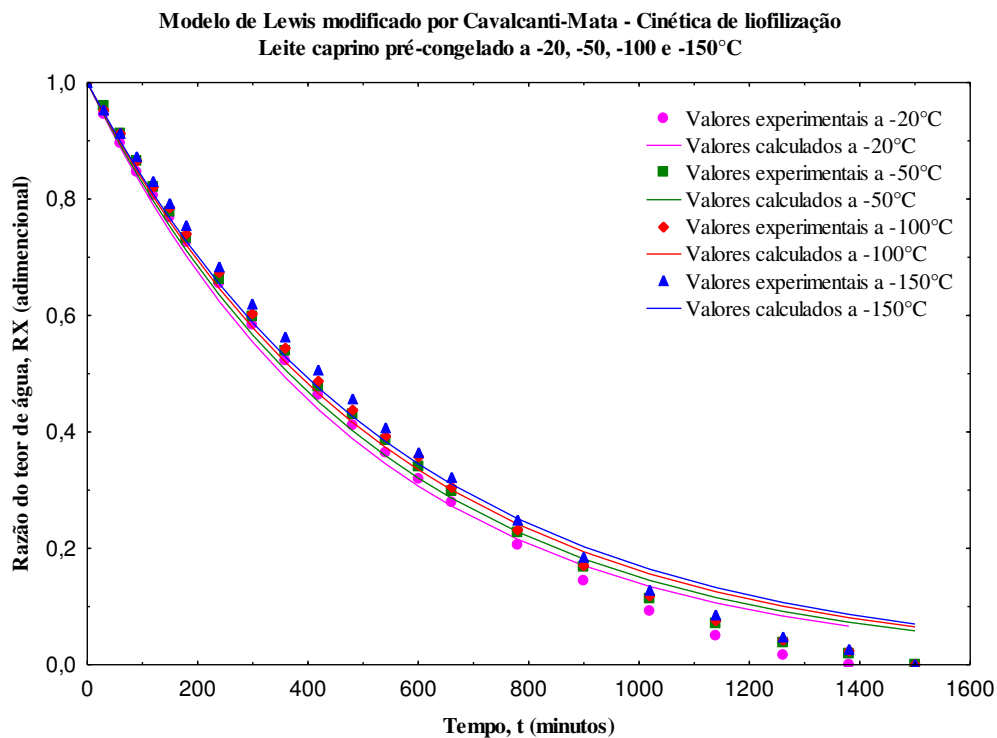
**Tabela 24:** Dados experimentais da secagem por liofilização da polpa de umbu pré-congelada utilizando-se os modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.

<b>Cavalcanti-Mata modificado</b>										
T (°C)	a <sub>1</sub>	D <sub>s</sub> (10 <sup>-9</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	n <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	n <sub>2</sub>	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM
-20 °C	1,151	3,04	0,9884	-0,1334	0,00001	99,96	99,95	1,336	0,054	0,0059
-50 °C	1,200	2,72	0,9787	-0,1995	0,25208	99,99	99,98	0,005	0,078	2,57E-05
-100 °C	1,124	1,71	1,0555	-0,1260	0,00022	99,99	99,98	0,053	0,088	0,0007
-150 °C	1,109	1,64	1,0670	-0,1105	0,00001	99,99	99,99	0,019	0,091	1,98E-05
<b>Lewis modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )				R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	5,67				99,46	99,44	1,002	0,049	0,0044	
-50 °C	5,50				99,45	99,43	1,103	0,070	0,0050	
-100 °C	5,33				99,47	99,45	2,838	0,079	0,0136	
-150 °C	4,83				99,42	99,39	2,582	0,082	0,0027	
<b>Page modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )		n		R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	2,17		1,1510		99,87	99,85	6,695	0,049	0,0299	
-50 °C	2,00		1,1664		99,82	99,80	0,977	0,071	0,0044	
-100 °C	1,83		1,1720		99,87	99,85	0,447	0,081	0,0021	
-150 °C	1,67		1,1824		99,78	99,76	6,521	0,084	0,0068	
<b>Midilli et al.</b>										
T (°C)	a	k <sub>s</sub>	n	b	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	1,020	0,0019	0,9925	-0,00007	99,97	99,97	1,955	0,052	0,00875	
-50 °C	1,008	0,0015	1,0241	-0,00007	99,97	99,96	0,623	0,075	0,00285	
-100 °C	1,009	0,0013	1,0380	-0,00005	99,98	99,97	0,151	0,085	0,00128	
-150 °C	1,008	0,0012	1,0431	-0,00006	99,98	99,98	1,749	0,084	0,00224	

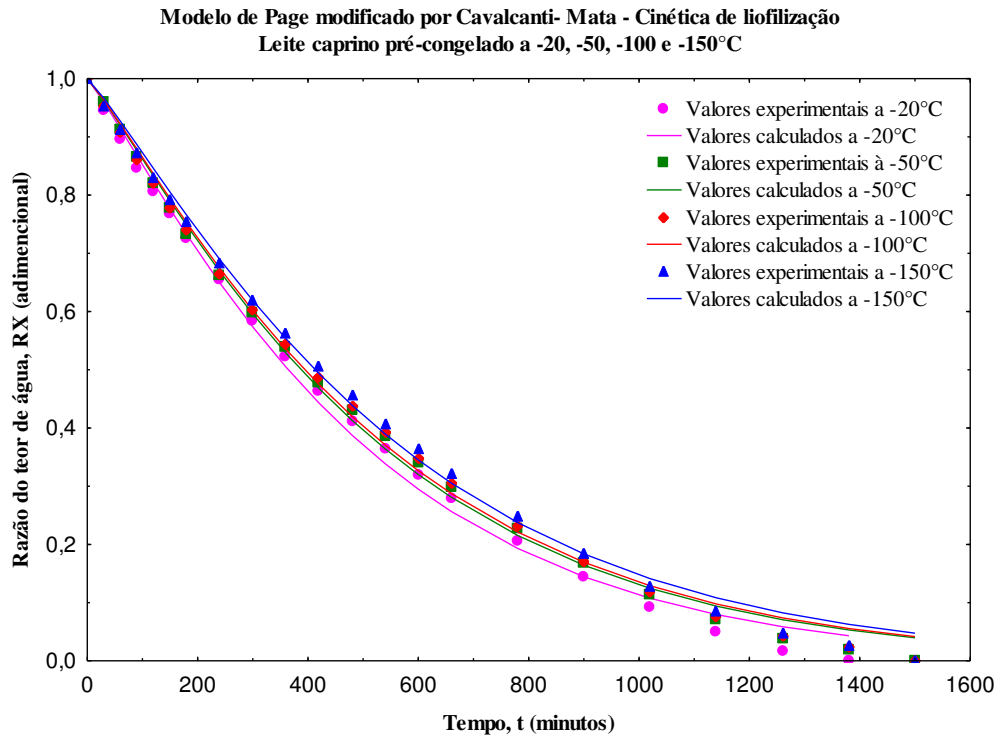
Nas Figuras 53 a 56 apresentam-se as curvas de cinética de liofilização do leite caprino congeladas nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C, com ajuste dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al., respectivamente. Verifica-se que a remoção de água foi mais lenta no leite caprino congelado nas temperaturas mais baixas de -100°C e -150°C, e que a maior perda de água se deu para as amostras na temperatura de congelamento lento, a -20°C.



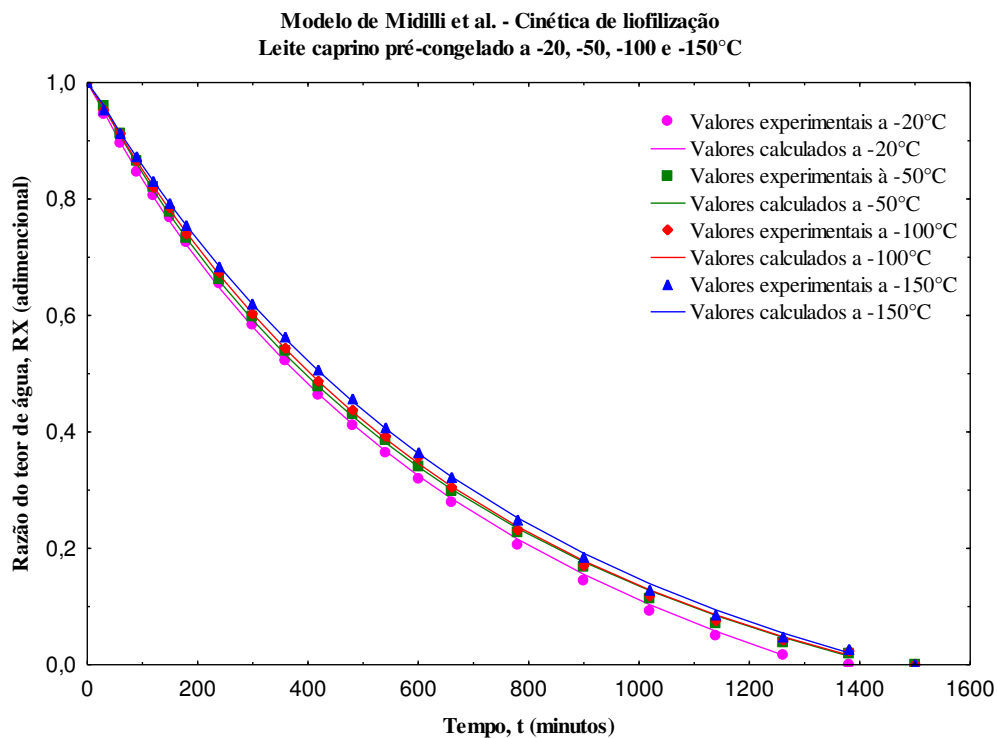
**Figura 53:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 54:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 55:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 56:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.

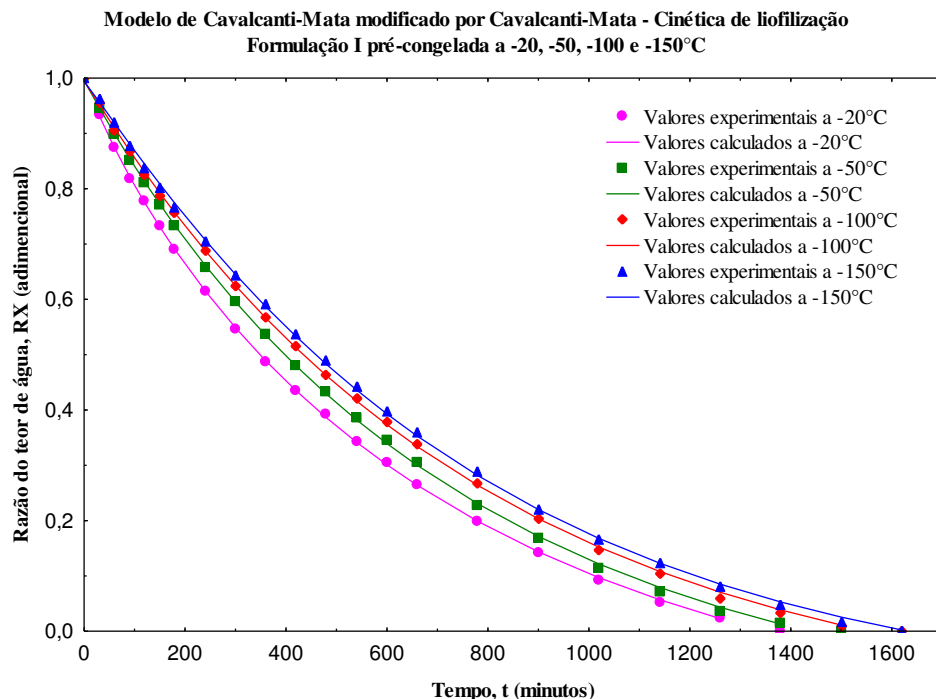
Na Tabela 25 encontram-se relacionados os parâmetros e coeficientes dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al, com os respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficiente de determinação ajustado ( $R^2a$ ), desvio-padrão da estimativa (SE) e erro médio relativo (P), para cinética de liofilização do leite caprino nas temperaturas de pré-congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C.

Observa-se nesta Tabela que nas temperaturas de congelamento de -20 a -150 °C os valores da difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) variaram de 4,78 a  $1,98 \times 10^{-9}$  m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para Cavalcanti Mata, 5,33 a  $4,83 \times 10^{-12}$  m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para Lewis Modificado, 2,33 a  $1,83 \times 10^{-12}$  m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> para Page Modificado, e a constante de sublimação variou de 0,0014 a 0,0024 para o modelo de Midilli et al., portando a sublimação ocorreu de forma mais lenta nas temperaturas menores de congelamento. Todos os modelos adequaram-se bem aos dados experimentais, pois os coeficientes de determinação estão acima de 99,46%, coeficiente de determinação ajustado acima de 99,43%, os valores de P abaixo de 5,967, SE abaixo de 0,088 e DQM abaixo de 0,0819.

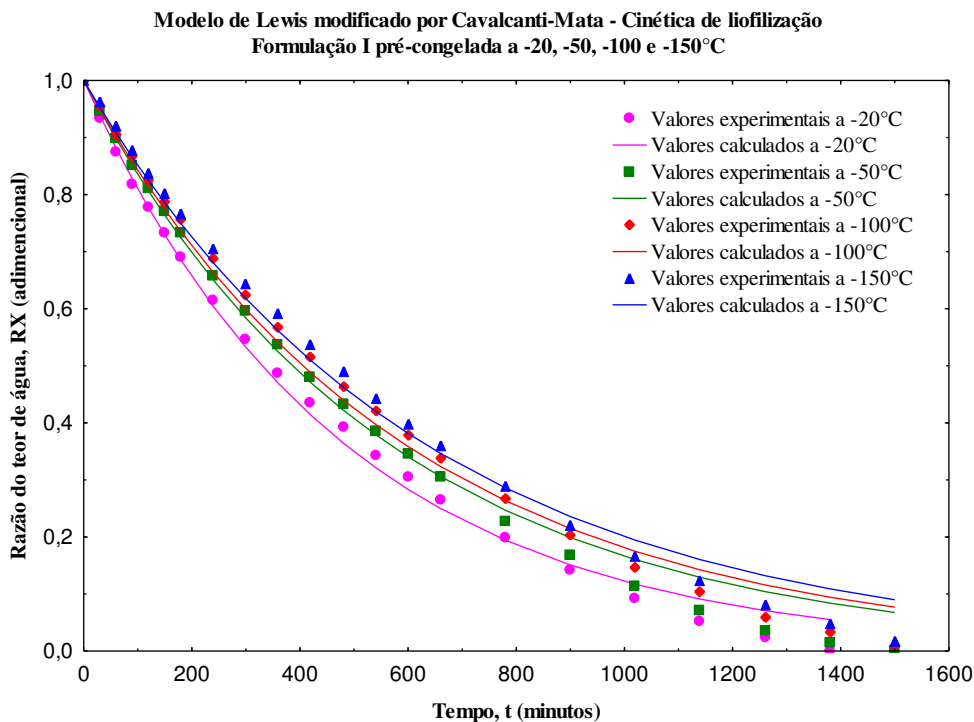
**Tabela 25:** Dados experimentais da secagem por liofilização do leite caprino pré-congelado utilizando-se os modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.

<b>Cavalcanti-Mata modificado</b>										
T (°C)	a <sub>1</sub>	D <sub>s</sub> (10 <sup>-9</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	n <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	n <sub>2</sub>	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM
-20 °C	1,292	4,78	0,8770	-0,2739	0,000015	99,96	99,94	2,514	0,054	0,0116
-50 °C	1,158	2,68	0,9780	-0,1631	0,000024	99,99	99,98	0,010	0,076	4,24E-05
-100 °C	1,161	2,32	0,9877	-0,1657	0,000003	99,98	99,98	0,051	0,089	0,0006
-150 °C	1,154	1,98	1,0183	-0,1574	0,000004	99,99	99,99	0,138	0,091	0,0002
<b>Lewis modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )				R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	5,33				99,52	99,49	0,090	0,048	0,0004	
-50 °C	5,17				99,55	99,53	3,285	0,068	0,0160	
-100 °C	5,00				99,54	99,52	1,788	0,079	0,0793	
-150 °C	4,83				99,46	99,43	1,207	0,082	0,0819	
<b>Page modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )		n		R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	2,33		1,1354		99,78	99,75	2,237	0,049	0,0103	
-50 °C	2,17		1,1374		99,84	99,82	4,247	0,069	0,0207	
-100 °C	2,00		1,1399		99,83	99,81	5,730	0,081	0,0282	
-150 °C	1,83		1,1488		99,81	99,79	5,967	0,084	0,0064	
<b>Midilli et al.</b>										
T (°C)	a	k <sub>s</sub>	n	b	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	1,011	0,0024	0,9306	-0,00010	99,97	99,96	1,158	0,005	0,00535	
-50 °C	1,021	0,0023	0,9401	-0,00008	99,97	99,96	0,648	0,073	0,00125	
-100 °C	1,006	0,0016	0,9935	-0,00007	99,98	99,98	0,285	0,086	1,05E-05	
-150 °C	1,003	0,0014	1,0066	-0,00008	99,99	99,98	0,834	0,088	0,00007	

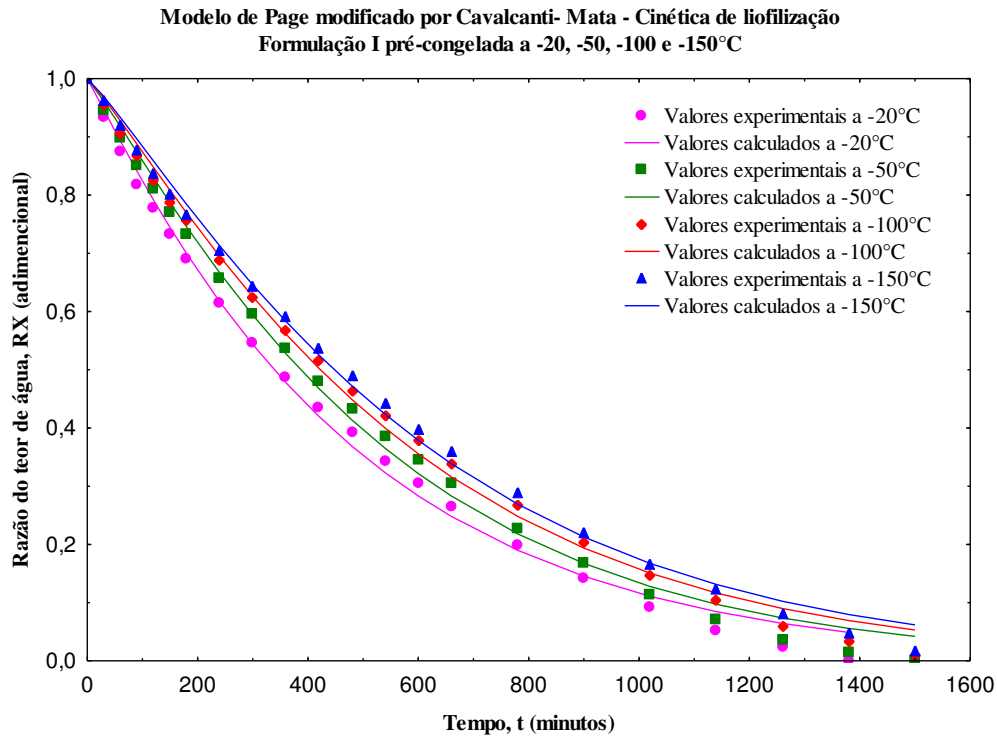
Nas Figuras 57 a 60 apresentam-se as curvas de cinética de liofilização da formulação I (40% polpa de umbu + 60% leite caprino) pré-congeladas nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C, com ajuste dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al., respectivamente. Observa-se que o tempo de secagem para a formulação I nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C foi de 23h, 25h, 27h e 27h, respectivamente, e que ocorre uma maior redução do teor de água com a redução da temperatura de congelamento das amostras.



