

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE CIÊNCIAS RURAIS
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA E CIÊNCIA DOS ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA
DOS ALIMENTOS**

Tassiane dos Santos Ferrão

**DESENVOLVIMENTO DE POLPA DE BUTIÁ (*BUTIA ODORATA*)
SECA UTILIZANDO PROCESSOS DE SECAGEM POR MICRO-
ONDAS E ULTRASSOM**

Santa Maria, RS
2017

Tassiane dos Santos Ferrão

**DESENVOLVIMENTO DE POLPA DE BUTIÁ (*BUTIA ODORATA*) SECA
UTILIZANDO PROCESSOS DE SECAGEM POR MICRO-ONDAS E ULTRASSOM**

Tese apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia dos Alimentos, Área de Concentração em Qualidade de Alimentos, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para a obtenção do grau de **Doutora em Ciência e Tecnologia dos Alimentos**.

Orientador: Prof. Dr. Roger Wagner
Coorientador: Prof. Dr. Juliano Smanioto Barin

Santa Maria, RS
2017

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Central da UFSM, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Ferrão, Tassiane dos Santos

Desenvolvimento de polpa de butiá (*Butia odorata*) seca utilizando processos de secagem por micro-ondas e ultrassom / Tassiane dos Santos Ferrão.- 2017.

141 p.; 30 cm

Orientador: Roger Wagner

Coorientador: Juliano Smanioto Barin

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Maria, Centro de Ciências Rurais, Programa de Pós- Graduação em Ciência e Tecnologia dos Alimentos, RS, 2017

Tassiane dos Santos Ferrão

**DESENVOLVIMENTO DE POLPA DE BUTIÁ (*BUTIA ODORATA*) SECA
UTILIZANDO PROCESSOS DE SECAGEM POR MICRO-ONDAS E ULTRASSOM**

Tese apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia dos Alimentos, Área de Concentração em Qualidade de Alimentos, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para a obtenção do grau de **Doutora em Ciência e Tecnologia dos Alimentos**.

Aprovado em 11 de setembro de 2017:

Roger Wagner, Dr.
(Presidente/Orientador)

Alexandre José Cichoski, Dr. (UFSM)

Gabrieli Bernardi, Dra. (UFSM)

Aline Ferreira Ourique, Dra. (UNIFRA)

Aline de Oliveira Fogaça, Dra. (UNIFRA)

Santa Maria, RS
2017

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha mãe Jocelaine, exemplo de força e responsabilidade, que sempre me ensinou a traçar objetivos e me apoiou em minhas decisões.

Às minhas irmãs Ticiane e Taiane, e à minha família que sempre vibrou por mim, me fortalecendo com carinho e incentivo.

Ao Douglas, que sempre esteve ao meu lado, me incentivando e me confortando nos momentos mais difíceis.

Ao meu orientador, Dr. Roger Wagner, pela oportunidade de trabalhar com um profissional que ama o que faz e pelos ensinamentos valiosos durante esses sete anos de convivência.

Aos professores do programa Pós-graduação em Ciência e Tecnologia dos Alimentos, principalmente ao meu coorientador Dr. Juliano S. Barin e os professores Dr. Alexandre J. Chichoski e Dr. Cristiano R. Menezes, pela contribuição na minha formação e na realização deste trabalho.

A todos meus colegas de laboratório e de curso, em especial ao Jossiê, Dani, Bruna k., Bruna T., Tefa, Raquel, Mari, Michele, Fernanda M., Carol e Ana Betine, pela ajuda nas análises e pelos bons momentos de convivência e amizade.

Ao Instituto Federal de Roraima, pelos afastamentos concedidos possibilitando que eu terminasse o doutorado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela concessão da bolsa de doutorado.

Meu sincero agradecimento a todas as pessoas que, de alguma forma contribuíram nessa minha jornada. Muito obrigada!

