

## OBTENÇÃO DE GRAVIOLA EM PO PELO PROCESSO DE LIOFILIZAÇÃO

Mario Eduardo R.M. Cavalcanti Mata<sup>1</sup>, Maria Elita Martins Duarte<sup>2</sup>,  
George Carlos S Alsemo<sup>3</sup>, Edson Rodrigues<sup>4</sup>, Manuel Adalberto Guedes<sup>5</sup>,  
Anna Sylvia R de R.M. Cavalcanti<sup>6</sup>, Camila Carol Albuquerque Oliveira<sup>6</sup>

### RESUMO

Este trabalho teve como objetivo obter a graviola em pó, submetendo a polpa de graviola a um processo de liofilização e em seguida a uma maceração em rolos cilíndricos de graduação variável. Para o processo de liofilização, a polpa de graviola foi congelada a uma temperatura de -50°C, tendo-se estabelecido nesta temperatura, sua cinética de congelamento. Para esta finalidade foi utilizada uma unidade criogênica composta de um sistema de controle de temperatura que varia de -50 a -90 °C. Depois do produto congelado o material foi levado a um liofilizador Terroni Modelo LB 1500 onde a polpa congelada foi submetida a um vácuo parcial de 50 microns de Hg. O material em forma de pó e em forma de polpa foi submetido a análises química para determinação de ácido ascórbico, açúcares totais e redutores, acidez total titulável, determinação dos sólidos solúveis totais e pH. As análises foram feitas seguindo-se as metodologias propostas pela AOAC e por Benassi e Antunes para ácido ascórbico. A graviola em pó produzida foi, também, submetida a uma análise sensorial quanto aos aspectos de cor, sabor, aroma e aparência. Para comprovação de manutenção do sabor, o produto em pó foi reconstituído com água sendo elaborado um suco de graviola com os mesmos quantitativos de elaboração de um suco de graviola proveniente de uma fruta “in natura”. Desta forma neste trabalho pode-se concluir que graviola em pó obtida pelo processo de liofilização conserva em grande parte as suas características organolépticas, no entanto os valores nutricionais foram alterados em virtude do produto ter sofrido uma concentração.

**Palavras-chave:** *Annona muricata* L, baixas-temperaturas, fruta em pó

## SOURSOP POWDER OBTAINED FOR THE FREEZE-DRYING PROCESS

### ABSTRACT

This work had as objective to obtain the powdered soursop, submitting the soursop pulp to a freeze-drying process and soon after to a triturated process in cylindrical rolls of variable graduation. For the freeze-drying process, the soursop pulp was frozen to a temperature of -50°C. At this temperature, it was established its freezing kinetics. For this purpose, it was used a cryogenic unit composed of a system of temperature control that varies from -50 to -90°C. After the product is frozen, the material was taken to freeze-drying equipment Model LB 1500-Terroni, where the frozen pulp was submitted to a partial vacuum of 50 microns of Hg. The material, in powder and in pulp forms, was submitted to the chemistry analyses for the determination of ascorbic acid, total and reducer sugar, acidity total titration, determination of the total soluble solids and pH. The proposed methodologies by AOAC and by Benassi and Antunes for ascorbic acid were followed to the elaboration of the analyses. The produced

---

Protocolo 732 de 12 de março de 2005

<sup>1</sup> Eng. Agrícola, Prof. Doutor do Dep. Eng. Agrícola, CTRN/UFCG, Campina Grande, PB 58109-970, Tel +55(0)83 3310-1551, mmata@deag.ufcg.edu.br

<sup>2</sup> Eng. Agrícola, Prof. Doutor do Dep. Eng. Agrícola, CTRN/UFCG, Campina Grande, PB 58109-970, Tel +55(0)83 3310-1552, elita@deag.ufcg.edu.br

<sup>3</sup> Estudante do Curso de Engenharia Agrícola, Bolsita de Iniciação Científica, CNPq

<sup>4</sup> Estudante do Curso de Engenharia Química, Bolsita de Iniciação Científica, CNPq

<sup>5</sup> Engenheiro Elétrico, Unidade Acadêmica de Engenharia Elétrica, email: [adalberto@dee.ufcg.edu.br](mailto:adalberto@dee.ufcg.edu.br)