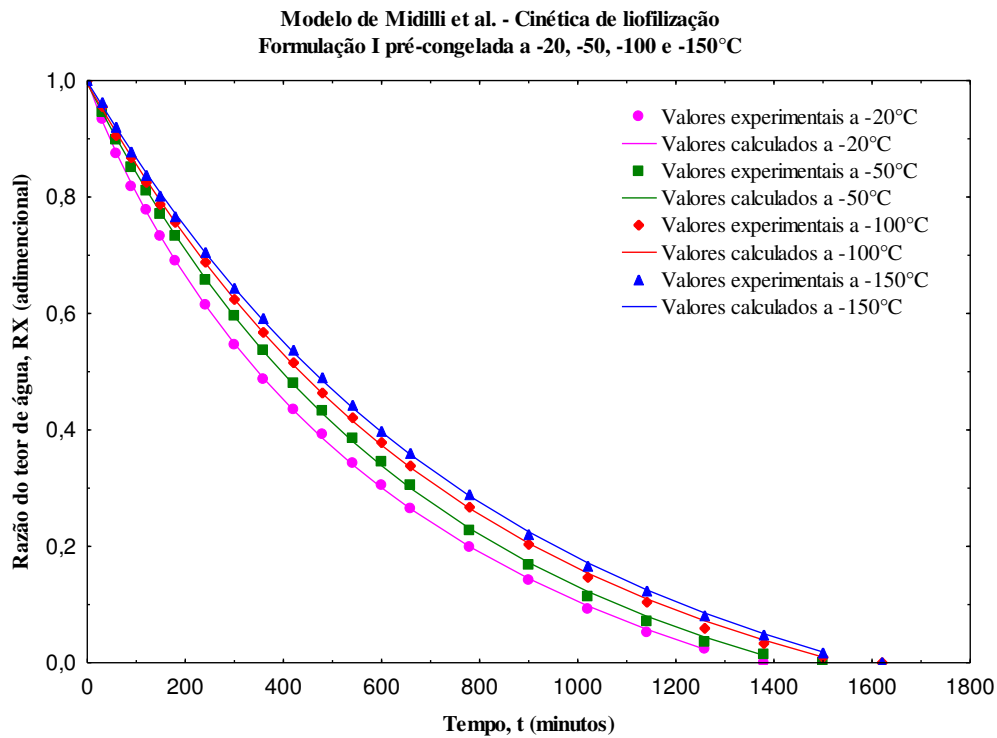
**Figura 57:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 58:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 59:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 60:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.



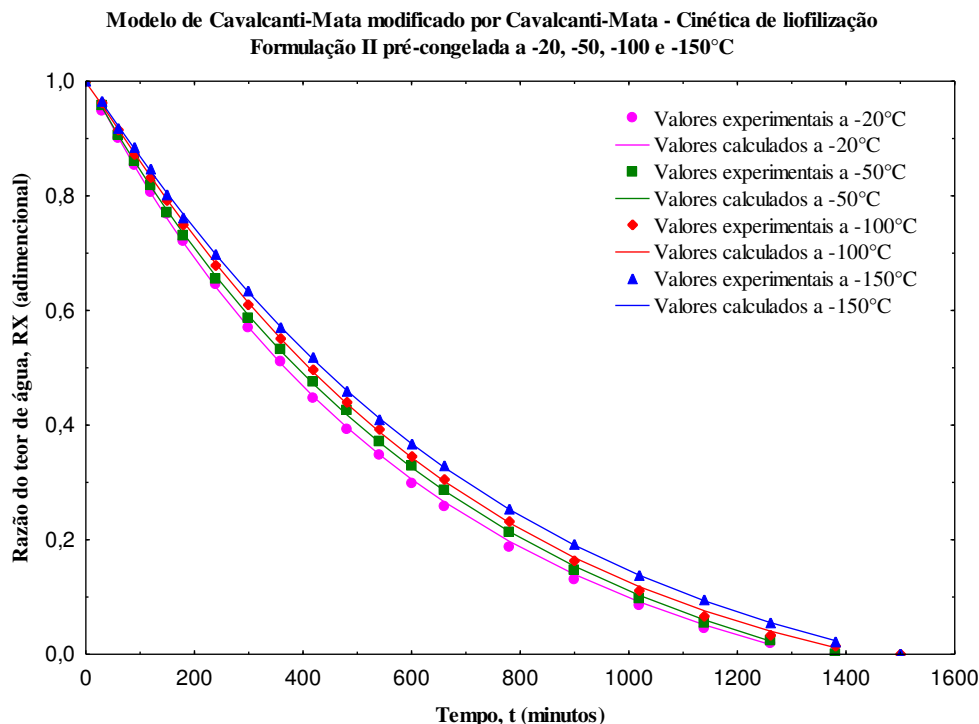
Na Tabela 26 encontram-se relacionados os parâmetros e coeficientes dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al, com os respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), desvio-padrão da estimativa (SE) e erro médio relativo (P), para cinética de liofilização da formulação I (40% polpa de umbu + 60% leite caprino) nas temperaturas de pré- congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C. Contata-se nesta Tabela, que a difusividade de sublimação efetiva (DS) demonstrou uma diminuição na taxa de sublimação com a redução da temperatura de congelamento, o mesmo ocorreu para o modelo de Midilli et al. com a constante de sublimação (Ks).

Observa-se nesta Tabela que nas temperaturas de congelamento de -20 a -150 °C os valores da difusividade de sublimação efetiva (Ds) variaram de 5,18 a  $1,65 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Cavalcanti Mata, 5,65 a  $4,33 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Lewis Modificado, 4,17 a  $1,67 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Page Modificado, e a constate de sublimação variou de 0,0012 a 0,0030 para o modelo de Midilli et al., sendo assim a remoção da água ocorreu de forma mais rápida na temperatura mais alta de congelamento (-20 °C). De acordo com os modelos estudados, os coeficientes de determinação ajustados ( $R^2_a$ ) ficaram acima de 99,44%; P abaixo de 7,294, SE e DQM abaixo de 0,094 e 0,0338, respectivamente, constatando-se que os modelos demonstraram um bom ajustes aos dados experimentais.

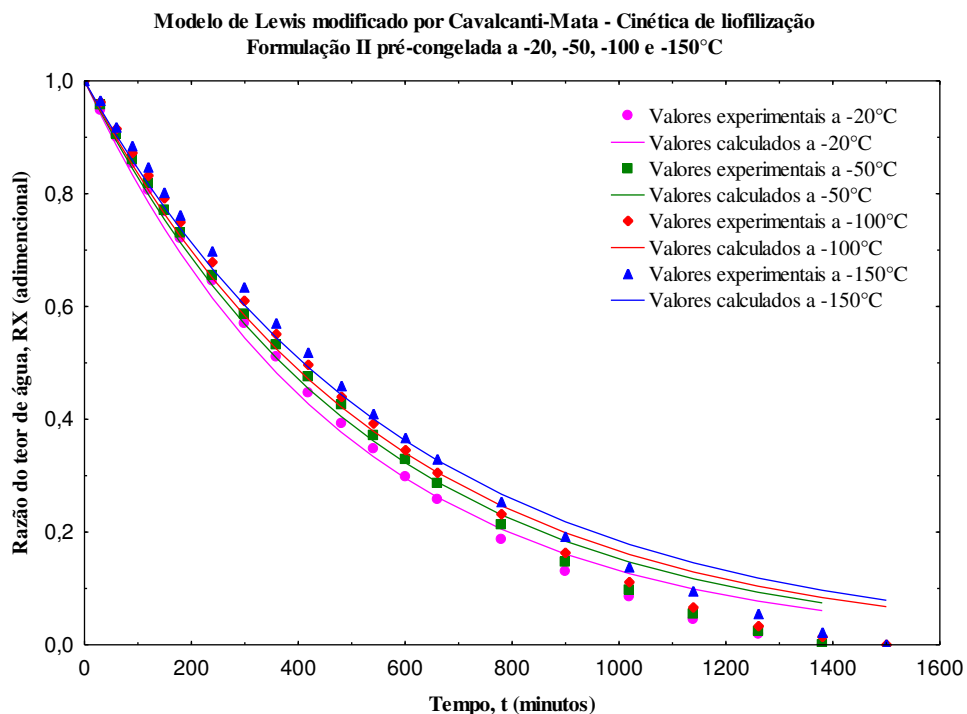
**Tabela 26:** Dados experimentais da secagem por liofilização da formulação I pré-congelada utilizando-se os modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.

<b>Cavalcanti-Mata modificado</b>										
T (°C)	a <sub>1</sub>	D <sub>s</sub> (10 <sup>-9</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	n <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	n <sub>2</sub>	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM
-20 °C	1,203	5,18	0,8831	-0,2034	0,00003	99,99	99,99	0,028	0,088	0,0001
-50 °C	1,158	2,68	0,9780	-0,1631	0,00002	99,98	99,98	0,026	0,094	0,0036
-100 °C	1,147	2,17	1,0006	-0,1522	0,00001	99,98	99,98	0,096	0,089	0,0018
-150 °C	1,128	1,65	1,0410	-0,1276	0,00001	99,99	99,98	0,155	0,090	0,0006
<b>Lewis modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )				R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	5,67				99,74	99,72	1,910	0,078	0,0085	
-50 °C	5,17				99,57	99,55	1,611	0,087	0,0078	
-100 °C	4,67				99,52	99,50	2,884	0,080	0,0154	
-150 °C	4,33				99,47	99,44	2,981	0,081	0,0037	
<b>Page modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )		n		R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	4,17		1,0478		99,77	99,75	6,036	0,080	0,0268	
-50 °C	2,33		1,1223		99,78	99,75	7,294	0,089	0,0338	
-100 °C	1,83		1,1401		99,78	99,76	6,496	0,082	0,0300	
-150 °C	1,67		1,1505		99,79	99,77	5,862	0,083	0,0059	
<b>Midilli et al.</b>										
T (°C)	a	k <sub>s</sub>	n	b	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	0,999	0,0030	0,9145	-0,00008	99,94	99,93	0,012	0,085	5,45E-05	
-50 °C	0,994	0,0015	1,0038	-0,00006	99,98	99,98	0,031	0,094	0,00125	
-100 °C	0,994	0,0013	1,0162	-0,00006	99,98	99,98	0,029	0,087	0,00189	
-150 °C	0,998	0,0012	1,0172	-0,00007	99,99	99,99	0,016	0,088	0,00028	

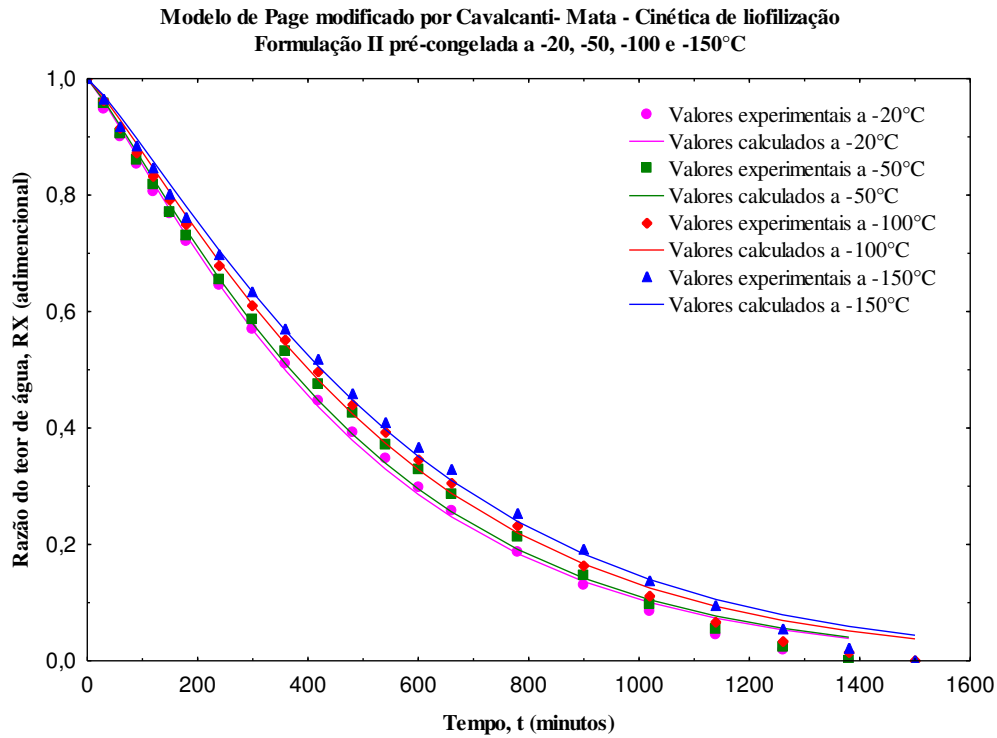
Nas Figuras 61 a 64 apresentam-se as curvas de cinética de liofilização da formulação II (50% polpa de umbu + 50% leite caprino) pré-congeladas nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C, com ajuste dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al., respectivamente. Analisando essas Figuras observa-se que na secagem de sublimação ocorre uma maior remoção de água na formulação II congelada a -20 °C, seguida das temperaturas de -50 e -100 °C, e que na temperatura de congelamento a -150 °C houve uma diminuição da taxa de sublimação do gelo contido na amostra.



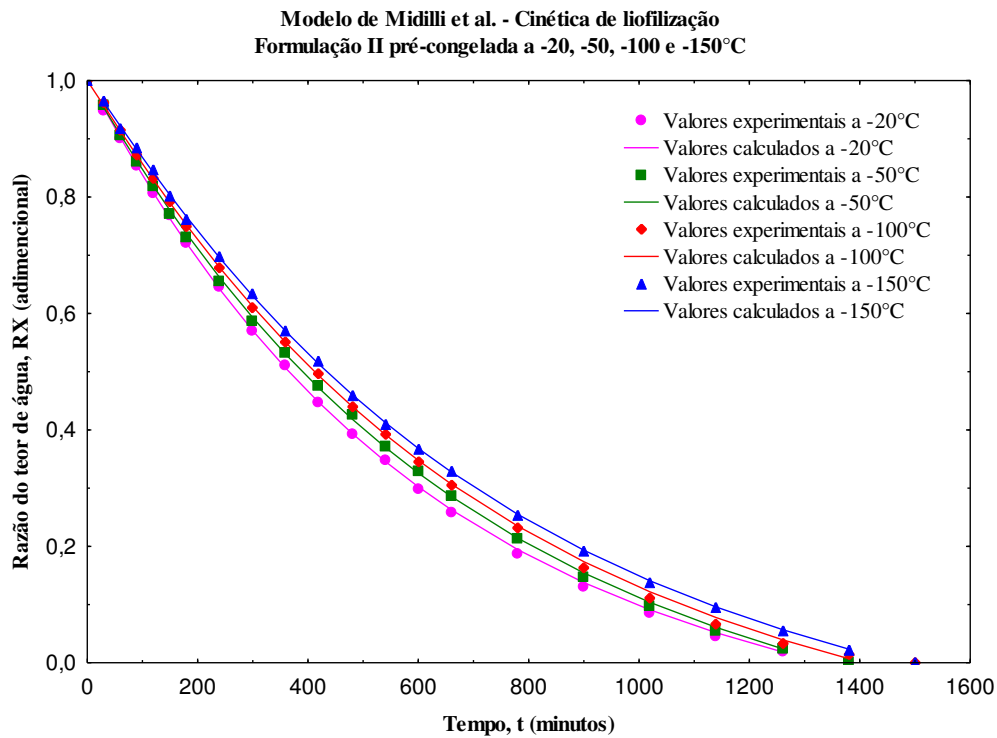
**Figura 61:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 62:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 63:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.