RESUMO

DESENVOLVIMENTO DE POLPA DE BUTIÁ (*BUTIA ODORATA*) SECA UTILIZANDO PROCESSOS DE SECAGEM POR MICRO-ONDAS E ULTRASSOM

AUTORA: TASSIANE DOS SANTOS FERRÃO

ORIENTADOR: ROGER WAGNER

COORDENADOR: JULIANO SMANIOTO BARIN

O método de secagem deve ser cuidadosamente escolhido para reduzir os danos ocasionados pelo aquecimento nas características físico-químicas e qualidade sensorial do produto seco. Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi desenvolver e avaliar a influência de métodos de secagem de polpa de *Butia odorata* empregando ar quente (AQ) ou radiação micro-ondas (MO), bem como métodos assistidos com pré-tratamento por ultrassom (US), nas características físico-químicas, qualidade sensorial e composição volátil da polpa seca, além de avaliar sua aplicação em *muffins*. As secagens por AQ e MO em três temperaturas diferentes (50, 60 e 70 °C) foram avaliadas quanto à redução de umidade, taxa de secagem, distribuição de temperatura por termografia de infravermelho, características físico-químicas (atividade de água, capacidade de reidratação e parâmetros de cor), composição volátil e qualidade sensorial das polpas secas. Adicionalmente, também avaliou-se influência do pré-tratamento com US em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min). O MO aumentou a taxa de secagem reduzindo o tempo de secagem em comparação com AQ. A termografia por infravermelho mostrou o aquecimento heterogêneo com o MO. A atividade da água e a capacidade de reidratação das polpas secas por MO e AQ não diferiram. A cor dos tratamentos a 50 e 60 °C em ambas as técnicas, sofreu menor degradação térmica do que a secagem em 70 °C. A comparação das duas técnicas (AQ e MO) demonstrou que o melhor método de secagem foi o processo com uso de MO a uma temperatura de 60 °C por apresentar características sensoriais semelhantes à secagem a 50 °C, porém em um tempo significativamente menor. 56 compostos voláteis foram determinados nos produtos secos por AQ e MO, dos quais 40 apresentaram atividade odorífera. Além destes, 21 compostos apresentaram atividade odorífera na GC-O, porém não foram detectados no GC-FID e GC/MS. Os métodos utilizando AQ apresentaram maior conteúdo total de voláteis. No entanto, a concentração de hexanoato de etila, considerado o composto com maior contribuição odorífera para a polpa de butiá, não apresentou diferença significativa entre os tratamentos, com exceção do MO a 50 °C. A análise multivariada permitiu a discriminação dos tratamentos, sendo que as polpas secas a 50 e 60 °C obtiveram maior teor de aldeídos, enquanto o AQ a 70 °C preservou um maior número de ésteres. Já os tratamentos com maior formação de *off-flavors* foram AQ 50 °C e MO 70 °C devido ao elevado tempo e temperatura de secagem, respectivamente. Os pré-tratamentos com US não alteraram o tempo de secagem, porém, intensificaram a cor (a^* e b^*) das amostras. A composição volátil (49 compostos) indicou que US favorece a preservação de ésteres de cadeia curta, porém o maior tempo de sonicação reduz a área total de compostos voláteis. A elaboração de *muffins* com diferentes níveis de substituição de farinha de trigo por polpa seca de butiá (0, 5, 10 e 15%) demonstrou ser um ingrediente adequado para melhorar o valor nutricional de *muffins* sem afetar as propriedades tecnológicas e a aceitabilidade sensorial, além de adicionar odor e sabor característicos de butiá.

Palavras-chave: Fruta; Termografia de infravermelho; Compostos voláteis; GC-O; HS-SPME. GC-FID; GC/MS.

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF DRIED JELLY PALM (*BUTIA ODORATA*) PULP USING DRYING PROCESSES FOR MICROWAVE AND ULTRASOUND

AUTHOR: TASSIANE DOS SANTOS FERRÃO
ADVISER: ROGER WAGNER
COADVISER: JULIANO SMANIOTO BARIN

The drying method must be chosen carefully in order to reduce the damage caused by heating to the physical-chemical characteristics and sensorial quality of the dried product. Thus, the objective of this work was to develop and evaluate the influence of *Butia odorata* pulp drying methods using hot air (HA) or microwave radiation (MW), as well as assisted methods with ultrasound pretreatment (US) on the physical-chemical characteristics, sensorial quality and volatile composition of the dry pulp, in addition to evaluating application in muffins. Drying by HA and MW at three different temperatures (50, 60 and 70 °C) was evaluated in terms of moisture reduction, drying rate, temperature distribution by infrared thermography, physical-chemical characteristics (water activity, rehydration capacity and color parameters), volatile composition and sensorial quality of the dried pulps. Additionally, the influence of pretreatment with US at different frequencies (25 and 45 kHz) and sonication time (10 and 20 min) were also evaluated. The MW drying increased the drying rate by reducing the drying time compared to HA. Infrared thermography showed heterogeneous heating with MW. The water activity and the rehydration capacity of the dry pulps by MW and HA did not differ. The color of the treatments at 50 and 60 °C in both techniques suffered less thermal degradation than drying at 70 °C. The comparison of the two techniques (HA and MW) showed that the best drying method was the process with use of MW at temperature of 60 °C because it presented sensorial characteristics similar to drying at 50 °C, but significantly shorter time. 56 volatile compounds were determined in the dry products through HA and MW, of which 40 presented odouriferous activity. In addition, 21 compounds showed GC-O odour activity, but were not detected in GC-FID and GC/MS. The methods using HA showed higher total volatile content. However, the concentration of ethyl hexanoate, considered the compound with the highest odouriferous contribution to the jelly palm fruit, did not present a significant difference between the treatments, with the exception of MW at 50 °C. The multivariate analysis demonstrated the treatment discrimination, with dry pulps at 50 and 60 °C obtaining higher aldehyde content, while HA at 70 °C preserved a higher number of esters. On the other hand, the treatments that produced off-flavours were HA at 50 °C and MW at 70 °C due to the high drying time and temperature, respectively. The pretreatments with US did not alter the drying time, however, they intensified the colour (a^* and b^*) of the samples. The volatile composition (49 compounds) indicated that US favours the preservation of short-chain esters, but the longer sonication time reduces the total area of volatile compounds. The preparation of muffins with different levels of substitution of wheat flour with dry jelly palm pulp (0, 5, 10 and 15%) has shown dry jelly palm pulp to be an appropriate ingredient to improve the nutritional value of muffins without affecting the technological properties and the sensorial acceptability, besides adding the characteristic smell and flavour of jelly palm fruit.