<sup>6</sup> Design Industrial, Unidade Acadêmica de Desenho Industrial - UFCG

powdered soursop was also submitted to a sensorial analysis in relation to the color, flavor, aroma and appearance aspects. The powdered product was reconstituted with water and it was elaborated a soursop juice with the same quantitative aspects of elaboration of a juice made with an “in natura” fruit for the confirmation of maintenance of the flavor. It can be concluded in this work that the powdered soursop obtained by the freeze-drying process largely conserves its organoleptics characteristics, however, the nutritional values were altered because the product have suffered a concentration due to the elimination of the water

**Keyword:** *Annona muricata* L, low-temperatures, powdered fruit

## INTRODUÇÃO

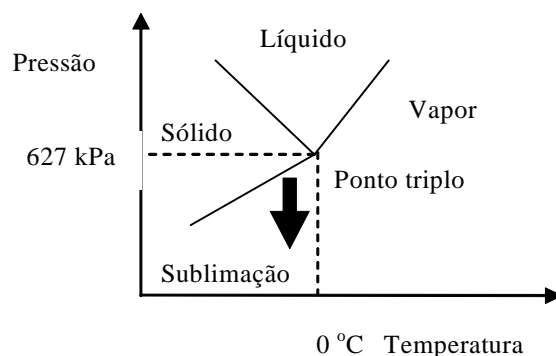
A região Nordeste destaca-se por apresentar uma grande diversidade de espécies frutíferas de grande valor comercial, dentre estas se pode citar a graviola, Figura 1, cuja espécie oferece frutos abundantes e nutritivos, e se encontra, atualmente, no cenário mundial como uma frutífera medicinal. De acordo com Barbosa et al. (2003), esta fruta tem grande potencial de comercialização no mercado interno e grande perspectiva para a exportação.



**Figura 1.** A fruta graviola na gôndola de um supermercado

Atualmente tem-se empregado novas tecnologias que permitem processar a fruta na forma de pó, fazendo com que o fruto, que antes era consumido só em sua época de safra, hoje possa ser consumido em qualquer período do ano. O processo utilizado foi o da liofilização que faz com que a água contida no produto, passe do estado sólido (produto congelado) para o estado gasoso sem passar pelo estado líquido, ocorrendo desta forma, o

processo de sublimação, Figura 2 (Ibarz e Barbosa-Cánovas, 1999).



**Figura 2.** Diagrama de fases da água

Esta técnica consiste em, inicialmente, congelar o produto muito, rapidamente, para fazer com que as suas características de sabor, aroma e constituintes químicos, sejam preservadas. Na etapa subsequente o material congelado é submetido a um vácuo parcial, ocasionando a secagem do produto para aproximadamente 2% base úmida. O material sólido e desidratado é submetido a uma moagem até atingir tamanhos de partículas desejáveis à industrialização. Este produto em pó pode ser utilizado para fazer o suco e também pode ser utilizado na indústria alimentícia para fazer doces, pães e biscoitos, entre outros produtos (Cavalcanti Mata et al., 2003).

Portanto, o presente trabalho tem como objetivo geral secar polpa de graviola por liofilização e triturá-la para obtenção da graviola em pó.

Os objetivos específicos deste trabalho foram:

- Determinar os constituintes químicos (da graviola “in natura” e em forma de pó
- Estabelecer a cinética de congelamento de uma placa plana de polpa de graviola à temperatura de -50 °C.
- Realizar análise sensorial do suco de graviola comparando os sucos feitos com polpa

da fruta in natura e com polpa reconstituída da fruta em pó.

### MATERIAL E MÉTODOS

Este trabalho foi realizado no Laboratório de Processamentos e Armazenamento de Produtos Agrícolas do Departamento de Engenharia Agrícola da Universidade Federal de Campina Grande – PB.

O produto utilizado foi a graviola, a qual passou por um processo de seleção manual e visual, com o objetivo de eliminar frutas estragadas e com estágio de maturação diferente do desejado. Os critérios utilizados foram: Estádio de maturação (não muito maduras); tamanho; cor da casca; ausência de injúrias provocadas por choques térmicos ou insetos e textura da fruta.