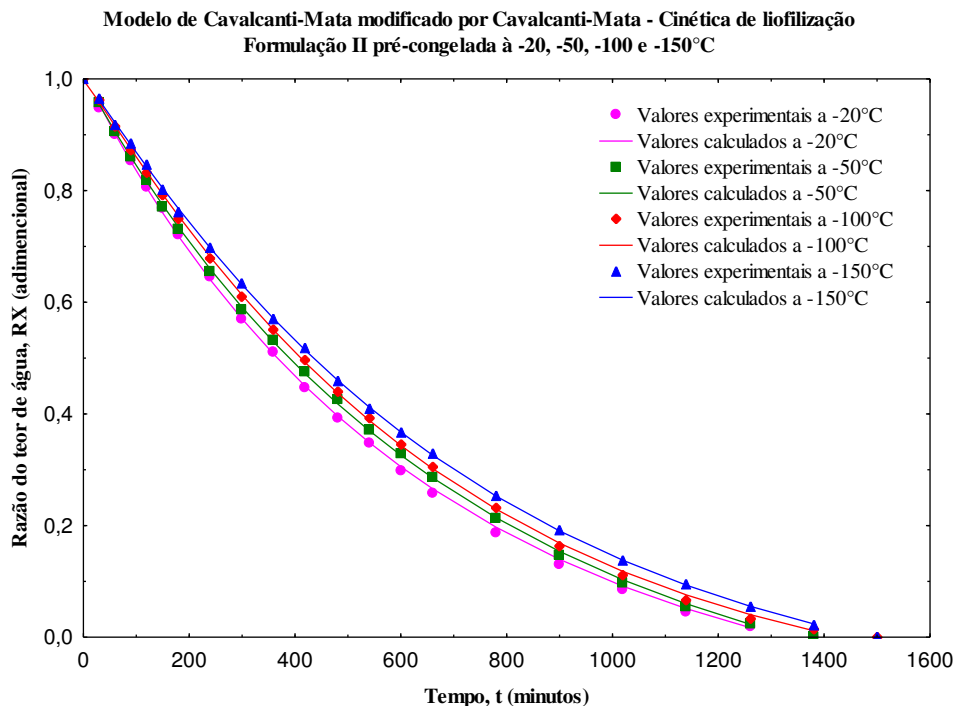
**Figura 64:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.

Na Tabela 27 observa-se os parâmetros e coeficientes dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al, com os respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), desvio-padrão da estimativa (SE) e erro médio relativo (P), para cinética de liofilização da formulação II (50% polpa de umbu + 50% leite caprino) nas temperaturas de pré- congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C. Analisando esta Tabela é possível observar que a difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) apresentou uma diminuição na taxa de sublimação com a redução da temperatura de congelamento, ocorrendo o mesmo para a constante de sublimação ( $K_s$ ) no modelo de Midilli et al. Verifica-se que nas temperaturas de congelamento de -20 a -150°C os valores da difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) variaram de 3,35 a  $1,67 \times 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Cavalcanti Mata, 5,50 a  $4,67 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Lewis Modificado, 2,17 a  $1,33 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para Page Modificado, e a constante de sublimação variou de 0,0010 a 0,0015 para o modelo de Midilli et al., portando a sublimação ocorreu de forma mais lenta nas temperaturas menores de congelamento. De acordo com os modelos estudados, os coeficientes de determinação ajustados ( $R^2_a$ ) ficaram acima de 99,35%; P abaixo de 5,728, SE e DQM abaixo de 0,088 e 0,0283, respectivamente, constatando-se que os modelos demonstraram um bom ajustes aos dados experimentais.

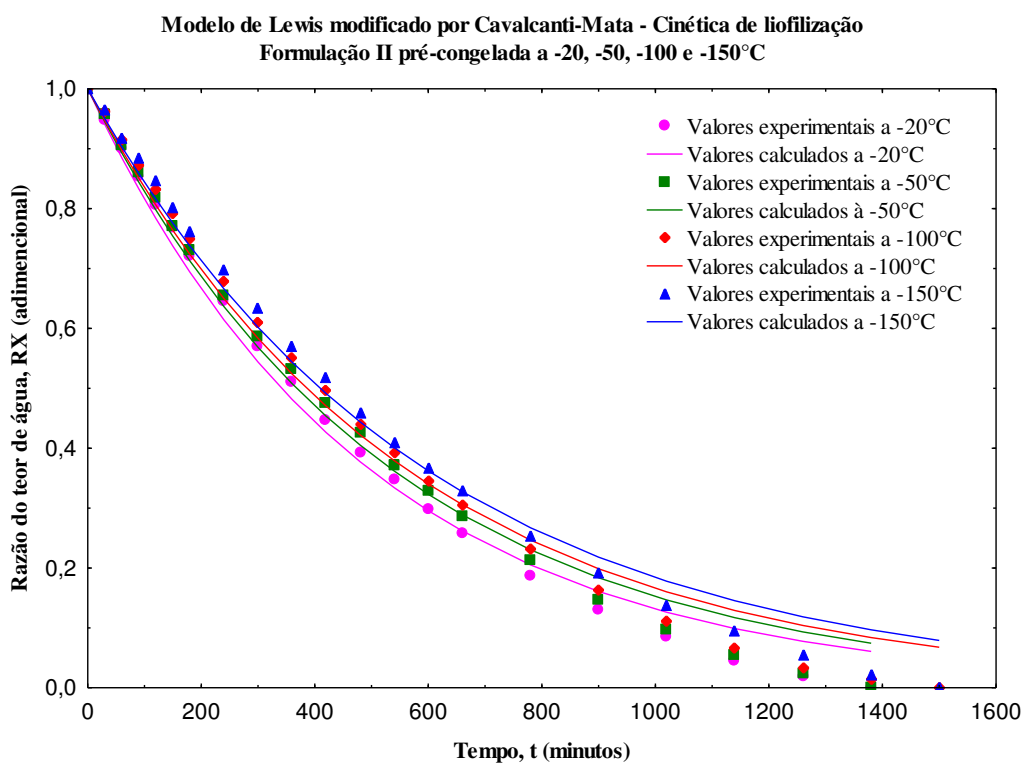
**Tabela 27:** Dados experimentais da secagem por liofilização da formulação II pré-congelada utilizando-se modelos de Cavalcanti-Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al.

<b>Cavalcanti-Mata modificado</b>										
T (°C)	a <sub>1</sub>	D <sub>s</sub> (10 <sup>-9</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	n <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	n <sub>2</sub>	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM
-20 °C	1,178	3,35	0,9585	-0,1657	0,00002	99,98	99,97	1,753	0,084	0,00798
-50 °C	1,200	2,72	0,9787	-0,1995	0,25208	99,99	99,99	0,013	0,084	6,13E-05
-100 °C	1,124	1,70	1,0555	-0,1260	0,00023	99,99	99,98	0,033	0,088	0,0001
-150 °C	1,143	1,67	1,0464	-0,1439	0,10654	99,99	99,99	0,002	0,082	2,37E-07
<b>Lewis modificado por Cavalcanti-Mata</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )				R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	5,50				99,56	99,54	0,149	0,073	0,0006	
-50 °C	5,17				99,48	99,45	4,483	0,075	0,0210	
-100 °C	4,83				99,38	99,35	3,879	0,079	0,0192	
-150 °C	4,67				99,38	99,35	3,015	0,074	0,0032	
<b>Page modificado por Cavalcanti-Mata</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )		n		R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	2,17		1,1475		99,87	99,85	5,171	0,075	0,0235	
-50 °C	2,00		1,1593		99,76	99,73	5,228	0,076	0,0245	
-100 °C	1,67		1,1779		99,83	99,81	5,728	0,081	0,0283	
-150 °C	1,33		1,1934		99,85	99,84	4,829	0,080	0,0052	
<b>Midilli et al.</b>										
T (°C)	A	k <sub>s</sub>	n	b	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	1,005	0,0015	1,0187	-0,00006	99,99	99,99	1,125	0,079	0,0051	
-50 °C	1,000	0,0013	1,0300	-0,00007	99,99	99,98	0,913	0,081	0,0042	
-100 °C	1,000	0,0012	1,0400	-0,00007	99,98	99,97	0,114	0,086	0,0005	
-150 °C	1,003	0,0010	1,0490	-0,00006	99,99	99,99	0,315	0,076	0,0003	

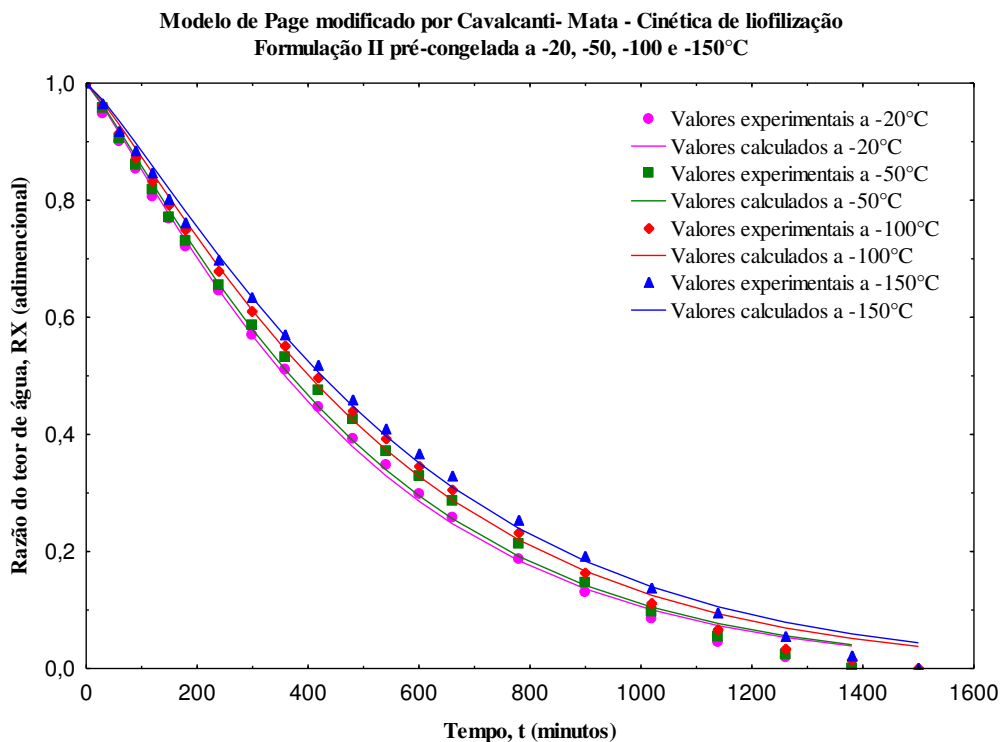
Nas figuras 65 a 68 observa-se as curvas de cinética de liofilização da formulação III (60% polpa de umbu + 40% leite caprino) pré-congeladas nas temperaturas de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C, com ajuste dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al., respectivamente. Verifica-se que durante o processo de liofilização ocorreu uma menor remoção do teor de água com a redução da temperatura de congelamento na formulação III e que a quantidade de polpa de umbu adicionada no leite caprino não apresentou influência significativa no tempo de secagem.



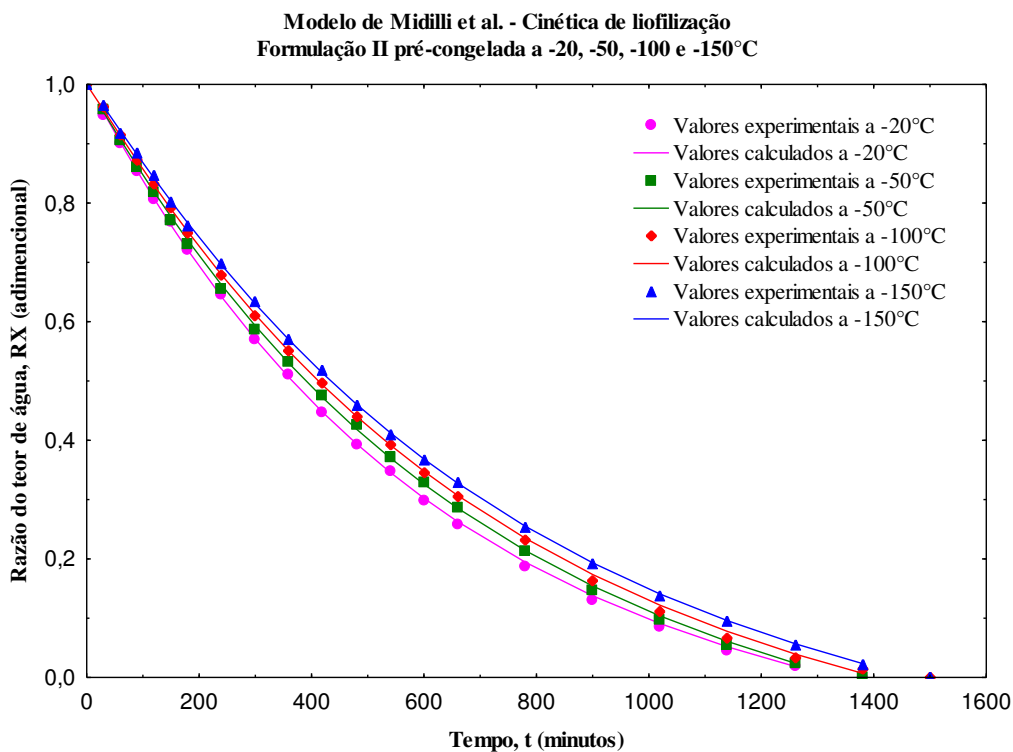
**Figura 65:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Cavalcanti-Mata modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 66:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Lewis modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 67:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Page modificado por Cavalcanti-Mata.



**Figura 68:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada a -20, -50, -100 e -150 °C, utilizando-se o Modelo de Midilli et al.



Na Tabela 28 observa-se os parâmetros e coeficientes dos modelos matemáticos de Cavalcanti Mata modificado, Lewis modificado, Page modificado e Midilli et al, com os respectivos coeficientes de determinação ( $R^2$ ), coeficiente de determinação ajustado ( $R^2_a$ ), desvio-padrão da estimativa (SE) e erro médio relativo (P), para cinética de liofilização da formulação III (60% polpa de umbu + 40% leite caprino) nas temperaturas de pré- congelamento de -20, -50, -100 e -150 °C. Observando esta Tabela é possível observar que a difusividade de sublimação efetiva (DS) apresentou uma diminuição na taxa de sublimação com a redução da temperatura de congelamento, ocorrendo o mesmo para a constante de sublimação ( $K_s$ ) no modelo de Midilli et al.

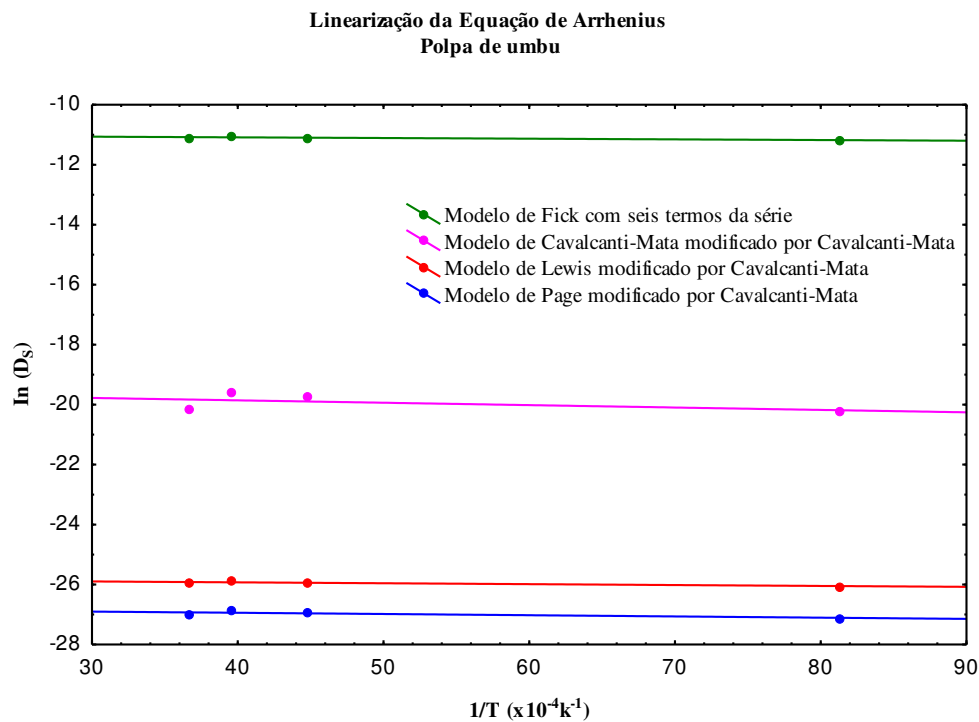
Verifica-se que nas temperaturas de congelamento de -20 a -150 °C os valores da difusividade de sublimação efetiva ( $D_s$ ) variaram de 4,02 a  $2,13 \times 10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  para Cavalcanti Mata, 5,67 a  $4,67 \times 10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  para Lewis Modificado, 3,00 a  $1,83 \times 10^{-12} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$  para Page Modificado, e a constante de sublimação variou de 0,00116 a 0,00151 para o modelo de Midilli et al., portando a sublimação ocorreu de forma mais lenta nas temperaturas menores de congelamento. De acordo com os modelos estudados, os coeficientes de determinação ajustados ( $R^2_a$ ) ficaram acima de 99,37%; P abaixo de 6,619, SE e DQM abaixo de 0,156 e 0,0298, respectivamente, constatando-se que os modelos demonstraram um bom ajustes aos dados experimentais.