Keywords: Fruit; Infrared thermography; Volatile compounds; GC-O; HS-SPME; GC-FID; GC/MS.

LISTA DE TABELAS

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Tabela 1 –	Composição química de polpa de <i>B. odorata</i>	27
Tabela 2 –	Vantagens e desvantagens da secagem de frutas e vegetais por vários estudos com uso de micro-ondas.....	33
Tabela 3 –	Estudos com uso de ultrassom em frutas e vegetais.....	38

ARTIGO 1

Table 1 –	Influence of drying on the physical and chemical characteristics of the jelly palm fruit (<i>B. odorata</i>).....	45
Table 2 –	Colour of the jelly palm fruit (<i>B. odorata</i>) before (FP) and after drying by hot air (HA) and microwave heating (MW) at 50, 60 and 70°C.....	48
Table 3 –	Results of the ranking test for the jelly palm fruit (<i>B. odorata</i>) dried by hot air and microwave at 50, 60 and 70 °C.....	48
Table 4 –	Results of the paired comparison test for the jelly palm fruit (<i>B. odorata</i>) dried by hot air and microwave at 50 and 60 °C.....	49

ARTIGO 2

Tabela 1 –	Compostos voláteis e descrição de compostos odoríferos da polpa de butiá seca por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas.....	70
------------	---	----

ARTIGO 3

Tabela 1 –	Tempo de secagem e umidade final de polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom (US) em diferentes frequências (25 e 45 KHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min)....	95
Tabela 2 –	Características físico-químicas de polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom (US) em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).....	96
Tabela 3 –	Tabela 3 – Compostos voláteis da polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom (US) em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).....	97

ARTIGO 4

Table 1 –	Muffin formulations prepared with inclusion of dry jelly palm pulp...	120
Table 2 –	Chemical composition, physical proprieties and color values of muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp (DJPP).....	121
Table 3 –	Results of the ranking test for muffins with inclusion of dry jelly palm pulp.....	122

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

- Figura 1 – Palmeira de *Butia odorata*..... 25
- Figura 2 – Esquema da eficiência energética de diferentes métodos de secagem..... 31

ARTIGO 1

- Figure 1 – Equipment of drying. (A) Microwave. (I) sample; (II) infrared pyrometer; (III) programming system of variables time, temperature, temperature variation, emissivity, heating ramp and cooling time; (IV) fan to remove moisture during drying located on the left side of the equipment; (V) magnetron. (B) Air circulation oven. (I) sample; (II) air circulation; (III) temperature control..... 43
- Figure 2 – Drying behaviour of the jelly palm fruit (*B. odorata*) using hot air (HA) and microwave (MW) heating at 50, 60 and 70 °C. Results are the mean of triplicates..... 45
- Figure 3 – Drying rate of the jelly palm fruit (*B. odorata*) using microwave (B) and hot air (A) heating at 50, 60 and 70 °C. Results are the mean of triplicates. MW = microwave; HA = Hot air..... 46
- Figure 4 - Infrared thermography of the jelly palm fruit (*B. odorata*) during drying by hot air and microwave heating at temperatures (T) of 50, 60 and 70 °C. Results are the mean of triplicates..... 46
- Figure 5 – Temperature variation of the jelly palm fruit (*B. odorata*) during drying by hot air (HA) and microwave (MW) heating at 50, 60 and 70 °C determined by infrared thermography..... 47