O material selecionado foi higienizado mediante lavagem dos frutos em água potável corrente. O material livre de sujidade foi despulpado em uma máquina Laboremos. A polpa obtida foi refinada em tela de malha de 1 mm de diâmetro.

A liofilização foi realizada com o produto congelado à temperatura de  $-50^{\circ}\text{C}$ . Para obter o congelamento da polpa de graviola, à temperatura supracitada, foi utilizada uma câmara criogênica com controle de temperatura de  $-50$  a  $-90^{\circ}\text{C}$  (Figura 3).



Figura 3. Câmara criogênica

#### Cinética de congelamento

Para determinação da cinética de congelamento, utilizou-se a própria bandeja do liofilizador na qual foi colocada a polpa de graviola até formar uma lâmina de 15 mm. Para acompanhamento da variação de temperatura foi colocado um termopar no interior do

produto localizado no centro geométrico da bandeja ou seja, na espessura de 7,5 mm.

De acordo com Mohsenin (1980) para se calcular a transferência de calor em regime transiente, de uma forma que se assemelhe a uma placa, de espessura  $2L$ , para  $Fo = \alpha t/L^2$ , a solução analítica pode ser expressa pela seguinte equação:

$$RT = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \text{Exp}(\sigma_n^2 \cdot F_o) \quad (1)$$

em que,

$$RT = \frac{T - T_{\infty}}{T_0 - T_{\infty}} \quad (2)$$

$$A_n = \frac{2 \cdot \text{sen } \sigma_n}{\sigma_n + \text{sen } \sigma_n \cdot \cos \sigma_n} \quad (3)$$

$$F_o = (\alpha/L^2) \cdot t \quad (4)$$

em que,

$RT$  = Razão de temperatura, adimensional.

$T$  = Temperatura em cada momento,  $^{\circ}\text{C}$

$T_{\infty}$  = Temperatura do meio de congelamento,  $^{\circ}\text{C}$

$T_0$  = Temperatura inicial do produto,  $^{\circ}\text{C}$

$F_o$  = Número de Fourier, adimensional

$A_n$  = Constante que depende do produto

$\sigma_n$  = Raiz transcendental

$L$  = Espessura da amostra/2

$t$  = Tempo, segundo

$\alpha$  = Difusividade térmica efetiva,  $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$

#### Liofilização

A liofilização da polpa de graviola foi realizada em um equipamento Terroni modelo LB 1500 (Figura 4), a uma temperatura de  $28^{\circ}\text{C}$  e um vácuo parcial de  $100 \mu\text{m Hg}$ .



**Figura 4.** Liofilizador modelo LB 1500

### *Analises Químicas*

O produto liofilizado foi submetido a análises química para determinação de ácido ascórbico, Açúcares totais e redutores, Acidez total titulável, Determinação dos sólidos solúveis totais e pH. Essas análises foram feitas seguindo-se as metodologias propostas pela AOAC (1997) e Benassi & Antunes (1998) para vitamina C.

### *Análise Sensorial*

O suco de graviola preparado com a graviola em pó produzida, foi submetida a análise sensorial quanto aos aspectos cor, sabor, aroma e aparência (Morais, 1993).

Os teste foram realizados com dois tipos de sucos: o primeiro suco foi feito com polpa de graviola “in natura” e o segundo com polpa de graviola proveniente da reidratação da graviola em pó.

Estes sucos foram submetidos à observação sensorial de uma equipe de 15 provadores, treinandos. As amostras ofertadas para análise foram devidamente codificadas e oferecidas em copos plásticos descartáveis com capacidade para 40 ml.

A avaliação foi realizada por meio de uma ficha, Figura 5, que continha as escalas hedônicas para avaliar os atributos de cor, sabor, aroma e aparência.

## ANÁLISE SENSORIAL DO SUCO DE GRAVIOLA

PROVADOR: \_\_\_\_\_

DATA: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Você está recebendo 2 amostras de suco de graviola. Avalie cada um dos itens cuidadosamente quanto ao sabor, cor, aparência e aroma, para cada uma das amostras. Utilize as escalas abaixo para demonstrar o quanto você gostou ou desgostou.