**Tabela 28:** Dados experimentais e calculados da secagem por liofilização da formulação III pré-congelada utilizando-se os Modelos de Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata

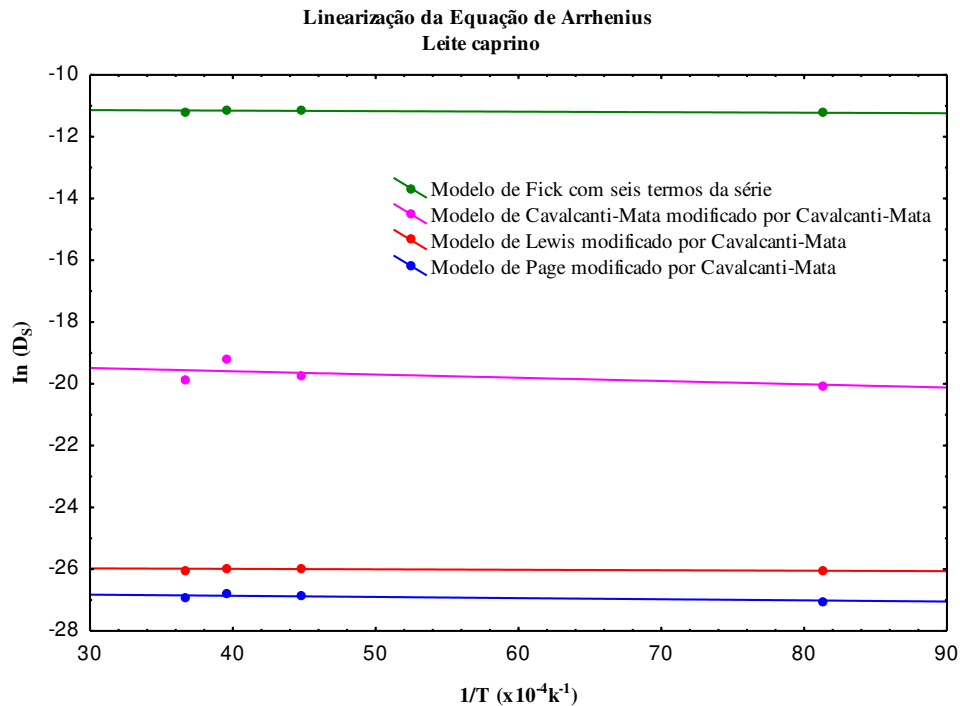
<b>Cavalcanti-Mata modificado</b>										
T (°C)	a <sub>1</sub>	D <sub>s</sub> (10 <sup>-9</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	n <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	n <sub>2</sub>	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM
-20 °C	1,182	4,02	0,9382	-0,1617	0,00001	99,95	99,93	2,287	0,065	0,0101
-50 °C	1,198	2,47	0,9918	-0,2047	0,25936	99,98	99,97	0,026	0,148	0,0001
-100 °C	1,161	2,15	1,0092	-0,1651	0,00030	99,97	99,96	0,140	0,156	0,0006
-150 °C	1,192	2,13	1,0005	-0,1917	0,22662	99,99	99,99	3,921	0,115	4,25-08
<b>Lewis modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )				R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	5,67				99,51	99,48	1,538	0,058	0,0068	
-50 °C	5,17				99,42	99,39	2,153	1,132	0,0100	
-100 °C	4,83				99,40	99,37	6,036	0,140	0,0298	
-150 °C	4,67				99,41	99,38	1,671	0,104	0,0017	
<b>Page modificado</b>										
T (°C)	D <sub>s</sub> (10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )		n		R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	3,00		1,1100		99,78	99,75	2,380	0,059	0,0160	
-50 °C	2,17		1,1364		99,74	99,71	6,619	0,135	0,0308	
-100 °C	2,00		1,1457		99,76	99,73	5,732	0,152	0,0283	
-150 °C	1,83		1,1547		99,80	99,78	3,203	0,112	0,0034	
<b>Midilli et al.</b>										
T (°C)	a	k <sub>s</sub>	n	b	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> <sub>a</sub> (%)	P (%)	SE	DQM	
-20 °C	1,002	0,00151	1,0334	-0,00006	99,98	99,97	0,461	0,063	0,0020	
-50 °C	1,000	0,00132	1,0349	-0,00007	99,97	99,96	0,766	0,143	0,0035	
-100 °C	1,000	0,00125	1,0360	-0,00006	99,97	99,96	0,745	0,144	0,0036	
-150 °C	1,000	0,00116	1,0380	-0,00007	99,99	99,99	0,051	0,106	5,54-E05	

Observa-se ao analisar todos os modelos matemáticos em relação as amostras estudadas na cinética de liofilização (polpa de umbu, leite caprino e das formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino)), verifica-se que o modelo de Cavalcanti Mata modificado foi o que apresentou melhor ajuste para a cinética de secagem, ao analisar o R<sub>a</sub><sup>2</sup> e os outros parâmetros estatísticos (P, SE e DQM).

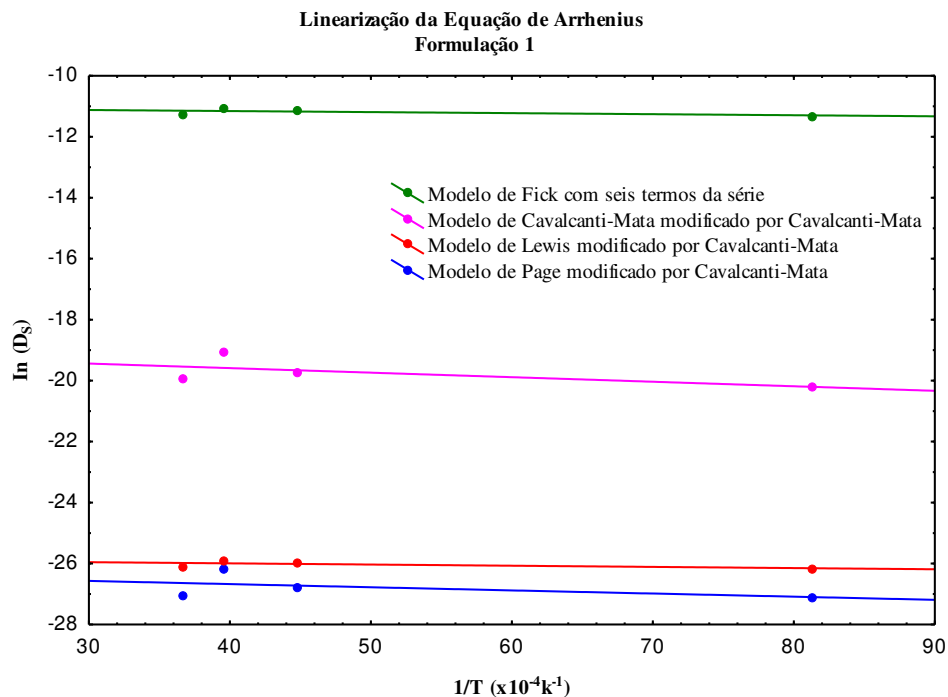
A relação do coeficiente de difusividade efetiva ( $D_s$ ) da polpa de umbu, leite caprino e das formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino) em função da temperatura de congelamento foi satisfatoriamente representada pela expressão de Arrhenius. Através da referida expressão foram plotados os valores do logaritmo neperiano dos coeficientes da difusividade efetiva [ $\ln(D_s)$ ] em função do inverso da temperatura absoluta, obtendo-se, desta forma, o coeficiente angular de cada reta que corresponde à relação  $E/R$ , para cada faixa de temperatura, conforme ilustrado nas Figura 68 a 71. Portanto, ao multiplicar-se o valor do coeficiente angular da reta por 8,314 tem-se o valor da energia de ativação para cada faixa de temperatura e teor de água analisado.



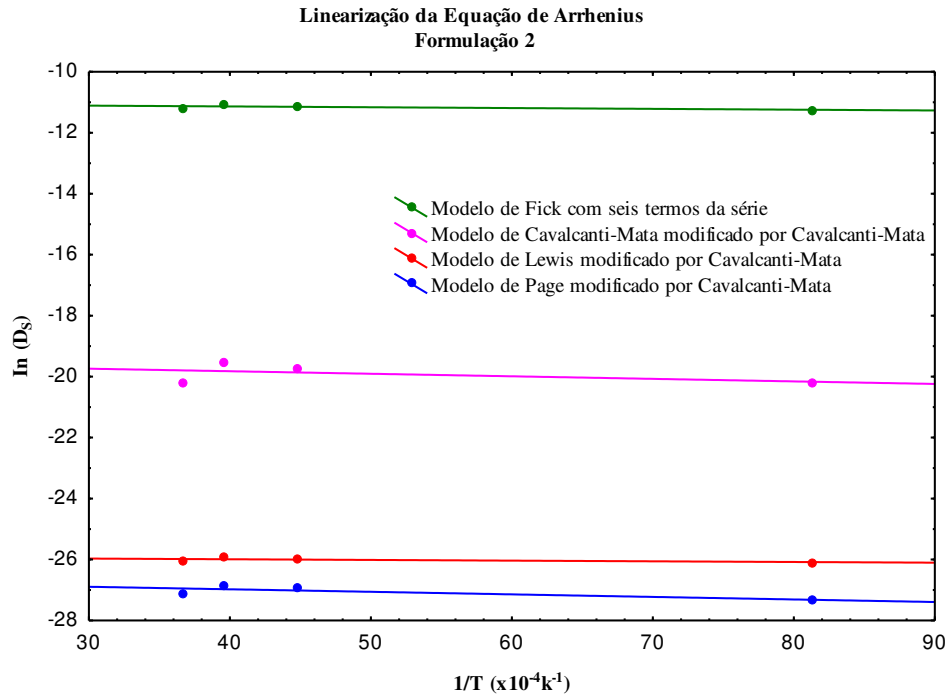
**Figura 69:** Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da polpa de umbu estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.



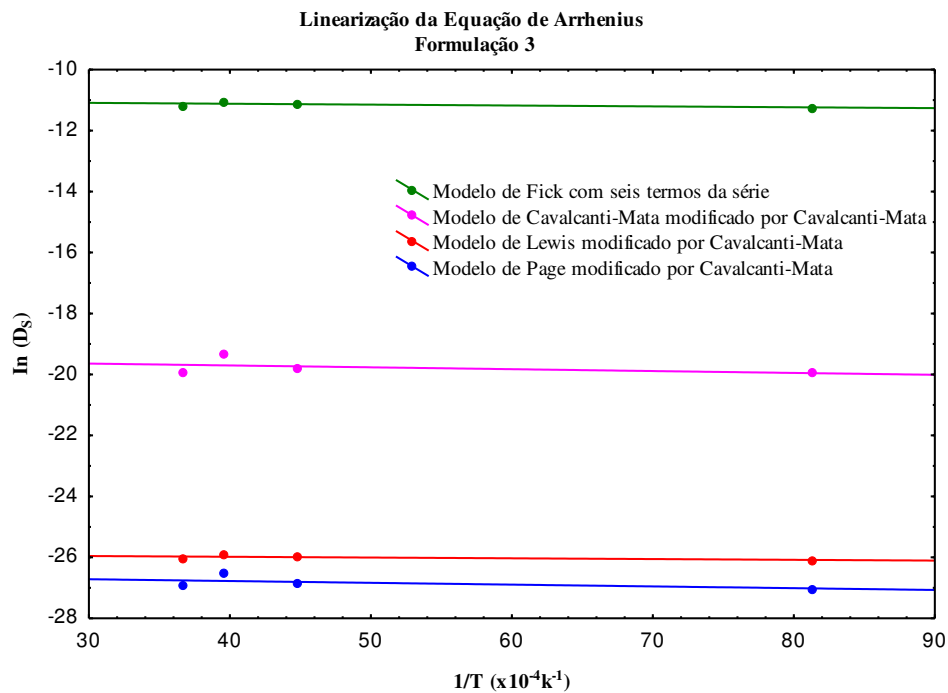
**Figura 70:** Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento do leite caprino estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.



**Figura 71:** Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da formulação I estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.



**Figura 72:** Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da formulação II estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.



**Figura 73:** Representação de Arrhenius para a difusividade efetiva em função da temperatura de pré-congelamento da formulação III estimada pelos modelos de Fick com 6 termos na série e, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata.

Na Tabela 29 temos os valores da energia de ativação para polpa de umbu, leite caprino e as formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino) durante a cinética de liofilização em relação aos modelos matemático de Fick com 6 termos na série, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata. Observa-se que a energia de ativação obteve valores variando de 0,264 a 1,491 kJ mol<sup>-1</sup> para polpa de umbu, 0,185 a 1,945 kJ mol<sup>-1</sup> para leite caprino, 0,481 a 2,891 kJ mol<sup>-1</sup> para formulação I, 0,309 a 1,694 kJ mol<sup>-1</sup> para formulação II e 0,355 a 1,289 kJ mol<sup>-1</sup> para formulação III.

Não foi constatada correlação entre este parâmetro e os percentuais das matérias-primas utilizadas nas formulações. De acordo com Santos et al. (2019), as variações existentes com relação aos valores da energia de ativação dos materiais podem ser associadas a inúmeros fatores, como a composição do alimento, estrutura dos tecidos, estágio de maturação do produto e aplicação de pré-tratamento. A energia de ativação representa a energia requerida para que se inicie o processo de difusão de água das regiões internas do alimento, também é utilizado como um parâmetro para a avaliação do consumo total de energia no processo de secagem.

Segundo Pinheiro et al. (2020), quanto menor o valor da energia de ativação, maior será a dificuldade de remoção água do produto, pode-se deduzir então que o movimento da água nas amostras (de dentro para fora) é relativamente fácil, uma vez que as energias de ativação encontradas foram pequenas.

Ao realizar o processo de secagem de grãos de arroz vermelho em casca, Sousa (2017), obteve uma energia de ativação de 20,14 kJ mol<sup>-1</sup> para o modelo Fick, 19,73 kJ mol<sup>-1</sup> para o modelo Page e 20,72 kJ mol<sup>-1</sup> para o modelo Cavalcanti Mata, com teor de água inicial de 25% (b.u.), assim, a energia de ativação encontrada é maior para o modelo de Cavalcanti-Mata, comportamento semelhante ao observado nesse estudo.

**Tabela 29:** Valores da energia de ativação para a polpa de umbu, leite caprino e formulações I, II e III em diferentes modelos matemáticos nas temperaturas de congelamento de -20 °C, -50 °C, -100 °C e -150 °C

	<b>Modelos</b>	<b>Energia de ativação (kJ mol<sup>-1</sup>)</b>
<b>Polpa de umbu</b>	<b>Fick</b>	0,264
	<b>Cavalcanti-Mata</b>	1,491
	<b>Lewis</b>	0,305
	<b>Page</b>	0,506
<b>Leite caprino</b>	<b>Fick</b>	0,193
	<b>Cavalcanti-Mata</b>	1,945
	<b>Lewis</b>	0,185
	<b>Page</b>	0,463
<b>Formulação I</b>	<b>Fick</b>	0,481
	<b>Cavalcanti-Mata</b>	2,891
	<b>Lewis</b>	0,519
	<b>Page</b>	2,205
<b>Formulação II</b>	<b>Fick</b>	0,313
	<b>Cavalcanti-Mata</b>	1,694
	<b>Lewis</b>	0,309
	<b>Page</b>	0,988
<b>Formulação III</b>	<b>Fick</b>	0,370
	<b>Cavalcanti-Mata</b>	1,289
	<b>Lewis</b>	0,355
	<b>Page</b>	0,912

Nas Tabelas 30 a 34, encontram-se os valores dos seguintes atributos termodinâmicos: entalpia, entropia e a energia livre de Gibbs, analisados durante a cinética de liofilização da polpa de umbu, leite caprino e as formulações I, II e III (40% polpa de umbu + 60% leite caprino; 50% polpa de umbu + 50% leite caprino; 60% polpa de umbu + 40% leite caprino) em relação aos modelos matemático de Fick com 6 termos na série, Cavalcanti-Mata, Lewis e Page modificados por Cavalcanti-Mata, adquiridos através dos valores da energia de ativação.