ARTIGO 2

- Figura 1 – Cromatograma do GC-FID dos compostos voláteis (A) e aromagrama (B) da polpa de butiá seca por micro-ondas a 60 °C... 73
- Figura 2 – Análise de Componente Principal (PCA) dos compostos voláteis na polpa seca de butiá obtida por diferentes técnicas e temperaturas..... 74
- Figura 3 – Abundância dos principais compostos voláteis na polpa de butiá determinados em diferentes teores de umidade durante o procedimento de secagem dos diferentes tratamentos..... 75

ARTIGO 3

- Figura 1 – Curva de secagem de polpa de butiá por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min)..... 99
- Figura 2 – Análise de Componente Principal (PCA) dos compostos voláteis e parâmetros de cor da polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min)..... 100

ARTIGO 4

- Figure 1 – Sensory acceptability to consumers of muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp..... 123
- Figure 2 – Figure 2 - Purchase intent of muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp..... 124
- Figure 3 – Chromatographic arbitrary area (A) of ethyl hexanoate evaluated in muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp..... 125

DISCUSSÃO GERAL

Figura 1 – Análise de Componente Principal (PCA) das características físico-químicas e dos compostos voláteis na secagem de butiá por diferentes técnicas e temperaturas.....	130
---	-----

LISTA DE ABREVIATURAS

a* - Intensidade de vermelho

AQ – Ar quente

ANOVA - Análise de variância

Aw – Atividade de água

b* - Intensidade de amarelo

C*ab – Croma

CR – Capacidade de reidratação

DJPP – Polpa seca de butiá do inglês *Dry Jelly palm pulp*

DVB/Car/PDMS – Divinilbenzeno/carboxen/polidimetilsiloxano

L* - Luminosidade da amostra

GC-FID - Cromatógrafo à gás equipado com detector de ionização em chama do inglês *flame ionization detector*

GC/MS - Cromatógrafo à gás acoplado a um espectrômetro de massas

H - Ângulo de *Hue*

GC-O - Análise olfatométrica

PCA - Análise de Componentes Principais do inglês *Principal Components Analysis*

HA – Ar quente do inglês *Hot Air*

HS-SPME - Microextração em fase sólida do *Headspace*

MW – Micro-ondas do inglês *Microwave*

MO – Micro-ondas

US - Ultrassom

ΔEab – Índice relativo de diferença de cor

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	19
2 OBJETIVOS.....	23
2.1 OBJETIVO GERAL.....	23
2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO.....	23
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	25
3.1 BUTIÁ.....	25
3.2. PROCESSAMENTO DE FRUTAS.....	28
3.3 SECAGEM.....	29
3.4 MICRO-ONDAS NA SECAGEM DE ALIMENTOS.....	31
3.4.1 Técnicas de secagem associados às micro-ondas.....	34
3.5 ULTRASSOM NA SECAGEM DE ALIMENTOS.....	37
3.6 COMPOSTOS VOLÁTEIS.....	38
4 ARTIGO 1 Effect of microwave and hot air drying on the physicochemical characteristics and quality of jelly palm pulp.....	41
5 ARTIGO 2 - Efeito da secagem por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas na composição volátil de polpa de butiá (<i>Butia odorata</i>).....	52
6 ARTIGO 3 - Influência do uso de ultrassom como pré-tratamento na secagem de frutos de butiá (<i>Butia odorata</i>) por micro-ondas.....	77
7 ARTIGO 4 - Effect of the inclusion of dried jelly palm pulp on the chemical composition and technological and sensory properties of muffins.....	101
4 DISCUSSÃO GERAL.....	127
5 CONCLUSÕES.....	133
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	135

1 INTRODUÇÃO

O Brasil destaca-se no cenário mundial por ser um grande produtor de frutas, incluindo as frutas nativas que despertam grande interesse dos consumidores no mercado internacional (IBRAF, 2015). Esse grande potencial brasileiro deve-se principalmente as condições climáticas do país como calor, umidade e incidência solar, porém as mesmas condições dificultam a conservação destes frutos “*in natura*”, ocasionando perdas no período pós-colheita. Em nível internacional, um terço da produção mundial de alimentos é desperdiçado por falta de um processamento adequado (KUMAR et al., 2014). Neste sentido, existem várias formas de processamento para a conservação das frutas visando minimizar essas perdas, como a elaboração de produtos (polpa, néctar, suco, sorvete, entre outros) ou processos de conservação, como o congelamento e a secagem (DAL MAGRO et al., 2006; CRUXEN et al., 2017; HOFFMAN et al., 2017a; KUMAR et al., 2014; SIMUNEK et al., 2013).