<p><b>COR</b></p> <p>Creme + claro Creme claro Creme Creme levemente escuro Creme escuro</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2">ATRIBUTO</th> <th colspan="2">AMOSTRA</th> </tr> <tr> <th>312</th> <th>123</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><b>COR</b></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	ATRIBUTO	AMOSTRA		312	123	<b>COR</b>		
ATRIBUTO	AMOSTRA								
	312	123							
<b>COR</b>									
<p><b>SABOR</b></p> <p>1- Sem sabor da fruta 2- Leve sabor da fruta 3- Gosto da fruta 4- Gosto intenso da fruta 5- Gosto concentrado da fruta</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2">ATRIBUTO</th> <th colspan="2">AMOSTRA</th> </tr> <tr> <th>312</th> <th>123</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><b>SABOR</b></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	ATRIBUTO	AMOSTRA		312	123	<b>SABOR</b>		
ATRIBUTO	AMOSTRA								
	312	123							
<b>SABOR</b>									
<p><b>AROMA</b></p> <p>1- Sem aroma da fruta 2- Leve aroma da fruta 3- Aroma da fruta 4- Aroma intenso da fruta 5- Aroma concentrado da fruta</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2">ATRIBUTO</th> <th colspan="2">AMOSTRA</th> </tr> <tr> <th>312</th> <th>123</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><b>AROMA</b></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	ATRIBUTO	AMOSTRA		312	123	<b>AROMA</b>		
ATRIBUTO	AMOSTRA								
	312	123							
<b>AROMA</b>									
<p><b>APARÊNCIA</b></p> <p>1- Desgostei muito</p>	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">AMOSTRA</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	AMOSTRA							
AMOSTRA									

<b>2- Desgostei ligeiramente</b> <b>3- Indiferente</b> <b>4- Gostei ligeiramente</b> <b>5- Gostei muito</b>	<b>AMOSTRA</b>	
	<b>ATRIBUTO</b>	
	<b>APARÊNCIA</b>	

Comentários: \_\_\_\_\_

**Figura 5-** Ficha de avaliação para análise sensorial do suco de graviola para os atributos cor, sabor, aroma e aparência

### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Na Tabela 1, encontram-se os valores da graviola “in natura” e da graviola em pó em que se observam alterações significativas nos sólidos solúveis totais (SST), na Relação SST/Acidez Total e na Vitamina C. Esta constatação já era prevista uma vez que o produto foi concentrado devido à eliminação parcial da água. Observa-se, também, nessa tabela, que a acidez total foi diminuída, embora não, significativamente, e o pH, praticamente, não se alterou. Constatação semelhante foi encontrada por Medeiros (2004), quando realizou a secagem por atomização em um spray-drier para a obtenção do umbu em pó.

Os valores médios encontrados de Sólidos Solúveis Totais – SST, para o produto “in natura”, são inferiores aos valores médios encontrados por Sacramento (2003) que foi de

12,18 g/100g para a cultivar Morada e de 13,85 g/100g para a cultivar Lisa. No entanto, esse valor está dentro dos valores mínimos encontrados para a cultivar Morada e a cultivar Comum que foram de 10,0 e 9,76 g/100g, respectivamente.

Realizando-se uma análise comparativa das características químicas da graviola, encontradas por Sacramento (2003), com a desta pesquisa, verifica-se que os valores de Açúcares Solúveis Totais - AST (g/100g) e de Vitamina C, encontram-se abaixo dos valores obtidos por Sacramento (2003).

Sacramento (2003) obteve valores de Açúcares Solúveis Totais – AST entre 13,32 a 14,55 g/100g e de Vitamina C entre 35,6 e 38,51 mg/100g. No entanto, neste trabalho, os valores encontrados foram de 8,2 g/100g para os Açúcares Solúveis Totais e de 25,3 mg/100g para a Vitamina C.