**Tabela 30:** Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da polpa de umbu.

<b>Modelos</b>	<b>T</b> °C	<b>(<math>\Delta H</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta S</math>)</b> J mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta G</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>
<b>Fick</b>	-20	-1839,59	-292,88	72258,09
	-50	-1590,17	-291,83	63487,22
	-100	-1174,47	-289,72	48946,41
	-150	-758,773	-286,88	34527,48
<b>Page</b>	-20	-1597,75	-335,31	83236,24
	-50	-1348,33	-334,26	73192,28
	-100	-932,634	-332,15	56529,68
	-150	-516,934	-329,31	39988,95
<b>Cavalcanti- Mata</b>	-20	-611,602	-271,27	68019,92
	-50	-362,182	-270,22	59897,20
	-100	353,518	-268,11	46436,66
	-150	469,218	-265,27	33098,01
<b>Lewis</b>	-20	-1798,05	-292,88	72299,64
	-50	-1548,63	-291,83	63528,76
	-100	-1132,93	-289,72	48987,96
	-150	-717,229	-286,88	34569,03



**Tabela 31:** Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura do leite caprino.

<b>Modelos</b>	<b>T</b> °C	<b>(<math>\Delta H</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta S</math>)</b> J mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta G</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>
<b>Fick</b>	-20	-1918,752	-288,89	71170,74
	-50	-1669,332	-287,84	62519,41
	-100	-1253,632	-285,73	48177,85
	-150	-837,932	-282,89	33958,17
<b>Page</b>	-20	-1640,172	-334,85	83076,78
	-50	-1390,752	-333,80	73046,70
	-100	-975,0523	-331,69	56407,22
	-150	-559,3523	-328,85	39889,63
<b>Cavalcanti- Mata</b>	-20	-158,588	-266,85	67356,18
	-50	390,832	-265,81	59365,89
	-100	506,532	-263,70	46126,05
	-150	922,232	-260,86	33008,10
<b>Lewis</b>	-20	-1198,75	-224,61	55628,78
	-50	-1669,33	-223,18	46672,08
	-100	-1253,63	-221,45	37778,19
	-150	-837,932	-219,27	28961,91

**Tabela 32:** Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da formulação I

<b>Modelos</b>	<b>T</b> °C	<b>(<math>\Delta H</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta S</math>)</b> J mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta G</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>
<b>Fick</b>	-20	-1622,48	-284,90	70457,27
	-50	-1373,06	-283,85	61925,67
	-100	-957,357	-281,74	47783,67
	-150	-541,657	-278,90	33763,55
<b>Page</b>	-20	102,02	-324,35	82162,25
	-50	351,44	-323,30	72447,20
	-100	767,14	-321,19	56332,77
	-150	1182,84	-318,35	40,340,21
<b>Cavalcanti- Mata</b>	-20	787,69	-262,30	67149,59
	-50	1037,11	-261,25	59296,00
	-100	1452,81	-259,14	46284,01
	-150	1868,51	-256,30	33393,89
<b>Lewis</b>	-20	-1584,66	-284,90	70495,09
	-50	-1335,24	-283,85	61963,49
	-100	-919,537	-281,74	47821,49
	-150	-503,837	-278,90	33801,37

**Tabela 33:** Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da formulação II

<b>Modelos</b>	<b>T</b> °C	<b>(<math>\Delta H</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta S</math>)</b> J mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta G</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>
<b>Fick</b>	-20	-1790,01	-294,95	72833,13
	-50	-1540,59	-293,90	63999,95
	-100	-1124,89	-291,79	49355,29
	-150	-709,193	-288,96	34832,52
<b>Page</b>	-20	-1115,82	-333,29	83206,17
	-50	-866,398,	-332,24	73222,92
	-100	-450,698	-330,13	56661,51
	-150	-34,9984	-327,29	40221,96
<b>Cavalcanti- Mata</b>	-20	-409,798	-269,93	67883,57
	-50	-160,378	-268,88	59800,95
	-100	255,322	-266,77	46407,24
	-150	271,022	-263,94	33135,41
<b>Lewis</b>	-20	-1793,68	-294,95	72829,47
	-50	-1544,26	-293,90	63996,28
	-100	-1128,56	-291,79	49351,63
	-150	-712,856	-288,96	34828,86

**Tabela 34:** Valores da entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ) para diferentes condições de temperatura da formulação III

<b>Modelos</b>	<b>T</b> °C	<b>(<math>\Delta H</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta S</math>)</b> J mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	<b>(<math>\Delta G</math>)</b> J mol <sup>-1</sup>
<b>Fick</b>	-20	-1732,99	-296,12	73186,61
	-50	-1483,57	-295,07	64318,28
	-100	-1067,87	-292,96	49615,04
	-150	-652,171	-290,13	35033,68
<b>Page</b>	-20	-1191,35	-331,80	82754,51
	-50	-941,932	-330,75	72815,86
	-100	-526,232	-328,64	56328,78
	-150	-110,532	-325,80	39963,57
<b>Cavalcanti- Mata</b>	-20	-814,424	-270,92	67727,16
	-50	-565,004	-269,87	59615,11
	-100	-149,304	-267,76	46172,35
	-150	266,396	-264,92	32851,47
<b>Lewis</b>	-20	-1748,62	-296,12	73170,99
	-50	-1499,20	-295,07	64302,65
	-100	-1083,50	-292,97	49599,41
	-150	-667,801	-290,13	35018,04

Observando as Tabelas 30 a 34 verifica-se que a entalpia apresentou valores negativos na maioria dos modelos, observando-se também que a temperatura de pré-congelamento influenciou nos valores de entalpia obtidos em todos os modelos analisados, conforme houve a diminuição da temperatura, ocorreu o aumento da entalpia, indicando que quando o material é submetido a um pré-congelamento com temperaturas muito baixas, será necessária uma maior quantidade de energia para realizar a liofilização da umbuzada. Pois, segundo Ferreira Junior et al. (2021), a entalpia ( $\Delta H$ ) é a propriedade termodinâmica que indica a energia necessária para remover a água ligada à matéria seca durante o processo de secagem.

Em relação a entropia nos modelos, observa-se que essa propriedade termodinâmica obteve comportamento similar à entalpia onde os valores foram negativos e crescem quando a temperatura de congelamento diminui. Conforme Santos et al. (2019), os valores de  $\Delta S$  negativos foram atribuídos à existência de adsorção química e/ou

modificações estruturais do adsorvente. Sendo observado que a entropia é inversamente proporcional a temperatura aplicada no pré-congelamento em todos os modelos matemáticos avaliados. Isso acontece porque o pré-congelamento lento colabora para a formação de cristais de gelo maiores, apresentando maior porosidade e favorecendo o movimento das moléculas de água, por causa da maior disponibilidade de sítios disponíveis.

A energia livre de Gibbs diminuiu com o aumento de temperatura de congelamento, sendo seus valores positivos para toda faixa de temperatura estudada. Os valores positivos da energia livre de Gibbs indicam que a cinética de liofilização não foi um processo espontâneo, esses valores positivos são característicos de uma reação endergônica, ou seja, requer energia da atmosfera em torno da amostra para disponibilizar os sites de sorção (MORAIS et al., 2019).

#### 4.5. Caracterização química e físico química dos pós

Na tabela 35 são encontrados os valores médios dos parâmetros físicos dos pós da umbuzada obtidos a partir da secagem por liofilização, com a inclusão de polpa de umbu de forma crescente nas formulações estudadas.

**Tabela 35:** Valores médios dos parâmetros físico- químicos dos pós obtidos a partir da secagem por liofilização da polpa de umbu, do leite caprino e das formulações FI, FII e FIII

Parâmetros	Temp. (°C)	Amostras				
		Polpa	Leite	FI	FII	FIII
Teor de água	-20	7,7837aB	4,2944eC	5,6857cA	5,1700dB	6,4340bA
	-50	7,9300aAB	4,4923eB	5,7533dA	5,5070cA	6,4733bA
	-100	7,9350aAB	4,5667dB	5,7700cA	5,5553cA	6,4793bA
	-150	8,1007aA	4,8807dA	5,8500cA	5,6300cA	6,5220bA
Sólidos Totais	-20	92,2163bB	95,7056aA	94,3143cA	94,8300dA	93,5660eB
	-50	92,0700bB	95,5077aB	94,2467cA	94,4930dA	93,5267eAB
	-100	92,0650bB	95,4333aB	94,2300cA	94,4447dA	93,5207eAB
	-150	91,8993bA	95,1193aC	94,1500cA	94,3700dA	93,4780eA
Cinzas (%)	-20	1,8600dAB	3,2767bB	3,5533aA	3,2397bA	2,9667cAB
	-50	1,8800dA	3,6667aA	3,5534abA	3,3367bA	2,9633cB
	-100	1,6367cB	3,5000aAB	3,4767aA	3,3800abA	3,2033bA
	-150	1,6967dAB	3,6367aA	3,5300aA	3,2367bA	2,9600cB
Lipídeos (%)	-20	0,9833eA	12,3400aC	12,4100bA	11,2100cA	10,8267dA
	-50	1,0167dA	12,5000aC	10,7567bB	9,9367cB	9,7533cB
	-100	1,1667dA	13,7167aA	10,6733bB	10,5900bC	9,9333cB
	-150	0,9933dA	13,0333aB	10,4200bB	9,7967cB	9,7367cB
Proteína (%)	-20	4,1233eA	14,2967aB	13,4667bAB	11,9508cC	11,5167dC
	-50	4,1733eA	14,4733aAB	13,5267bA	12,6867cB	11,6967dBC
	-100	4,1833eA	14,7033aA	13,5167bA	12,8733cAB	12,0533dAB
	-150	4,3600dA	14,1967aB	13,0900bB	13,2367bA	12,0867dA
Carboidratos totais	-20	85,2497aA	65,7922cA	64,8843cC	68,4295bA	68,2559bBC
	-50	85,0000aA	64,8677dB	66,4100cB	68,7129bA	68,9334bA
	-100	85,0783aA	63,5133dC	66,5633cB	68,2581bA	67,4741cC
	-150	84,8493aA	64,2526dB	67,7333bA	68,1599bcA	68,0113cB

<b>Valor calórico</b>	<b>-20</b>	366,3417eB	431,4156aBC	425,0940bA	422,4112cA	416,5307dA
	<b>-50</b>	365,8435eB	429,864aC	416,5571bB	413,4087cB	411,9201dB
	<b>-100</b>	367,5467dAB	436,3167aA	416,3797bB	413,9253cB	415,2196cA
	<b>-150</b>	365,7769dA	431,0969aB	411,4635bC	413,2167bcB	414,1720cA
<b>Açúcares redutores (Glicose g/100g)</b>	<b>-20</b>	6,8167eA	22,7867aB	20,5333bB	18,9761cA	16,8167dC
	<b>-50</b>	6,5733eAB	23,5767aA	21,0100bA	19,1967cA	17,9067dA
	<b>-100</b>	6,3000eB	23,2567aA	21,2833bA	18,3600cB	17,3600dB
	<b>-150</b>	6,3167eB	22,8800aB	19,3367bC	18,6000cB	16,4933dC
<b>Açúcares não redutores (Sacarose g/100g)</b>	<b>-20</b>	4,4767dA	15,5600bC	19,7900aBC	20,0467aA	14,2833cB
	<b>-50</b>	4,6600dA	20,2367aB	19,4700aC	18,0233bB	15,8133cA
	<b>-100</b>	4,5433dA	20,1967aB	20,3600aB	17,5300bBC	15,7000cA
	<b>-150</b>	4,1800dA	21,9933aA	21,8933aA	16,8733bC	14,1267cB
<b>Açúcares totais g/100g</b>	<b>-20</b>	11,2933dA	38,3467bC	40,3233aC	39,0228bA	31,1000cB
	<b>-50</b>	11,2333eAB	43,8133aB	40,4800bBC	37,2200cB	33,7200dA
	<b>-100</b>	10,8433eAB	43,4533aB	41,6433bA	35,0600cC	33,0600dA
	<b>-150</b>	10,4967eB	44,8733aA	41,2300bAB	30,6200cC	30,6200dB
<b>pH</b>	<b>-20</b>	1,9120eB	5,5683aC	3,5743bA	2,4660cB	2,3173dAB
	<b>-50</b>	1,8853eB	5,9713aB	3,6303bA	2,4680cB	2,3217dAB
	<b>-100</b>	2,0037eA	6,2650aA	2,8367bC	2,4470cB	2,3383dA
	<b>-150</b>	1,9007eB	6,3033aA	2,9113bB	2,5473cA	2,2750dB
<b>ATT (%)</b>	<b>-20</b>	2,4602dA	1,0600eA	6,1126aA	4,5121bB	3,5398cC
	<b>-50</b>	2,2929cAB	1,0607dA	5,7863aB	4,3870bBC	4,3370bB
	<b>-100</b>	2,2392dAB	1,1290eA	6,0941aA	4,2525cC	4,8673bA
	<b>-150</b>	2,1233cB	1,0888dA	5,2374aC	5,2484aA	4,7619bA
<b>Ac. Ascórbico (mg/100g)</b>	<b>-20</b>	44,3233aA	-	35,1500dC	36,9017cB	37,8867bC
	<b>-50</b>	44,1733aB	-	35,3733dB	37,8033cA	38,9666bA
	<b>-100</b>	44,2066aB	-	35,6433dA	37,8700cA	37,9633bB
	<b>-150</b>	44,1366aC	-	34,5066dA	36,8933cB	37,8733bC

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey para as colunas e  
Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey para as linhas.

O teor de água foi maior para a polpa de umbu, apresentando diferença significativa entre as temperaturas de pré - congelamento que antecedeu ao processo de secagem por liofilização, ocorrendo assim uma variação nas temperaturas entre 7,7837% e 8,1007%. O leite caprino apresentou diferença significativa na maioria das temperaturas

estudadas, sendo essa representada pelo menor percentual nesta variável, um alimento rico em sólidos totais, obteve médias entre 4,2944 e 4,887%; não foi verificada diferença significativa entre as temperaturas de -50 e -100 °C.

As formulações I, II e III apresentaram comportamento semelhante, o teor de água de acordo com as temperaturas. Nas formulações I e III observa-se que não houve diferença significativa entre as temperaturas, apenas entre as formulações. A formulação III foi a que apresentou o maior teor de água entre as demais formulações, tendo em vista que, possui uma maior concentração de polpa de umbu, representada por 60% da polpa desse fruto somado a 40% de leite caprino. Produtos submetidos a temperaturas mais baixas do que -40 °C resultam em congelamento rápido do conteúdo de água, sendo assim, os poros na camada externa ficam menores, podendo dificultar a transferência de massa e agir como uma barreira contra a sublimação, resultando em uma retenção do teor de água e aumentando seu valor. (EZHILARASI et al., 2013).

Em relação aos sólidos totais todas as formulações foram altamente significativas onde, a polpa de umbu representou os menores teores por ser um fruto com uma grande quantidade de água em seu interior, altamente perecível, seus valores variaram entre 91,8993 (-150 °C) e 92,2163 (-20 °C). Já o leite caprino obteve os maiores valores variando entre 95,1193 (-150 °C) e 95,7056 (-20 °C). Nota-se que a polpa de umbu apresentou um decréscimo ao reduzir a temperatura e o leite caprino apresentou um comportamento inverso.

O teor de cinzas e lipídeos obtiveram uma redução bastante significativa diante das formulações estudadas, pode-se observar que as formulações com menor teor de leite caprino, possuem uma menor porcentagem nessas variáveis, isso explica o fato desse leite ser rico em nutrientes. Podendo assim ser facilmente contemplado nos valores individuais do leite caprino, superiores aos demais analisados. Os valores referentes as cinzas variaram entre 1,6367 a 1,8800% para a polpa de umbu, nas temperaturas de -100 e -50 °C, respectivamente, sendo os menores valores encontrados, diferente do leite caprino que representaram os valores mais altos, corroborando com resultados ao produto in natura, que variou entre 3,2767 a 3,6667%, nas temperaturas de -20 e -50%, respectivamente.

Já nas formulações referentes as cinzas, apresentaram valores decrescente como já mencionado anteriormente onde, com a redução da porcentagem de leite caprino, houve também uma redução das cinzas, a formulação I obteve o maior valor representado na temperatura de -50 °C com 3,5534%, e o menor valor foi observado na formulação III



com 2,9600% na temperatura de -150 °C. Todos os valores foram representados de formas variáveis independentes da temperatura. Valores de 5,01% foram encontrados para iogurte em pó de leite de ovelha, valores superiores a este devido ao seu teor mais elevado de gordura, quando comparado ao leite caprino. (ABREU et. al., 2015)

Os lipídeos obtiveram redução de valores dentre as formulações, onde apenas a formulação I apresentou uma simetria dentre as temperaturas, quanto menor a temperatura, menor o valor observado assim, os valores variaram entre 10,4200% (-150 °C) a 12,4100% (-20 °C). Já o leite caprino isoladamente obteve valores superiores quando comparado às formulações. O leite caprino é rico em lipídeos principalmente poli-insaturados, representando grande potencial benéfico à saúde. Segundo Anjos (2015), o leite de cabra é um dos alimentos mais completos e sua importância é baseada no seu alto valor nutritivo, como riqueza de proteínas, vitaminas, gorduras e sais minerais.

Em relação as temperaturas submetidas anteriormente à liofilização, apenas a polpa de umbu não diferiu significativamente, as demais formulações e o leite caprino, diferenciaram entre si em algumas temperaturas, onde na formulação I, apenas a temperatura de -20 °C diferenciou das demais, o mesmo ocorreu na formulação III na mesma temperatura, obtendo o valor de 10,8267%.

Segundo Oliveira (2019), frutas tropicais normalmente não são consideradas fontes de lipídeos e proteínas, onde em estudos encontrou valores relativamente baixos, semelhante a essa pesquisa para a polpa de umbu. Valores encontrados para estes parâmetros no fruto de maracujá do mato são justificados pela retirada de água do produto no processo de liofilização o que proporcionou a concentração de nutrientes, não sendo considerado como um alimento rico em proteínas e/ou lipídeos.

No parâmetro de proteína, as formulações reduziram progressivamente com o aumento da inclusão de polpa de umbu, obtendo o valor mínimo de 11,5167% na temperatura de -20 °C da formulação III, com diferença ínfima das demais formulações apresentadas no estudo. Pode-se ainda observar o leite caprino como grande protagonista tanto da proteína como dos lipídeos, justificando assim o aumento dos valores quando em maior concentração.

Anjos (2015) ao liofilizar leite caprino em seus estudos, encontrou 9,57% de proteína, fato esse que pode ser justificado devido o processo realizado e também devido ao aumento esperado nos valores de proteína, lipídios e lactose no decorrer da lactação e outros fatores como a raça, a forma de coleta, a seleção genética, o estado de saúde, a alimentação, a idade, o número de partos, entre outros, afetando a composição do leite.