Dentre esses processamentos apontados, o processo de secagem tem um espaço expressivo e crescente no mercado (JIANG et al., 2010; PEREIRA, 2006). Nesse processo, diferentes técnicas podem ser realizadas tais como: secagem solar, por ar quente, a vácuo, micro-ondas, ultrassom, liofilização, *spray-drying* e desidratação osmótica (BARBOSA et al., 2010; MARQUES et al., 2006; PEREIRA et al., 2007; RATTI, 2001). A escolha da técnica de secagem deve ser estudada cuidadosamente, pois deve garantir a preservação da qualidade e das condições sensoriais do fruto no produto seco.

A secagem de frutas por métodos térmicos convencionais, como a secagem solar e por ar quente, resulta em baixas taxas de secagem, alto gasto de energia e tempo, além do uso de temperaturas elevadas (KUMAR et al., 2014; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007). O emprego de temperatura acima de 70 °C normalmente acarreta alterações nas características sensoriais dos alimentos como cor, textura e aroma/sabor (KUMAR et al., 2014; ZHANG et al., 2010). Para diminuir a degradação térmica no processo de secagem tem-se estudado novos métodos, como a liofilização e o *spray-drying*, que empregam temperaturas mais baixas, entretanto, geralmente requerem maior tempo e elevam os custos (ARIKAN et al., 2012; LI et al., 2011; ZHANG et al., 2010). Diante disso, técnicas assistidas por micro-ondas e/ou ultrassom mostram ser uma opção promissora para realizar a secagem de polpa de fruta reduzindo o tempo e o consumo de energia no processo, conservando a qualidade sensorial (cor, odor, sabor, aparência, entre

outras) e tecnológica (textura, reidratação, entre outras) da polpa seca (AWAD et al., 2012; MATHIBE et al., 2011; SCHOSSLER et al., 2012; ORSAT et al., 2007; ZHANG et al., 2010; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007).

A aplicação da radiação micro-ondas preserva a qualidade sensorial do produto seco por proporcionar uma secagem rápida que, conseqüentemente, ocasiona uma menor degradação térmica favorecendo a cor, aroma, sabor, reidratação, textura e aparência do produto seco (ZHANG et al., 2010, 2006; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007). Alguns autores relatam o uso de ultrassom como pré-tratamento em processos de secagem para originar um produto seco com maior aceitação sensorial e diminuir o tempo de secagem, pois facilita a retirada de água da polpa, além de favorecer positivamente as características de textura, cor, aroma/sabor e aparência global da polpa seca (AWAD et al., 2012; MATHIBE et al., 2011; PATIST e BAST, 2008; SCHOSSLER et al., 2012a). Neste contexto, a associação de ultrassom com micro-ondas acelera ainda mais a secagem, diminuindo o tempo de secagem e a degradação térmica e, conseqüentemente, reduzindo as perdas sensoriais do produto (MATHIBE et al., 2011; SCHOSSLER et al., 2012; ZHANG et al., 2010).

No desenvolvimento de processos existe a necessidade de avaliar as alterações de aroma/sabor que podem ocorrer em decorrência de reações químicas proporcionadas pelo emprego de temperatura, ação do oxigênio, atividade de água, entre outras. A determinação do perfil volátil e a elucidação dos compostos de impacto odorífero no fruto e nos produtos apontam os marcadores de qualidade responsáveis pelo aroma característico da fruta e a formação de *off-flavors* durante o processo (CHIN et al., 2008). Dessa maneira, encontrar os marcadores voláteis permite otimizar de forma mais objetiva as condições do processo atingindo um produto com características sensoriais desejáveis.

Nesse contexto, o fruto do butiazeiro, conhecido como butiá (*Butia odorata*) vem sendo estudado em diversos aspectos, que abrange a caracterização da fruta (AGUIAR et al., 2014; FARIA et al., 2008ab ; FERRÃO et al., 2013; SCHWARTZ et al., 2010), bem como a elaboração de alguns produtos, como vinho (BERNARDI et al., 2014), polpa congelada (DAL MAGRO et al., 2006), geleia (KROLOW, 2010) e sorvete (CRUXEN et al., 2017). Esta fruta é natural do Sul do Brasil e bastante apreciada sensorialmente, porém sua produção ainda é pouco aproveitada comercialmente devido a sua rápida degradação (BUTTOW et al., 2009; ZACCARI et al., 2012).

Dessa forma, para viabilizar a comercialização do butiá e evitar perdas pós-colheita necessita-se maiores estudos sobre as técnicas de secagem desses frutos garantindo qualidade físico-química, nutricional e sensorial aos produtos resultantes.