**Tabela 1** – Graviola em pó liofilizada: Análise química

Constituintes	Graviola	Graviola em pó	CV(%)
Sólidos Solúveis Totais - SST (°Brix )	10,7 b	39,4 a	10,63
Acidez total titulável – AT (g/100g)	1,2 a	0,85 a	8,37
Açúcares Solúveis Totais - AST (g/100g)	8,2	-	-
Relação Sólidos soluveis totais e Acidez total SST/AT	8,9 b	46,3 a	9,68
Vitamina C, (mg/100g)	25,3 b	32,6 a	4,82
pH.	4,5 a	4,7 a	1,83
Teor de água (g/100g)	89 a	2,1 b	2,74

Na Figura 6, encontra-se a curva de congelamento da polpa de graviola a  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  para uma espessura da camada de 15 mm. A polpa de graviola por ter 89% de água tem suas características fortemente influenciadas por este constituinte químico, assim, na Figura 6, se constata, uma correspondência da curva de congelamento da polpa de graviola com a curva de congelamento da água com relação às três fases existentes; resfriamento, congelamento e pós-congelamento. Nessa figura, observa-se que a Fase I, que corresponde ao período de resfriamento é realizada em aproximadamente 7 minutos indo de uma temperatura de  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  até  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; a Fase II, que corresponde a

cristalização da água contida na polpa de graviola, é realizada em 19 minutos (entre os 7 e os 26 minutos) e vai de uma temperatura de, aproximadamente,  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $-7\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; a Fase III, que corresponde a diminuição de temperatura depois do produto congelado é realizada em 54 minutos. Nesta última fase, é necessário observar que a curva de congelamento não toca o eixo X, ou seja, não atinge o valor 0 (Zero) que corresponde a  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , portanto há que se considerar que essa Fase é mais longa e seu término é estimado, de acordo com a equação em, aproximadamente, 135 minutos. O tempo de 54 minutos, relatado acima, corresponde a uma razão de temperatura de 0,05 que equivale

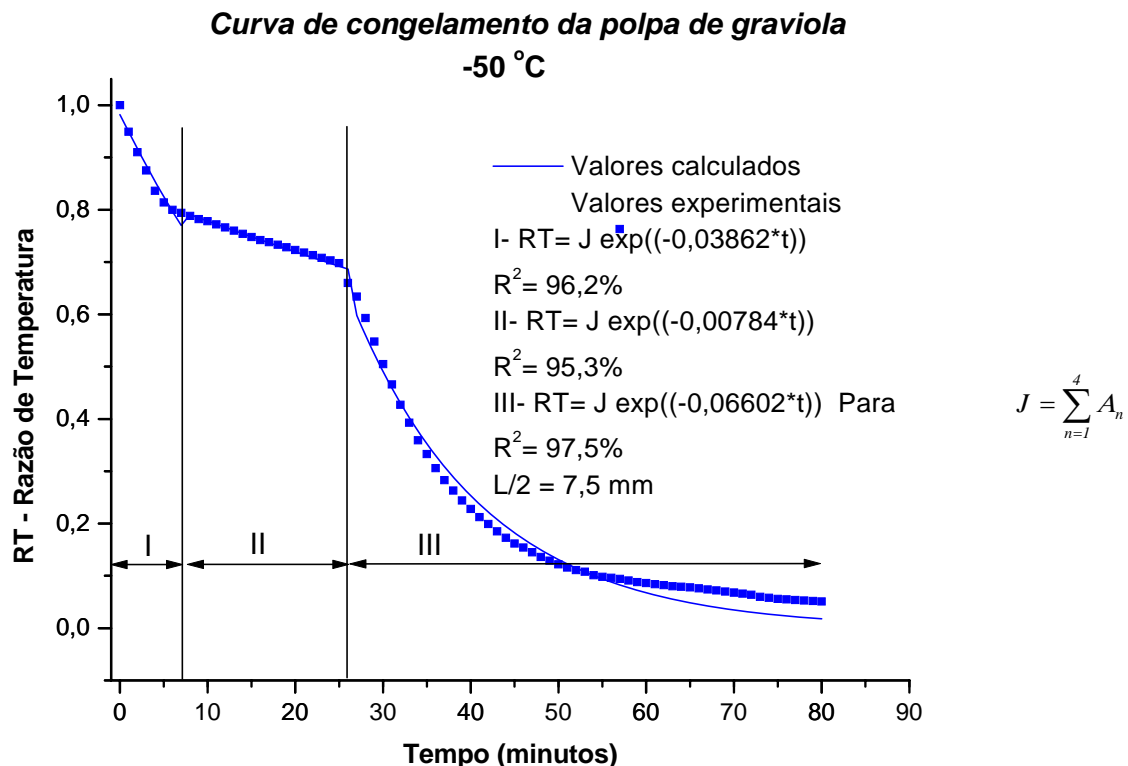
a realizar o congelamento da polpa de graviola até uma temperatura de  $-46\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Na Tabela 2, encontram-se os valores da difusividade térmica efetiva da cinética de congelamento para a Fase I, Fase II e Fase III. A difusividade efetiva da Fase II, não é contabilizada no cálculo da difusividade efetiva média, pois teoricamente a energia desta fase