Diante das variáveis de carboidratos e valor calórico (energia), é importante evidenciar que o valor energético do pó liofilizado de polpa de umbu se deu principalmente pelo seu conteúdo de carboidratos, tendo em vista que as outras fontes energéticas foram pouco expressivas, como o total de proteínas e lipídios. Quando avaliados no leite caprino e demais formulações, essas variáveis alteram de acordo com valores obtidos no leite caprino, rico em diversas fontes energéticas refletindo diretamente nas formulações. Observou-se que o leite caprino favoreceu o aumento do valor energético nas formulações da umbuzada, devido aos maiores percentuais de carboidratos determinados na formulação I.

Os carboidratos têm grande importância no consumo por serem a principal fonte de energia para desempenhar diversas funções no organismo, e também deve estar presente nas dietas relacionado à grande procura por alimentos saudáveis e grande busca na qualidade de vida associadas à atividade física. Embora não haja recomendações mínimas ou máximas para o consumo total de carboidratos, a quantidade de carboidrato deve constituir cerca de 60% do aporte calórico diário, predominantemente sob a apresentação de frutas, grãos e legumes 18 ricos em fibras e não refinados. (McARDLE et. al., 2013).

Os açúcares redutores apresentaram maiores concentrações na formulação I, submetidos a congelamento a -50 °C e -100 °C, decrescendo com o aumento da polpa de umbu nas formulações. Este comportamento só não foi claramente observado na temperatura de -20 °C e -150 °C. Os açúcares totais também se encontraram maiores em FI, com exceção das temperaturas de -20 °C e -50 °C, o mesmo ocorreu para os açúcares não redutores, exatamente as amostras que continham maior quantidade de leite caprino, o que justifica este resultado.

Avaliando a polpa de umbu isoladamente observou-se valores entre 6,8167 a 6,300 para açúcares redutores em glicose, diferindo minimamente nas temperaturas de -20 °C e -50 °C, respectivamente. Em estudo da caracterização de pó da casca de maracujá, UCHOA et al. (2008), constataram teores de açúcares redutores igual a 8,30% de glicose, valores superiores aos obtidos nesse trabalho. Já em açúcares não redutores, o fruto também representou os menores valores observados, sendo característico de um fruto de vez, com um teor de açúcar reduzido, quando comparado à um fruto maduro.

Considerando o leite caprino, a intensidade do açúcar redutor foi bastante significativa e considerada a mais elevada, com diferença mínima entre as temperaturas

avaliadas, sendo mais reduzida em açúcares não redutores em sacarose, quando comparada às formulações da umbuzada.

Todas as formulações diferiram significativamente entre elas de acordo com os parâmetros de açúcares realizados onde, a formulação II obteve valores mais elevados devido à alta porcentagem de leite caprino (60%) em sua composição, sendo assim pouco significativa entre as temperaturas que antecederam o processo de liofilização, sendo observado valores menores nas temperaturas de -20 °C e -150 °C quando avaliados os parâmetros de glicose e açúcares totais, respectivamente. Já a formulação III inferior a II, obteve os menores valores devido à elevada concentração de polpa de umbu (60%) em sua composição.

O pH dos pós de umbuzada, independente da formulação encontram-se na faixa de segurança, do ponto de vista de tecnologia de alimentos. Valores superiores foram descritos por OLIVEIRA et al. (2011) em sapoti liofilizado (5,58). Já o leite caprino representou valores mais elevados variando entre 5,5683 a 6,3033, sendo esses dentro dos padrões desejáveis.

Para a Acidez Total Titulável (ATT), percebeu-se que o aumento do teor de leite caprino diminui os valores de ATT, sendo menos influenciada pelo gradiente de temperatura de congelamento das amostras. Os valores encontrados foram altos em todas as formulações, especificamente na formulação I, sendo expresso devido à concentração de ácido cítrico pela desidratação por sublimação. MENESES et al. (2009) estudaram a estabilidade do pó de acerola verde obtido em estufa por circulação de ar e liofilização por um período de 180 dias e demonstraram uma redução da acidez titulável com o tempo de armazenamento, variando de 8,50% a 6,18% para o pó dos frutos obtidos por liofilização, valores próximos aos encontrados na formulação I desse trabalho.

Os valores mais expressivos de ácido ascórbico foram encontrados na formulação III. Percebeu-se que para todas as formulações, o aumento do gradiente térmico preservou melhor os teores de ácido ascórbico, inclusive sendo possível verificar estatisticamente esta diferença tanto entre formulações como entre temperaturas. CHOUDHURY et al. (2001) apontam que os teores de ácido ascórbico são dependentes do cultivar, época do ano, localização do pomar e do estágio de maturação e, que os maiores teores, são encontrados nos frutos “de vez”, devido ao gradiente que é exercido de fora para dentro do fruto, diante do amadurecimento do mesmo.

Os valores de ácidos ascórbico obtidos nas formulações variaram de 38,9666 a 34,5066 mg/100g, na formulação III (-50 °C) e formulação I (-150 °C), respectivamente,

verificando um aumento com inclusão da polpa, sendo a polpa utilizado de estágio de maturação de vez, que contém um maior teor de vitamina C, sendo a formulação III com o valor mais alto, e a polpa obteve valores superiores variando de 44,3233 a 44,1366 mg/100g, sendo um produto ainda em estágio de maturação. Valores encontrados nesse trabalho é considerado próxima da faixa de ingestão diária recomendada (IDR) de vitamina C, que seria de 45 mg. (BRASIL, 2005).

Na tabela 36 são encontrados os valores médios dos parâmetros físicos dos pós da umbuzada obtidos a partir da secagem por liofilização, com a inclusão de polpa de umbu de forma crescente nas formulações estudadas.

**Tabela 36:** Valores médios dos parâmetros físicos dos pós obtidos a partir da secagem por liofilização da polpa de umbu, do leite caprino e das formulações FI, FII e FIII

Parâmetros	Temp. (°C)	Amostras				
		Polpa	Leite	FI	FII	FIII
Densidade aparente (g/cm <sup>3</sup> )	-20	0,3740dB	0,4290aC	0,3852cA	0,4012bA	0,3738dD
	-50	0,3629cC	0,4331dD	0,3638cB	0,3893bB	0,4911aA
	-100	0,3890cA	0,4461bB	0,34,23eC	0,3724dC	0,4734aB
	-150	0,3465cD	0,4624aA	0,3265eD	0,3405dD	0,3976bC
Densidade compactada (g/cm <sup>3</sup> )	-20	0,5921eC	0,6839aC	0,5099dA	0,6347bB	0,5163cD
	-50	0,5969cB	0,6447eD	0,5655dC	0,6389bB	0,6481aB
	-100	0,5459cA	0,6962bB	0,5754dB	0,6448cA	0,6547aA
	-150	0,5689cD	0,6059aA	0,5281eD	0,5553dC	0,5583bC
Higroscopicidade (%)	-20	13,1525aB	8,2105cA	7,2315eA	8,0095dA	9,0260bA
	-50	13,3175aA	8,2050cA	7,2635eC	8,0180dA	9,0825bB
	-100	13,3095aA	8,2215cA	7,2750eC	8,0185dA	9,0505bB
	-150	13,3070aA	8,1945cB	7,1840eB	8,0015dA	9,0585bB
Solubilidade (g/s)	-20	0,4795cA	0,6666aB	0,4801cA	0,4808cC	0,5455bB
	-50	0,4735cA	0,7028aA	0,4875cA	0,4885cBC	0,5497bAB
	-100	0,4772cA	0,7056aA	0,4892cA	0,5086cB	0,5603bAB
	-150	0,4770cA	0,7205aA	0,4903dB	0,5729bA	0,5695bA
Molhabilidade (g/s)	-20	0,0781aC	0,0454cC	0,0652bD	0,0644bC	0,0630bD
	-50	0,0843bA	0,0839bB	0,0839bC	0,0831bA	0,0830bB
	-100	0,0988bB	0,0867cB	0,0905bB	0,0721cB	0,0717aA

	<b>-150</b>	0,1076eD	0,0994bA	0,1006aA	0,0813cA	0,0810dC
<b>Ângulo de repouso</b>	<b>-20</b>	35,6380aAB	29,7750eC	30,6115dB	33,5940cB	34,1810bA
	<b>-50</b>	35,3080aB	30,3980dB	31,9150cA	33,6790bB	33,9960bA
	<b>-100</b>	34,6435aC	31,3585bA	30,7875cB	34,3200aA	31,8695bB
	<b>-150</b>	35,8715aA	29,8645cC	29,9250cC	32,5385bC	30,2050cC
<b>Luminosidade (L*)</b>	<b>-20</b>	19,1000cA	58,8950aA	29,2200bB	28,9350bB	19,2750cB
	<b>-50</b>	17,4650dC	45,4250aC	29,3100cB	28,4650bBC	18,4500dD
	<b>-100</b>	16,1650eD	34,5050aD	30,3100cD	25,0500bA	24,5500dC
	<b>-150</b>	18,1650eB	45,8000aB	35,3500bA	28,5500cC	22,7500dA
<b>Intensidade de vermelho (+a*)</b>	<b>-20</b>	12,3050bA	3,9900aA	11,2600cB	8,6500eD	9,4500dB
	<b>-50</b>	11,7400aB	3,4500eB	9,4250bC	9,8500bC	8,7000cC
	<b>-100</b>	11,0600bC	2,3500eC	8,5500cD	12,3500aA	8,3150dD
	<b>-150</b>	12,2900bA	1,9000eD	12,4000aA	11,4000cB	10,0000dA
<b>Intensidade de amarelo (-b)</b>	<b>-20</b>	29,2500aA	20,6900cA	26,6000dC	24,6500eD	28,4000bA
	<b>-50</b>	27,4950bB	19,3550dB	25,3850cB	23,2000cB	28,3000aA
	<b>-100</b>	26,2350bC	18,5000dC	24,6900cD	22,4000aA	27,4500aB
	<b>-150</b>	25,9400bC	18,6600eC	21,0500cA	21,4500dC	27,0000aAB

Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey para as colunas e Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey para as linhas.

A densidade aparente apresentou diferença significativa entre as amostras de polpa de umbu, leite caprino e também entre as formulações, obtendo valores entre 0,32 a 0,49  $\text{g/cm}^3$  encontrados na formulação I (-150 °C) e na formulação III (-50 °C), respectivamente, valores estes usualmente encontrados em produtos em pó. Em relação as temperaturas todas as amostras apresentaram diferença significativa, não havendo um comportamento definido entre elas, a formulação III foi a que representou os maiores teores de densidade, porém com valores bem próximos.

Segundo Azevedo et al. (2011), a redução da densidade aparente dos pós demonstra o aumento do diâmetro das partículas e a porosidade dos grânulos tornaram-se maiores e mais leves, resultando em um produto com melhores características de reconstituição. Valores maiores foram encontrados por Moura (2015) estudando o comportamento de pitaya liofilizada com diferentes concentrações de maltodextrina, podendo assim justificar os altos teores devido o agente carreador utilizado no processo, obtendo valores superiores a 0,39  $\text{g/cm}^3$ .

Com relação a densidade compactada, observa-se valores superiores aos da densidade aparente em virtude da menor quantidade de espaços vazios. Em todas as amostras não foi possível verificar comportamento definido em relação as temperaturas, sendo essa variável vista como espelho da densidade aparente. Valores referentes a polpa de umbu tiveram variações entre 0,5459 e 0,5969 g/cm<sup>3</sup>, já no leite os valores foram superiores representado entre 0,6059 e 0,6962 g/cm<sup>3</sup> nas temperaturas de -150 e -100 °C, respectivamente.

Nota-se ainda que entre as formulações da umbuzada, ambas diferenciaram entre si, sendo a formulação II a que representou o maior teor de densidade compactada levando em consideração todas as temperaturas estudadas. Moura (2015) em seu estudo com pitaya liofilizada obteve valores de 0,64 e 0,80 g/cm<sup>3</sup>, com valor mínimo próximo aos encontrados nesse estudo. Visto esses resultados, pode-se perceber que o leite tem um papel importante na obtenção do pó liofilizado, representando valores próximos aos obtidos por frutos com adição de coadjuvantes como a maltodextrina.

A higroscopicidade da polpa de umbu, leite caprino e formulações de umbuzada foram retratadas na Tabela 11. Verifica-se que não houve diferença estatística entre as amostras ao analisar a influência da temperatura, porém, ao considerar as formulações pode-se observar que houve alteração na porcentagem da higroscopicidade. As variações entre as amostras foram de 8,0015% (Formulação II a -150 °C) e 13,3175 (Polpa de umbu a -50 °C). Oliveira (2012), ao avaliar o estudo higroscópico da polpa de cajá liofilizada identificou o valor de 12,93%, valor semelhante ao encontrado nesse estudo.

Segundo o GEA NIRO RESEARCH LABORATORY (2003), a classificação dos pós quanto à higroscopicidade (%) varia entre: Não higroscópico (< 10); ligeiramente higroscópico (10,1 – 15,0); Higroscópico (15,1 – 20,0); muito higroscópico (20,1 – 25,0) e extremamente higroscópico (>25). Visto isso, podemos classificar como a polpa de umbu sendo ligeiramente higroscópica, leite caprino e demais formulações da umbuzada sendo não higroscópicas.

Em relação a solubilidade, verificou influências nas temperaturas no leite caprino na temperatura de -20 °C e variações nas formulações II e III apresentando diferenças significativas entre elas. Foi observada diferença estatísticas em ambos os pós obtidos, sendo obtidos as maiores médias na análise do leite caprino, com solubilidade atingida entre 0,6666 e 0,7205, e os menores valores foram observados na polpa de umbu variando entre 0,4795 e 0,4770 g/s, visto que é um fruto com baixo teor de açúcar reduzindo assim o teor de solubilidade. De acordo com Torres (2016), a solubilidade está associada à

estabilidade do produto em pó, e algumas alterações que ocorrem durante o processamento de produtos lácteos, como a cristalização da lactose na estocagem do leite em pó, que causa o empedramento, podem ser ocasionadas pela baixa solubilidade da lactose.

Já as formulações apresentaram pouca diferença entre elas, ambas evidenciaram uma diminuição na solubilidade de acordo com a diminuição da temperatura, provavelmente devido ao acréscimo da solubilidade estar relacionado a diminuição do teor de água do produto. Segundo Canuto et al. (2014), a solubilidade do pó pode estar relacionada ao processo de congelamento e à aplicação de vácuo, gerando produtos amorfos que podem ter estrutura celular quebrada, fazendo com que grandes quantidades de sólidos se dissolvam e se tornem parte do sobrenadante ao se reidratarem.

Os valores médios da molhabilidade dos pós liofilizados da polpa de umbu, leite caprino e demais formulações demonstraram diferença significativa no que diz respeito à variação das temperaturas, obtendo as maiores médias a  $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$  e as menores em  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Os valores variaram entre 0,1076 e 0,0454 g/s sendo estas a  $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$  para a polpa de umbu e a  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  para o leite caprino, respectivamente. As formulações não sofreram muitas variações, observou-se que com o aumento da inclusão do leite (FIII, FII e FI) houve uma redução do teor de molhabilidade, comportamento semelhante ao uso de maltodextrina em produtos em pó. Oliveira (2016), estudando pós de maracujá, verificou uma redução da molhabilidade quando foi adicionando em seu material uma porcentagem crescente de maltodextrina. A temperatura influenciou significativamente em todas as amostras desse estudo.

Observa-se nos valores de ângulo de repouso dos pós de polpa de umbu, verifica-se que não apresentaram diferença significativa entre as temperaturas, já o leite caprino e demais formulações foi observado algumas variações não havendo uma classificação de crescente ou decrescente em seu comportamento. As amostras de forma geral variaram entre  $35,87^{\circ}$  considerado um fluxo bom e  $29,77^{\circ}$  considerado como fluxo excelente, sendo esses valores observados na polpa e no leite caprino, respectivamente.

Entre as formulações, observou-se que a formulação I variou entre  $29,92^{\circ}$  e  $31,91^{\circ}$ , considerando assim apenas a de  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  com fluxo bom e demais temperaturas representando fluxo excelente. Na formulação II todos os resultados obtidos entram na faixa de pós com fluidez boa variando entre  $32,53^{\circ}$  e  $34,32^{\circ}$  nas temperaturas de  $-150$  e  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , respectivamente. Na formulação III que possui uma maior porcentagem de polpa, obteve fluidez boa. Diante desses resultados, os pós obtidos podem ser classificados

segundo a USP (2006) com fluidez de excelente a boa, onde são classificados em termos de propriedades de escoamento. Oliveira (2016) em seu estudo com pós de maracujá do mato, obteve valores semelhantes a este trabalho.

Avaliando os resultados para análise colorimétrica obtidos nas formulações observou-se que, quanto a luminosidade ( $L^*$ ) que, todas as médias foram estatisticamente diferentes, com exceção das formulações I e II que apresentaram valores semelhantes na temperatura de  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ , com valores de 29,2200 e 28,9350, respectivamente. Considerando a variação de luminosidade, tendo em vista que ela pode variar de 0 a 100, onde, quanto mais próximo de 100 mais clara a amostra será, o leite demonstrou os índices mais elevados.

Já a polpa de umbu externou valores mínimos por ser um fruto de tons mais escuros dependendo do seu estágio de maturação, obteve valores variando entre 16,1650 ( $-100\text{ }^\circ\text{C}$ ) e 19,000 ( $-20\text{ }^\circ\text{C}$ ). A cor das polpas de frutas está relacionada com sua qualidade e também com o tipo e quantidade de pigmentos presentes (CHITARRA, 2005). Tanto a polpa de umbu quanto o leite caprino expressaram valores estatisticamente variados entre as temperaturas, porém, sem comportamento fixado.