2 OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Desenvolver e avaliar a influência de métodos de secagem de polpa de butiá (*Butia odorata*) empregando ar quente ou radiação micro-ondas, bem como métodos assistidos com pré-tratamento por ultrassom, nas características físico-químicas, qualidade sensorial e composição volátil, e aplicar a polpa seca na elaboração de *muffins*.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desenvolver um processo de secagem de polpa de butiá assistida por micro-ondas;
- Avaliar a influência da temperatura de secagem por micro-ondas e ar quente no tempo de processo e na qualidade da polpa seca;
- Desenvolver um processo de secagem de polpa de butiá por micro-ondas após um pré-tratamento com ultrassom;
- Avaliar a influência do tempo e frequência de sonicação no tempo de secagem e na qualidade da polpa seca de butiá;
- Determinar a redução de umidade e a taxa de secagem da polpa de butiá seca pelos diferentes métodos desenvolvidos;
- Analisar as características físico-químicas (umidade, atividade de água, capacidade de reidratação e cor) das polpas secas pelos diferentes métodos de secagem;
- Determinar a composição volátil e os compostos de impacto odorífero presentes nas polpas secas pelos diferentes métodos;
- Analisar as características sensoriais das polpas secas pelos diferentes métodos de secagem;
- Elaborar *muffins* com adição de polpa de butiá seca por micro-ondas e avaliar a composição centesimal, concentração de hexanoato de etila, cor, textura e qualidade sensorial dos produtos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. BUTIÁ

O gênero *Butia*, nativo do sul da América do Sul, pertence à família Arecaceae. Este gênero possui várias espécies, especialmente as palmeiras de *Butia odorata* (Figura 1A) frequente no estado do Rio Grande do Sul – Brasil (HENDERSON et al., 1995; HOFFMANN et al., 2014; ROSSATO et al., 2007).

Figura 1 – Palmeira de *Butia odorata*. A: Palmeira; B: Flor; C: fruto (butiá); D: cascas de butiá; E: caroço de butiá; F: polpa de butiá.



As palmeiras do gênero *Butia* são plantas de altura moderada. Suas folhas são arqueadas com pecíolo e bainha indistintos. As inflorescências são interfolares, ramificadas com bráctea peduncular, lisa ou estriada superficialmente (LORENZI et al., 2004). Os frutos de butiá (Figura 1B) são pequenos (1,2 a 4,2 cm) e com coloração variando do amarelo ao vermelho (FERRÃO et al., 2013; HENDERSON et al., 1995; LORENZI et al., 2004). A maturação de frutos geralmente ocorre de novembro a maio, com pico no mês de fevereiro (ROSA et al., 1998). Segundo Buttow (2009), os frutos são sensorialmente descritos como suculentos, com aroma intenso e sabor doce-acidulado.

Os butiás ainda são pouco conhecidos fora da região natural de cultivo, porém estudos demonstram que seus frutos podem proporcionar benefícios à saúde por apresentar ações antioxidante, anti-inflamatória e antimicrobiana (AMMAR et al., 2014, HOFFMANN et al., 2014). Além disso, esses frutos também contêm altos níveis de fibra (FERRÃO et al., 2013); carotenóides, principalmente beta-caroteno, beta-criptoxantina, 9-cis-beta-caroteno e luteína (PEREIRA et al., 2013); e compostos fenólicos (ácido gálico, ácido fólico e epicatequina) (BESKOW et al., 2015; DENARDIN et al., 2015; HOFFMANN et al., 2014, 2017a; PEREIRA et al., 2013).

Os trabalhos publicados sobre butiá detêm-se principalmente a caracterização fitogenética e físico-química da planta e do fruto, sendo poucas as pesquisas sobre o processamento e o perfil volátil do fruto (AGUIAR et al., 2014; DAL MAGRO et al., 2006; FERRÃO, 2012; FERRÃO et al., 2013; ROSSATO, 2007; SCHWARTZ et al., 2010). Dentre esses, são poucos os estudos específicos sobre a espécie *B. odorata*. A Tabela 1 reúne dados de estudos publicados sobre as características físico-químicas da polpa de *B. odorata*, onde é possível observar o alto teor de fibra e de carotenoides. Em estudo da metabolômica de várias espécies de butiás (*B. odorata*, *B. paraguayensis*, *B. catarinenses* e *B. Yatay*), Hoffmann et al. (2017b) relataram que a espécie *B. odorata* distingue das demais espécies estudadas pelo maior conteúdo de ácidos orgânicos e compostos fenólicos.

Tabela 1 – Composição química de polpa de *B. odorata*.