seria utilizada para congelar a água existente na polpa, no entanto o que ocorre é uma mistura das frações de água congelada e não congelada, bem como a diminuição do ponto de congelamento durante o processo. Observa-se também nessa tabela que a difusividade térmica na primeira fase foi de  $1,0862 \times 10^{-4} \text{ mm}^2 \cdot \text{min}^{-1}$  e na terceira fase de  $1,8568 \times 10^{-4} \text{ mm}^2 \cdot \text{min}^{-1}$ .

**Tabela 2** - Valores da difusividade efetiva e difusividade efetiva média da polpa de graviola nas três fases de congelamento à temperatura de  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$

Congelamento da polpa de graviola a $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$					
Fases	L/2 (cm)	$A_n$	$\sigma_n$	Difusividade térmica efetiva $\text{mm}^2 \cdot \text{min}^{-1}$	Difusividade térmica efetiva média $\text{mm}^2 \cdot \text{min}^{-1}$
I	7,5	1,000	0,010	$1,0862 \times 10^{-4}$	
II	7,5	0,842	2,287	$9,6412 \times 10^{-8}$	
III	7,5	1,000	0,010	$1,8568 \times 10^{-4}$	$1,6493 \times 10^{-4}$



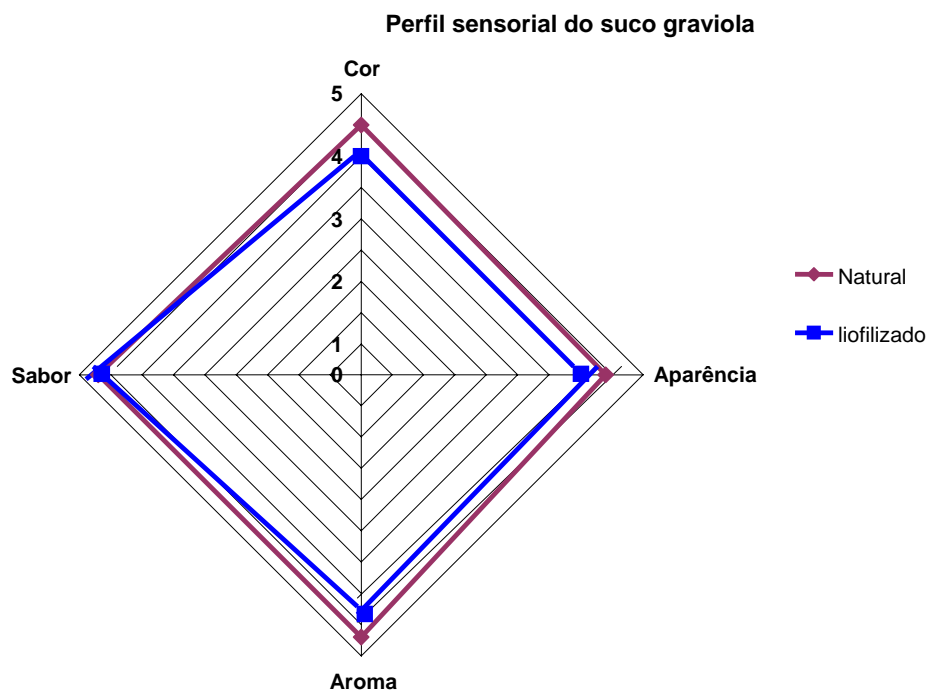
**Figura 6**- Cinética de congelamento da polpa de graviola a temperatura de  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$