Em relação a luminosidade das formulações observou-se um escurecimento gradativo com a adição da polpa de umbu, sendo estatisticamente diferente entre elas. Diante das temperaturas foi possível identificar um comportamento definido para a formulação I, onde teve um aumento na luminosidade com a redução da temperatura, podendo ser justificado pelo curto período em que as amostras foram submetidas ao congelamento. Demais formulações demonstraram variações entre as temperaturas. Comportamento similar foi encontrado por Santos (2016) com estudo de polpa de umbu-cajá liofilizado com adição de maltodextrina, observando que a concentração de coadjuvante ou mesmo produtos de tons branco pode interferir diretamente na cor do pó.

No espaço de cores  $L^*a^*b^*$ , o  $L^*$  indica a luminosidade, enquanto que o  $a^*$  e o  $b^*$ , representam as coordenadas cromáticas, sendo  $+a^*$  a direção do vermelho,  $-a^*$  a direção do verde,  $+b^*$  a direção do amarelo e  $-b^*$  a direção do azul. Avaliando as amostras no parâmetro  $a^*$  observa-se que a polpa de umbu representou os maiores valores representados entre 11,0600 e 12,3050 para as temperaturas de  $-100$  e  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. O leite caprino representou os menores teores na intensidade de vermelho variando entre 3,9900 e 3,900 nas temperaturas de  $-20$  e  $-150\text{ }^\circ\text{C}$ , demonstrando um comportamento decrescente com a redução da temperatura. Já as formulações da umbuzada apresentaram valores estatisticamente diferentes, com poucas variações entre



temperaturas, onde observa-se o menor valor de 8,3150 para a formulação III (-100 °C) e a maior média de 12,3500 para a formulação II (-100 °C).

No setor de alimentos, a análise sensorial é de grande importância por avaliar a aceitabilidade e a qualidade do produto, sendo parte inerente ao plano de controle de qualidade de uma indústria. É por meio dos órgãos dos sentidos que se procedem tais avaliações, sendo a cor um dos principais aspectos, pois podem remeter a conceitos pré-formados. (TEIXEIRA, 2009).

Na intensidade do amarelo ( $b^*$ ) analisando a polpa de umbu, o leite caprino e as formulações da umbuzada, foram possíveis identificar a redução da intensidade do amarelo de acordo com a redução da temperatura, onde apenas a formulação III obteve valores estatisticamente iguais nas temperaturas de -20 e -50 °C e também comparadas entre -100 e -150 °C, demais amostras e formulação diferiram de acordo com as temperaturas. A polpa de umbu representou os maiores valores combinados ao parâmetro ( $a^*$ ), obtendo resultados entre 25,9400 (-150 °C) e 29,2500 (-20 °C), uma polpa considerada amarela esverdeada. Já o leite representou os menores valores entre 20,6900 (-20 °C) e 18,5000 (-100 °C), denominado um alimento branco amarelado, intensificando os teores de ácidos graxos presentes. Formulações de umbuzada representaram tons claros com índices crescentes de amarelo, com a inclusão da polpa de umbu, alimento rico em carotenoides.

## 5. CONCLUSÕES

Os resultados para a caracterização química e físico química da polpa de umbu, leite caprino e formulações, ambos in natura, obtiveram valores próximos aos encontrados na literatura, havendo algumas variações tanto na polpa de umbu, onde deve ser considerado todo o processo de plantação, adubação, maturação do fruto, entre outros fatores fisiológicos. O mesmo pode-se dizer para o leite caprino, com alterações que são refletidas de acordo com o estágio de lactação do animal, alimentação, quantidade de parições, sistema de criação, entre outros.

Todas as formulações obtiveram resultados satisfatórios em relação ao comportamento reológico, se ajustando aos modelos reológicos. Foi possível observar que para uma tensão de cisalhamento fixa a taxa de deformação diminuiu com a aumento da temperatura, sendo assim considerado um fluido com comportamento não-newtoniano. Observou-se que em todos os modelos reológicos ajustados na polpa de umbu e demais formulações, a temperatura de 5 °C obteve uma maior tensão de cisalhamento em relação as demais temperaturas apresentadas, demonstrando aumento da viscosidade com a redução da temperatura. O inverso ocorreu com a elevação da temperatura, aumentando assim a mobilidade das partículas diminuindo e consequentemente a viscosidade.

O congelamento da polpa de umbu, do leite caprino e suas formulações, ocorreu uma visível a redução do tempo à medida que a temperatura do congelamento diminuiu, porém, verificou-se que a velocidade de congelamento das formulações foi influenciada pelo percentual de polpa de umbu nas formulações, onde quanto maior a quantidade de polpa menor a velocidade de congelamento. A difusividade média aumentou com a redução da temperatura. Todas as curvas foram bem apresentadas, demonstrando as 3 fases do congelamento bem estabelecida, resfriamento (FASE I), cristalização (FASE II) e congelamento (FASE III). Os Modelos de Fourier e Cavalcanti-Mata e Duarte apresentaram bons ajustes aos dados experimentais para todas as temperaturas.

Dentre os modelos estudados para a cinética de liofilização, os modelos de Cavalcanti-Mata e Midilli et al. foram os que apresentaram os melhores ajustes em todas as amostras estudadas, com coeficientes de determinação ajustado ( $R^2_a$ ) superiores a 98%, valores baixos de SE, DQM e magnitudes do erro médio relativo (P) inferior a 10%, sendo possível a utilização desses modelos para descrever o processo de liofilização. Em todos os modelos estudados, os valores de difusividade efetiva de sublimação ( $D_s$ ) e dos

coeficientes de sublimação ( $k_s$ ) decresceram gradualmente de acordo com a redução das temperaturas de congelamento.

Quanto a caracterização dos pós, foi possível observar que os produtos observados isoladamente possuem uma grande diferença em seus teores nutricionais, principalmente no que tange as proteínas, lipídeos e carboidratos. As formulações em pó da umbuzada diferiram entre si onde, quanto maior a adição da polpa de umbu, menor os teores lipídicos, proteicos e níveis de carboidratos, resultando conseqüentemente nos valores energéticos, sendo a formulação III a que representou os melhores valores diante de análises químicas e físico químicas.

A análise física dos pós é possível notar uma alta higroscopicidade em amostras com maiores teores de polpa e um aumento de umidade. Diante desses fatores, pode-se considerar a formulação II mais propícia diante de diversos aspectos, incluindo teores importantes para a saúde e consumo humano. O teor de água das amostras aumentou com a diminuição do gradiente de temperatura de pré-congelamento, o índice de solubilidade dos pós diminuiu com a redução da temperatura de pré-congelamento.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, E.; STEFFENS, J.; STEFFENS, C.; DAHMER, A. Obtenção e caracterização de iogurte em pó de leite de ovelha. **Blucher Chemical Engineering Proceedings**, 1(3), 1962-1967, 2015.

ALMEIDA, M. M. B.; DE SOUSA, P. H. M.; ARRIAGA, Â. M. C.; DO PRADO, G. M.; DE CARVALHO MAGALHÃES, C. E.; MAIA, G. A.; DE LEMOS, T. L. G. Bioactive compounds and antioxidant activity of fresh exotic fruits from Northeastern Brazil. **Food Research International**, v. 44, n. 7, p. 2155- 2159, 2011.

ALVARDO, J.D.; AGUILERA, J.M. Métodos para medir Propriedades Físicas em Indústrias de Alimentos. Ed. Acribia S.A. Zaragoza, p.410. 2001.

ALVES, R. A.; QUEIROZ, A. J. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F. DE; SILVA, W. P.; GOMES, J. P. Solar drying of cowpea bean combined with drying in a heat accumulator dryer. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.23, n.9, p.709–715, 2019.

ALVES, T. P.; DA SILVA, R. A. C.; SANTOS, N. S.; DE SALES SILVA, J. C.; DANTAS, F. A. L. Qualidade pós-colheita de frutos do umbuzeiro (*Spondias tuberosa* Arruda) armazenados sob atmosfera modificada. **Diversitas Journal**, v. 5, n. 3, p. 1523-1535, 2020.

AMARAL, D. S.; AMARAL, D. S.; NETO, L. G. M. Tendências de consumo de leite de cabra: enfoque para melhoria da qualidade. **Revista Verde**, v. 6, n. 1, p. 39-42, jan./mar, 2011.

ANDRADE, R. O. Conservação de polpa de araçá-boi submetida à irradiação gama e liofilização. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos). Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande-PB, 2019.

ANJOS, D. A.; LIMA, F. S.; de SOUSA, M. C. Quantificação do teor de proteínas e lactose do liofilizado do leite de cabra. **Blucher Chemistry Proceedings**, 3(1), 1019-1026, 2015.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis**. USA, 14.ed. Arlington, p. 1041, 1997.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis**. USA, 18.ed. 3ª Review, Washington, p. 1094, 2010.

ARAÚJO, N.G.; BARBOSA, F.F. Bebida láctea com leite caprino e soro caprino é alternativa para aproveitamento da polpa de umbu. **Revista do Instituto Laticínios Cândido Tostes**, v.70, n.2, p. 85-92, 2015.

ARAÚJO-DÍAZ, S. B.; LEYVA-PORRAS, C.; AGUIRRE-BAÑUELOS, P.; ÁLVAREZ-SALAS, C.; SAAVEDRA-LEOS, Z. Evaluation of the physical properties and conservation of the antioxidants content employing inulin and maltodextrin in the spray drying of blueberry juice. **Carbohydrate Polymers j**, v. 167, p. 317–325, 2017.

AZEVEDO, L.; MILEIB, C.; VISSOTTO, F. Z.; DE CARVALHO-SILVA, L. B. Food for special needs: ingredients, development and agglomeration. **Revista de nutrição-brazilian journal of nutrition**, 24(2), 315-322, 2011.

BAHUKHANDI, A.; DHYANI, P.; BHATT I. D.; RAWAL, R. S. Variation in Polyphenolics and Antioxidant Activity of Traditional Apple Cultivars from West Himalaya, Uttarakhand. **Horticultural Plant Journal**, 4 (4): 151–157, 2018.

BALTHAZAR, C. F.; PIMENTEL, T. C.; FERRÃO, L. L.; ALMADA, C. N.; SANTILLO, A.; ALBENZIO, M.; MOLLAKHALILI, N.; MORTAZAVIAN, A. M.; NASCIMENTO, J. S.; SILVA, M. C.; FREITAS, M. Q.; SANT'ANA, A. S.; GRANATO, D.; CRUZ, A. G. Sheep Milk: Physicochemical Characteristics and Relevance for Functional Food Development. **Comprehensive Reviews In Food Science And Food Safety**, v. 16, n. 2, p.247-262, 2017.

BARBOSA-CÁNOVAS, G.; VEGA-MERCADO, H.; IBARZ, A. Deshidratación de alimentos. Zaragoza: Acribia. 2000.

BARRETO, A. A. C. M. Propriedades funcional e sensorial de iogurtes de leite de cabra adicionados de polpas de acerola e caju. 2020.

BENASSI, M. T.; ANTUNES, A. J. A. Comparison of meta-phosphoric and oxalic acids as extractant solutions for determination of vitamin C in selected vegetables. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**, v.31, n.4, p.507-503, 1998.

BEZERRA, J.R.M.V. Comportamento reológico da polpa de manga (*Mangifera indica* L-Keitt). 2000. 157 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2000.

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

BORGOGNONI, C. F. Otimização da liofilização do pericárdio bovino com auxílio de ferramentas matemáticas. 2009. 99 f. Tese (Doutorado em Tecnologia Química - Farmaceutica) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 37 de 31 de outubro de 2000. Aprova o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite de Cabra. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, 08 nov. 2000.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Regulamento Técnico sobre a Ingestão Diária Recomendada (IDR) de Proteína, Vitaminas e Minerais. **Resolução de Diretoria Colegiada** n.º 269 de 22 de setembro de 2005.

BRASIL. Resolução RDC nº 360, de 23 dezembro 2003: regulamento técnico sobre rotulagem nutricional de alimentos embalados. **Diário Oficial** [da] República Federativa do Brasil, Brasília, 26 dez. 2003.

CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. **Journal of Food Science**, v.65, n.6, p.1248-1252, 2000.

- CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P.C.; RAMOS, A.M.; CAL-VIDAL, C. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v.6, p.420-428, 2005.
- CANUTO, H. M. P.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior of freeze-dried papaya pulp powder with maltodextrin. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 36, n. 1, p. 179-185, 2014.
- CASTRO, C. N. A agricultura no Nordeste brasileiro: oportunidades e limitações ao desenvolvimento. Rio de Janeiro: Ipea, 2012.
- CAVALCANTI-MATA, M. E. R. M.; DUARTE, M. E. M. Teoria e modelos matemáticos para congelamento de sementes. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, v.13, p. 256-266, 2011.
- CHAKRABORTY, R.; SAHA, A. K.; BHATTACHARYA, P. Modeling and simulation of parametric sensitivity in primary freeze-drying of foodstuffs. **Separation and Purification Technology**, v. 49, n. 3, p. 258-263, 2006.
- CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de Frutas e Hortaliças: Fisiologia e Manuseio**. v. 2, p. 785, 2005.
- CHOUDHURY, M. M. Foco no agronegócio de manga. *Revista Com Você*, v. 15, n. 143, p. 07, 2001.
- COSTA, R. G.; BELTRÃO FILHO, E. M.; DE SOUSA, S.; DA CRUZ, G. R. B.; QUEIROGA, R.D. C. R.D. E.; DA CRUZ, E. N. Physicochemical and sensory characteristics of yoghurts made from goat and cow milk. **Animal Science Journal**, 87 (5), 703–709, 2016.
- DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. 4.ed. Porto Alegre: Artmed, 2010.
- DIAMANTE, L.; UMEMOTO, M. Rheological properties of fruits and vegetables: A review. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n.6, p. 1191 – 1210, 2015.
- EASTMAN, J. E.; MOORE, C. O. Cold water soluble granular starch for gelled food composition. U.S. **Patent** 4464702, 1984.
- EVANGELISTA, J. **Tecnologia de alimentos**. São Paulo: Atheneu, 652 p. 2005.
- EZHILARASI, P. N.; INDRANI, D.; JENA, B. S.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Freeze drying technique for microencapsulation of Garcinia fruit extract and its effect on bread quality. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 513–520, 2013.
- FAO - FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION. 2017. **Banco de dados FAOSTAT**. Disponível em: <http://apps.fao.org>. Acesso 20 abr. 2019.
- FARIAS, P. K. S.; NOGUEIRA, G. A. B.; DOS SANTOS, S. G. A.; PRATES, R. P.; DE SOUZA, C. N. Contagem de bactérias lácticas em iogurtes comerciais. **Caderno de Ciências Agrárias**, 8(3), 38-44, 2016.

FELISBERTO, N. D. O.; OLIVEIRA, L.; CORDEIRO, A. Sistemas de produção de caprinos leiteiros. In: Embrapa Caprinos e Ovinos-Artigo em anais de congresso (ALICE). In: WORKSHOP SOBRE PRODUÇÃO DE CAPRINOS NA REGIÃO DA MATA ATLÂNTICA, 13., Coronel Pacheco. Anais... Sobral: Embrapa Caprinos e Ovinos; Coronel Pacheco: **Embrapa Gado de Leite**, p. 11-35. 2016.

FERREIRA JUNIOR, W. N.; RESENDE, O.; PINHEIRO, G. K. L.; SILVA, L.C.M.; SOUZA, D. G.; SOUSA, K. A. Modeling and thermodynamic properties of the drying of tamarind (*Tamarindus indica* L.) seeds. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.25, n.1, p.37-43, 2021.

FERREIRA, J. C. Processos para o desenvolvimento da umbuzada em pó liofilizada, composta de polpa de umbu, extrato de soja e rapadura. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos), Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2011.

FIGUEIREDO, R. Princípios de secagem de produtos biológicos. João Pessoa: **Editora universitária** - UFPB, 229 p. 2004.

FOLCH, J.; LESS, M.; STANLEY, S. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. **Journal Biological Chemistry**, v.226, n.1, p.497-509, 1957.

FORNY, L.; MARABI, A.; PALZER, S. Wetting, disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders. **Powder Technology**, v. 206, n. 1-2, p. 72-78. 2011.

FREUDIG, B.; HOGEKAMP, S.; SCHUBERT, H. Dispersion of powders in liquids in a stirred vessel. **Chemical Engineering and Processing: Process intensification**, v.38, n4-6, p.525-532, 1999.

GARCIA, V.; ROVIRA, S.; BOUTOIAL, K.; LÓPEZ, M. B. Improvements in goat milk quality: A review. **Small Ruminant Research**, v.1, n.1, p. 51-57, 2014.

GEA Niro Research Laboratory. Analytical methods dry milk products. **GEA Niro analytical methods. Soeborg**, Denmark, 2003.

GURJÃO, F. F.; CARNEIRO, G. G.; PESSOA, T.; SILVA, D. R. S.; MIRANDA, D. S. A. Comportamento reológico de iogurte de cajá comercializado em Campina Grande, Paraíba. **Tecnologia & Ciência Agropecuária**, v.11, n.3, p.63-67, 2017.

HARTMAN, L.; LAGO, B.C. A rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. **Laboratory Practice**, v. 22, p. 475-477, 1973.

HODGKINSON, A. J.; WALLACE, O. A. M.; BOGGS, I.; BROADHURST, M.; PROSSER, C. G. Gastric digestion of cow and goat milk: Impact of infant and young child in vitro digestion conditions. **Food Chemistry**, v. 245, p.275-281, 2017.

HOLDSWORTH, S.D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behavior of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, Chicago, v.2, n.4, p.393-418, 1971.