Medida	Valor	Referência
pH	3,3	Hoffmann et al. (2017a)
	2,96 - 3,05	Beskow et al. (2015)
	3,17 – 3,95	Ferrão et al. (2013)
Acidez total titulável (g ácido cítrico 100 g ⁻¹)	1,9	Hoffmann et al. (2017a)
	1,18 – 1,30	Beskow et al. (2015)
	0,69 – 2,26	Ferrão et al. (2013)
Sólidos solúveis totais (°Brix)	12,5	Hoffmann et al. (2017a)
	13,5 – 15,5	Beskow et al. (2015)
	9,5 – 15,5	Ferrão et al. (2013)
Umidade (g 100 g ⁻¹)	79,5 – 85,9	Ferrão et al. (2013)
Cinzas (g 100 g ⁻¹)	0,47 – 0,77	Ferrão et al. (2013)
Lipídios (g 100 g ⁻¹)	0,12 – 2,27	Ferrão et al. (2013)
Proteínas (g 100 g ⁻¹)	0,57 – 0,93	Ferrão et al. (2013)
Fibra (g 100 g ⁻¹)	1,05 – 3,0 ^a	Beskow et al. (2015)
	0,84 – 4,02 ^b	Ferrão et al. (2013)
Fenólicos totais (mg 100 g ⁻¹)	171,1	Hoffmann et al. (2017a)
	454,5 – 540,9	Vinholes et al. (2017)
	280,5 – 398,5	Beskow et al. (2015)
Flavonoides totais (mg 100 g ⁻¹)	99,4	Hoffmann et al. (2017a)
Carotenoides totais (mg 100 g ⁻¹)	10,7	Hoffmann et al. (2017a)
	1,7 – 2,8	Vinholes et al. (2017)
	2,8 – 4,08	Beskow et al. (2015)
Antocianinas totais (mg 100 g ⁻¹)	1,2 – 1,9	Vinholes et al. (2017)
	1,1 – 25,2	Beskow et al. (2015)
Ácido Ascórbico (mg 100 g ⁻¹)	58,3	Hoffmann et al. (2017a)
	34,6 – 63,8	Beskow et al. (2015)

^a Método de fibra bruta^b Método enzimático gravimétrico

3.2. PROCESSAMENTO DE FRUTAS

A história do processamento de frutas no Brasil começou durante a Segunda Guerra Mundial com a produção em pequena escala comercial de doces tradicionais caseiros. A partir desta época começaram a surgir novos produtos e tipos de processos mais sofisticados e com maior preocupação quanto a qualidade nutricional e sensorial (PEREIRA, 2006).

O Brasil ainda tem uma participação muito pequena no mercado internacional de frutas processadas, porém possui uma grande capacidade de crescimento devido a sua diversidade natural. O seguimento de frutas tropicais no Brasil tem se diversificado para atender novos nichos diferenciados. O mercado de frutas industrializadas mostra-se maior que o de frutas “*in natura*”, sendo que, as frutas frescas tropicais movimentaram internacionalmente US\$ 8,6 bilhões em 2013, quando somado os produtos agroindustrializados, este valor subiu para US\$ 23 bilhões (IBRAF, 2016; PEREIRA, 2006). Esses valores demonstram a agregação de valor resultante do processamento de frutos.

Nos últimos anos, o Instituto Brasileiro de Fruticultura (IBRAF) realiza incentivo ao setor frutífero brasileiro através da execução de projetos como os do Programa de Promoção das Exportações de Frutas e Derivados e os do Plano de Desenvolvimento Setorial de Frutas Processadas. Estes projetos têm a finalidade de abrir mercados e consolidar a imagem do Brasil como grande produtor e exportador de frutas com qualidade, além de promover o desenvolvimento e a consolidação de agroindústrias de processamentos de frutas (IBRAF, 2016).

Além de agregar valor, o processamento torna-se importante para amenizar os efeitos da perecibilidade dos frutos, sendo uma opção para amenizar as perdas ocorridas por excesso de produção não aproveitado comercialmente (ZACCARI et al., 2012; IBRAF, 2016). Dentre os diversos tipos de processos, a secagem é um dos métodos utilizado para aumentar a vida útil de frutos e fornecer uma fruta com maior estabilidade microbiológica, além de possibilitar uso como ingrediente em produtos alimentícios (JIANG et al., 2010; PEREIRA, 2006).

Os produtos de frutas e vegetais são recomendados, principalmente por possuir alto teor de fibra, vitaminas e minerais, proporcionando uma dieta saudável (O'SHEA et al., 2012). Dessa forma, a secagem possibilita o uso de frutas e/ou parte de frutas e vegetais em produtos processados visando principalmente à

incorporação de fibras e sabor diferenciado (BENDER et al., 2016; FOSCHIA et al., 2013; O'SHEA et al. 2012).

Keast et al. (2011) relataram a associação do consumo de frutas secas com a melhoria da qualidade da dieta e ingestão de nutrientes como as fibras, minerais e vitaminas, além de substâncias com atividade antioxidante. Além disto, os consumidores de frutas secas apresentaram redução da pressão arterial, menor peso, índice de massa corpórea (IMC), medida da circunferência da cintura e risco de sobrepeso/obesidade em comparação com os indivíduos não consumidores.