Na Figura 7, referente à análise sensorial percebe-se que os valores atribuídos pelos provadores estão próximos

aos valores do produto “in natura” o que confirma que a liofilização é um processo que mantém as características organo-

lépticas do produto “in natura”. Verifica-se que o sabor, praticamente, não se altera, pois as médias atribuídas ao produto “in natura” e ao produto liofilizado são praticamente iguais, contudo as médias atribuídas ao produto liofilizado são um pouco diferentes para a cor, a aparência e o aroma. Este acontecimento pode ser explicado pelo fato de que, quando um produto é processado parte dos aromas é volatilizado e por ação enzimática o produto é levemente escurecido, dando uma aparência um pouco diferente da natural, no

entanto essas diferenças não são, suficientemente, intensas de modo a apresentar uma diferença significativa, pois as notas encontram-se acima ou igual a 4,0 o que equivale a dizer que o aroma do produto encontra-se entre o **Aroma intenso da fruta** e o **Aroma concentrado da fruta**; para a cor o produto liofilizado está entre **Creme levemente escuro** e **Creme escuro** e para a Aparência o produto liofilizado está entre o atributo **Gostei ligeiramente** e **Gostei muito**



**Figuras 7.** Perfil sensorial da graviola reconstituída (graviola em pó com água e sacarose).

### CONCLUSÕES

Diante dos resultados, é possível concluir que o processo de liofilização preserva em grande parte as características originais do produto “in natura”:

- Para o sabor, as médias são iguais para o produto “in natura” e para o produto liofilizado recomposto, sendo que o produto sabor.
- A cor e a aparência da graviola em pó liofilizada encontram-se, respectivamente próximo do atributo **Creme levemente escuro** e **Gostei ligeiramente**.

- O aroma da graviola em pó liofilizada teve uma avaliação superior ao termo **Aroma intenso da fruta**
- No congelamento da polpa de graviola a  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a difusividade térmica efetiva na fase de resfriamento foi de  $1,0862 \times 10^{-4}\text{ mm}^2\cdot\text{min}^{-1}$  e na fase de pós-congelamento de  $1,8568 \times 10^{-4}\text{ mm}^2\cdot\text{min}^{-1}$ .

### AGRADECIMENTOS

Os autores expressam seus agradecimentos ao CNPq e a FINEP pelo auxílio financeiro

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of AOAC international**. 16. ed. Maryland: AOAC, 1997. 1141p.
- Barbosa, Z. Soares, I.; Araújo, L.C. Crescimento e absorção de nutrientes por mudas de graviola **Revista Brasileira de Fruticultura**. Jaboticabal, v.25, n.3, dez., 2003. Acesso em: [http://www.scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0100-2942003000300039&1](http://www.scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-2942003000300039&1) Disponível em: 31/01/2005
- Benassi, M. T.; Antunes, A. J. A. Comparison of meta phosphoric and oxalic acids as extractant solutions for the determination of vitamin C in selected vegetables. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**, Curitiba, v.31, n.4, p.507-513, 1998.
- Cavalcanti Mata, M.E.R.M; Duarte, M.E.M. Figueiredo, R.M.F. **Obtenção de frutos em pó** Universidade Federal de Campina Grande, 2003. Projeto CNPq. 15p.
- Ibarz, A.; Barbosa-Cánovas, G.V. **Operaciones unitarias de la ingeniería de alimentos**. Lancaster: Technomic Publishing. 1999. 882p.).
- Medeiros, S. S. A. **Obtenção de pó de umbu (*Spondias tuberosa* Arruda Câmara) para umbuzada: Processamento e caracterização do pó**. Campinas Grande: UFCG/DEAg, 2004. 106p. (Dissertação de Mestrado).
- Mohsenin, N. N. **Thermal properties of foods and agricultural materials**. New York, NY. Gordon and Breach Pub. Inc., 1980. 407p.
- Morais, M.A.C. **Métodos para avaliação sensorial dos alimentos**. Campinas, Unicamp, 93 p. 1993
- Sacramento, C. K. do, Faria, J. C.; Cruz, F. L. da; Barretto, W. de S.; Gaspar, J. W.; Leite, J. B. V. Caracterização física e química de frutos de três tipos de gravioleira (*Annona muricata* L.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, v.25, n.2, p.329-331, ago., 2003. ISSN 0100-2945.