HOLDSWORTH, S.D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behavior of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, Chicago, v.2, n.4, p.393-418, 1971.

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

IAL. INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas, métodos químicos e físicos para análises de alimentos**. 4.ed. São Paulo, 1020p, 2008.

IBGE: Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - **Censo Agropecuário**, 2018.

JENNINGS, T. A. Lyophilization: Introduction and basic principles. Boca Raton: CRC Press LLC, 646 p, 2009.

JIDEAN, V. A.; MPOTOKWANA, S. M. Modeling of water absorption of botswana bambara varieties using Peleg's equation. **Journal of Food Engineering**, v. 92, p.182–188, 2009.

KENENI, Y. G.; HVOSLEF-EIDE, A. K; MARCHETTI, J. M. Mathematical modelling of the drying kinetics of *Jatropha curcas* L. seeds. **Industrial Crops and Products**, v.132, p.12–20, 2019.

KUMAR, C.; KARIM, M.A.; JOARDDER, M.U. **Intermittent drying of food products: A critical review**. **Journal of Food Engineering**, v. 121, p. 48-57, 2014.

KUROZAWA, L. E.; PARK, K. J.; HUBINGER, M. D. Effect of maltodextrin and gum arabic on water sorption and glass transition temperature of spray dried chicken meat hydrolysate protein. **Journal of Food Engineering**, v.91, p.287-296, 2009.

LEWIS, M.J. **Propriedades Físicas de los alimentos y de los sistemas de procesado**. 1 ed. Ed. Acribia. Zaragoza, 1993.

LIMA, A. M. D.; CRUZ, G. R. B. D.; COSTA, R. G. D.; RIBEIRO, N. L.; BELTRÃO FILHO, E. M.; SOUSA, S. D.; SANTOS, D. G. D. Physical-chemical and microbiological quality of milk and cheese of goats fed with bidestilated glycerin. **Food Science and Technology**, 2020.

LIMA, J. S.; LIMA, R. S.; GONÇALVES, S. D.; LADEIRA, S. A. Incluir calda de caju em iogurte a base de leite de cabra pode aumentar a aceitação sensorial. **Revista INGI-Indicação Geográfica e Inovação**, Aracaju, v. 3, n. 4, p. 476-489, 2019.

LIMA, L. L. D. A.; OLIVEIRA E SILVA, A. M.; FERREIRA, I. M.; NUNES, T. P.; CARVALHO, M. G. D. Néctar misto de umbu (*Spondias tuberosa* Arr. Câmara) e mangaba (*Hancornia Speciosa* Gomes): elaboração e avaliação da qualidade. **Brazilian Journal of Food Technology**, 2018.

MAIA, J. F.; NASCIMENTO, S. G. DA S.; NUNES, O. M. Tecnologia e desenvolvimento no agronegócio: **Revista Científica Agropampa**, v. 1, n. 1, p. 3-13, 2 jul. 2020.



- MALIK, S.; GOUSETI, O.; BAKALIS, S. Effect of freezing on microstructure and reconstitution of freeze-dried high solid hydrocolloid-based systems. **Food Chemistry**, v. 63, n. 1, p. 1–10, 2018.
- MARINHO, M. V. M.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M.; SANTIAGO, V. M. S.; GOMES, J. P. Análise físico-química e sensorial de iogurte de leite de cabra com polpa de umbu. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 14, p. 497-510, 2012.
- MARQUES, L. G. Liofilização de frutas tropicais. Universidade Federal de São Carlos-SP. Tese de Doutorado. 2008.
- MCARDLE, W. D.; KATCH, F. I.; KATCH, V. L. Fisiologia do exercício: nutrição, energia e desempenho humano. 7. ed. Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 2013.
- MELO, E.A.; ANDRADE, R.A.M.S. Compostos bioativos e potencial antioxidante de frutos do umbuzeiro. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v.21, n.3, p.453-457, 2010.
- MENEZES, C. C.; BORGES, S. V.; CIRILLO, M. Â.; FERRUA, F. Q.; OLIVEIRA, L. F.; MESQUITA, K. S. Caracterização física e físico-química de diferentes formulações de doce de goiaba (*Psidium guajava* L.) da cultivar Pedro Sato. **Ciências e Tecnologia dos Alimentos**. v. 29, n. 3, p. 618-25, 2009.
- METTA, F. I. K.; AYROSA, A. M. I. B.; PALETTA, F. C. O papel da liofilização na conservação de alimentos pelo controle da umidade. In XII Safety, Health and Environment World Congress. 2012.
- MITSCHKA, P. **Simple conversion of brookfield RVT: readings into viscosity functions**, 1982.
- MONTE, M. J. Pressão de vapor. **Revista de Ciência Elementar**. 2018.
- MORAES RR. Refratometria [online]. Teresina, Brasil; 2006. Disponível em: <http://www.fapepi.pi.gov.br/novafapepi/ciencia/documentos/>. Acesso em: 18 jan 2021.
- MORAIS, M. F.; SANTOS, J. R. O.; SANTOS, D. C.; COSTA, T. N.; LIMA, J. B. Modeling and thermodynamic properties of ‘bacaba’ pulp drying. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.23, n.9, p.702-708, 2019.
- MOURA OLIVEIRA, K. A.; JARDIM, D. M., DA SILVA CHAVES, K.; DE OLIVEIRA, G. V.; VIDIGAL, M. C. T. R. Avaliação físico-química, microbiológica e sensorial de queijo minas frescal de leite de cabra desenvolvido por acidificação direta e fermentação láctica. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, 71(3), 166-178. 2016.
- MOURA, R. L. Liofilização de polpa de pitaya. 2015. 132f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, Paraíba, 2015.
- MOURA, S. C. S. R. D.; VISSOTTO, F. Z.; RUFFI, C. R. G.; ALVES JÚNIOR, P. Propriedades físicas e reológicas de produtos à base de frutas. **Brazilian Journal of Food Technology**, 2016.

NUNES, A. T.; CABRAL, D. L. V.; AMORIM, E. L. C.; DOS SANTOS, M. V. F.; ALBUQUERQUE, U. P. Plants used to feed ruminants in semi-arid Brazil: A study of nutritional composition guided by local ecological knowledge. **Journal of Arid Environments**, v. 135, p. 96-103, 2016.

OLIVEIRA, J. A. R.; CARVALHO, A. V.; MARTINS, L. H. S.; MOREIRA, D. K. T. Elaboração e caracterização físico-química e sensorial de estruturados de polpa concentrada de abacaxi. **Revista Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 23, n. 1, p. 23-31, 2012.

OLIVEIRA, R. G. M.; LOPES, C. C. B.; MELO, J. C. S.; COSTA, C. H. C.; BADARO, A. D. S. Viscosidade aparente da polpa de manga espada. **Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, 14(1), 99-103, 2019.

OLIVEIRA, S. N. de. Liofilização de polpa de maracujá do mato (*Passiflora cincinnata* Mast.) para obtenção de produtos alimentícios. 2016. 274 f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola). Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, 2016.

OLIVEIRA, V. S. D.; AFONSO, M. R. A.; COSTA, J. M. C. D. Caracterização físico-química e comportamento higroscópico de sapoti liofilizado. **Revista Ciência Agrônômica**, 42, 342-348. 2011.

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

PELLEGRINI, L.G.; CASSANEGO, D.B.; GUSSO, A.P.; MATTANNA, P.; SILVA, S.V. Características físico-químicas de leite bovino, caprino e Ovino. **Synergismus scyentifica UTFPR**, v.7, n.1, 2012.

PEREZ CASTILLO, N. L. Estudio teórico y experimental de la liofilización de locos (concholepas concholepas) (tesis de pregrado). Universidad de Santiago de Chile. Facultad de ingeniería. Departamento de ingeniería química. Santiago, Chile. 2010.

PINHEIRO, G. K. L.; OLIVEIRA, D. E. C.; FERREIRA JUNIOR, W. N.; RESENDE, O. Drying kinetics of yellow mombin (*Spondias mombin* L.) epicarp. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.24, n.2, p.121-127, 2020.

POLITI, F. A. S. Estudos farmacognósticos e avaliação de atividades biológicas de extratos obtidos das cascas pulverizadas de endopleura uchi (huber) cuatrec. (humiriaceae). 2009. 143f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade Estadual Paulista. “Júlio de Mesquita Filho”. Araraquara, 2009.

PRISTA, L. V. N.; ALVES, A. C.; LOBO, J. S.; MORGADO, R. **Tecnologia Farmacêutica**. 5. ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1995.

PROVESI, J. G.; AMANTE, E. R. Revisão: Proteínas anticongelantes—uma tecnologia emergente para o congelamento de alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, 18(1), 2-13. 2015.

QUEIROZ, A.J.M. Estudo do comportamento reológico dos sucos de abacaxi e manga. Campinas: Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. 170 p. Tese Doutorado. 1998.

QUEIROZ, A.J.M.; VIDAL, J.R.M.; GASPARETTO, C.A. Armazenamento e processamento de produtos agrícolas: Influência de diferentes teores de sólidos insolúveis suspensos nas características reológicas de sucos de abacaxi naturais e despectinizados. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.4, n.1, 2000.

RAMALHO, S. A.; GUALBERTO, N. C.; OLIVEIRA, G. B.; GOMES, E. D.; MIRANDA, R. M.; NARAIN, N. Evaluation of antioxidant capacity and L-ascorbic acid content in Brazilian tropical fruits acerola (*Malpighia emarginata*), mangaba (*Harconia speciosa*), siriguela (*Spondias purpurea*) and umbu (*Spondias tuberosa*). **Planta medica**, v. 77, p. 200-212, 2011.

RIBEIRO, L.O.; VIANA, E.S.; GODOY, R.L.O.; FREITAS, S.C.; FREITAS, S.P.; MATTA, V.M. Nutrients and bioactive compounds of pulp, peel and seed from umbu fruit. **Ciência Rural**, v.49, n.09, 2019.

RUFINO, M. S. M.; ALVES, R. E.; BRITO, E. S.; PÉREZ-JIMÉNEZ, J.; SAURACALIXTO, F.; MANCINI-FILHO, J. Bioactive compounds and antioxidant capacities of 18 non-traditional tropical fruits from Brazil. **Food Chemistry** 121, 996–1002. 2010.

SANTOS DE MENEZES, P. H.; SOUZA, A. A. D.; SILVA, E. S. D.; MEDEIROS, R. D. D.; BARBOSA, N. C.; GARCIA SORIA, D. Influência do estágio de maturação na qualidade físico-química de frutos de umbu (*Spondias tuberosa*). **Scientia Agropecuaria**, v. 8, n. 1, p. 73-78, 2017

SANTOS, C. A. F.; OLIVEIRA, V. R. D.; AIDAR, S. D. T.; RYBKA, A. C. P.; CASTRO, C. D. P. D. C.; BIASOTO, A. C. T. The potential of “umbuzeiro” genotypes for the development of preserves. **Ciência Rural**, 2015.

SANTOS, D. C.; LEITE, D. D. F.; LISBÔA, J. F.; FERREIRA, J. P. L.; SANTOS, F. S.; LIMA, T. L. B.; FIGUEIREDO, R. M. F.; COSTA, T. N. Modelling and thermodynamic properties of the drying of acuri slices. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.22, p.1-12, 2019.

SANTOS, D.C.; ROCHA, A.P.T.; GOMES, J.P.; OLIVEIRA, E.N.A.; ALBUQUERQUE, E.M.B.; ARAUJO, G.T. Storage of umbu-cajá pulp powder produced by lyophilization. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.20, n.12, p. 1118-1123, 2016.

SANTOS, M. B.; CARDOSO, R. L.; FONSECA, A. A. O.; CONCEIÇÃO, M. N. Caracterização e qualidade de frutos de umbu-cajá (*Spondias tuberosa* X *S. mombin*) provenientes do recôncavo sul da Bahia. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 32, n. 4, p. 1089-1097, 2010.

SANTOS, R. T. D. S.; SANTOS, C. A. F.; OLIVEIRA, V. R. D.; AIDAR, S. D. T.; RYBKA, A. C. P.; CASTRO, C. D. P. D. C.; BIASOTO, A. C. T. Potencial de genótipos de umbuzeiro para o desenvolvimento de doce em massa. **Ciência Rural**, v. 51, n. 2, 2021.

SANTOS, R.T.S; LIMA, A.S.; CASTRO, C.D.P.C.; RYBKA, A.C.P.; ASSIS, J.S.; MARQUES, A.T.B. Avaliação físico-química da polpa de umbu em diferentes estádios de maturação. EMBRAPA, 2017. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/1084589/1/Aline20173.pdf>. Acessado em: 13/01/2020.

SILVA, A. S. D.; SANTANA, L. R. R. D.; BISPO, E. D. S.; Lopes, M. V. Use of Umbu (*Spondias tuberosa* arr. Camara) pulp for preparation of diet cereal bar. **Revista Brasileira de Fruticultura**, 2018.

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

SILVA, H. W.; FAVARIN, S. A importância econômica da criação de cabra leiteira para o desenvolvimento rural. **Revista Científica Rural**, v. 22, n. 11, p. 46-53, 2020.

SILVA, L. M. M. Comportamento reológico e caracterização físico-química de polpa e geleia de umbu (*spondias tuberosa* arruda câmara). **Dissertação** (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 2013.

SILVA, L.; RODRIGUES, A.; AMANTE, E.; PINHEIRO, R. Caracterização química da amêndoa de frutos amazônicos e seu aproveitamento na elaboração de extratos. **Blucher Chemical Engineering Proceedings**, v.1, 3366-3373, 2015

SILVA, M. D. C. M.; SANTANA, Y. A. G.; MELO, S. S.; NUNES, R. G. F. L. Elaboração, caracterização e avaliação de kefir à base de leite de cabra. **PUBVET**, Londrina, V. 6, N. 15, Ed. 202, Art. 1356, 2012.

SILVA, M. I.; DA SILVA, G. R.; DE ARAÚJO ALVES, J. E.; NOBRE, J. Caracterização físico-química da polpa de umbu in natura. 2017.

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

SOUSA, F. M.; CAVALCANTI-MATA, M. E. R. M.; DUARTE, M.E.M.; MELO, M. O. P.; LEITE FILHO, M. T.; SANTOS, R. M. S.; ALMEIDA, M. D. A.; ANDRÉ, A. M. M. C. N.; LÚCIO, A. S.; SANTOS, K. L.; MARTINS, J. J. A.; RODRIGUES, Cinética de liofilização e modelagem matemática do leite asinino. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 2, 2021.

SOUSA, R. V. Secagem em camada fina e espessa de grãos de arroz vermelho em casca: avaliação experimental, modelagem e simulação. 2017. 207p. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos), Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2017.

SOUZA ARAUJO, D. F.; DE ASSIS, P. O. A.; RODRIGUES, R. A. V.; GUERRA, G. C. B.; DO EGYPTO, R. D. C. R. Produtos lácteos caprinos: constituintes e

funcionalidade/Goat dairy products: constituents and functionality. **Brazilian Journal of Health Review**, v. 2, n. 1, p. 536-556, 2019.

STEFFE, J. F. Rheological methods in food process engineering. 2 ed. **East Lansing, Michigan State**, USA: Freeman Press, p. 418, 1996.

TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos**. UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS. Campinas. 2011

TADINI, C. C., TELIS; V. R. N.; DE ALMEIDA MEIRELLES, A. J. Operações unitárias na indústria de alimentos. **Grupo Gen-LTC**.2016.

TEIXEIRA, L. V. Análise sensorial na indústria de alimentos. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, 64(366), 12-21. 2009.

TONON, R.V. Secagem por atomização do suco de açaí: influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto. 2009. 242f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

TORRES, J. K. F. Caracterização e secagem em spray dryer de leite em pó integral com lactose hidrolisada. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, Minas Gerais, 2016.

UCHOA, A.M.A.; COSTA, J.M.C.; MAIA, G.A.; SILVA, E.M.C.; CARVALHO, A.F.F.U.; MEIRA, T.R. Parâmetros físico-químicos, teor de fibra bruta e alimentar de pós alimentícios obtidos de resíduos de frutas tropicais. **Segurança Alimentar e Nutricional**, Campinas, v.15, n.2, p.58-65, 2008.

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

VALENZUELA, J. C.; VERGARA-SALINAS, J. R.; PEREZ-CORREA, J. R. Advances in technologies for producing food-relevant polyphenols. CRC Press. 2016.

VASCONCELOS, M. A. D. S.; MELO, F. A. B. D. Conservação de alimentos. 2016.

VERRUCK, S.; DANTAS, A.; PRUDENCIO, E. S. Functionality of the components from goat's milk, recent advances for functional dairy products development and its implications on human health. **Journal of Functional Foods**, v. 52, p.243-257, 2019.

VIDAL, J. R. M. B.; GASPARETTO, C. A.; GRANDIN, A. Efeito da temperatura no comportamento reológico da polpa de manga. **Revista Ciências Exatas e Naturais**, v.1, n.2, p.69-76, 2000.

VIEIRA, A. P.; NICOLETI, J. F.; TELIS, V. R. N. Liofilização de fatias de abacaxi: avaliação da cinética de secagem e da qualidade do produto. **Brazilian Journal Food Technology**, v. 15, n.1, p. 50-58, 2012.

ZHU, Y.; LEGG, S.; LAIRD, C. D. Optimal design of cryogenic air separation columns under uncertainty. **Computers & Chemical Engineering**, 34(9), 1377-1384. 2010.

ZHU, Y.; WANG, J.; WANG, C. Research on the preparation, uniformity and stability of mixed standard substance for rapid detection of goat milk composition. **Animal Science Journal**, 89(5), 794-801. 2018.