Dentre os diversos alimentos processados, os produtos de panificação são considerados matrizes de fácil aplicabilidade para a inclusão de fibras dietéticas, dentre os quais, o *muffin* está ganhando mercado consumidor por atender a demanda de pessoas que buscam por lanches prontos, individuais e rápidos. Além de apresentar boa aceitação sensorial devido ao seu sabor doce e textura macia (BAIXAULI et al., 2008; BENDER et al., 2016; FOSCHIA et al., 2013; MARTÍNEZ-CERVERA et al., 2011).

Apesar de possuir grandes benefícios à saúde, o consumo mundial de frutas secas ainda é inferior ao desejado (KEAST et al., 2011; VITTI, 2007). No Brasil o consumo destes produtos ainda prevalece na população de maior poder aquisitivo. No entanto, mesmo com o consumo ainda abaixo do esperado, se evidencia um crescimento do setor de frutas secas em nível mundial. A busca por uma alimentação saudável para uma melhor qualidade de vida está em ascensão mundial, gerando consumidores receptivos a novos produtos saudáveis e com sabor diferenciado, como é o caso de produtos de frutas tropicais brasileiras (VITTI, 2007; PEREIRA, 2006).

3.3 SECAGEM

Secagem define-se como a operação por meio da qual a água ou outro líquido são removidos de um material (CELESTINO, 2010). O processo de secagem de frutas possui várias vantagens para a indústria alimentícia, dentre as quais podemos citar: aumento da conservação; diminuição da atividade de água e, conseqüente, redução da atividade enzimática, reações químicas e crescimento de micro-organismos; diminuição dos gastos com transporte pela redução do peso e

volume do produto; e facilidade de uso em novos produtos (BENDER et al., 2016; ORSAT et al., 2007).

Existem várias técnicas de secagem, como a solar, convectiva, por estufa a vácuo, desidratação osmótica, *spray-drying*, liofilização, leito fluidizado e métodos assistidos por micro-ondas e ultrassom (MARQUES et al., 2006; ORSAT et al., 2007; PEREIRA et al., 2007; RATTI, 2001; SCHOSSLER et al., 2012; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007; ZHANG et al., 2010).

Apesar de ser eficiente, a secagem por ar quente requer longo tempo de secagem, alto consumo de energia e temperatura elevada, o que normalmente ocasiona deterioração térmica com perdas nas características sensoriais de cor, sabor/aroma e textura dos produtos, além da degradação de nutrientes e compostos bioativos (ARIKAN et al., 2012; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007; ZHANG et al., 2010). Por outro lado, a técnica de liofilização minimiza essas reações de degradação e gera produtos secos de fácil reidratação, entretanto, demanda longo tempo e gasto de energia elevado no processo de sublimação da água (RATTI, 2001; ZHANG et al., 2010).

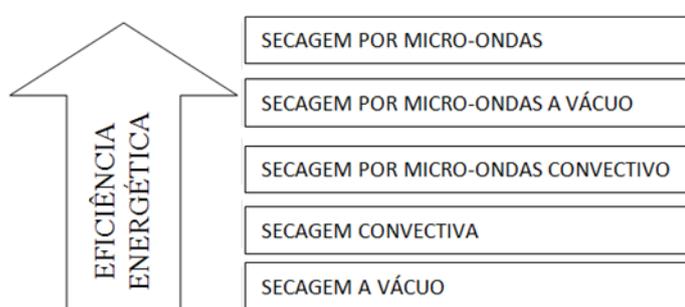
Já a desidratação osmótica consiste na remoção parcial de água livre das matérias-primas através da sua imersão em soluções hipertônicas de sacarose ou outros açúcares por tempo e temperatura pré-estabelecidos. Esse processo pode ocasionar alterações nutricionais e sensoriais, pois aumenta o valor calórico e o conteúdo de sólidos solúveis totais da fruta (PEREIRA, 2006).

Métodos que envolvem o *spray-dryer* e leito fluidizado apresentam altos custos e, normalmente, possuem restrições quanto à natureza da amostra. Amostras que apresentam alto teor de sólidos solúveis totais, como polpa de fruta, tendem a formar aglomerados durante a secagem, originando pós com estruturas compactas e com baixo poder de reidratação. No entanto, alguns métodos modernos de secagem que empregam as tecnologias de ultrassom e micro-ondas têm mostrado bons resultados em escala piloto para a garantia de um produto de qualidade com menor tempo e gasto de energia (ARIKAN et al., 2012; AWAD et al., 2012; MATHIBE et al., 2011; SCHOSSLER et al., 2012; ZHANG et al., 2010).

A secagem de alimentos é um dos métodos que mais gasta energia na indústria alimentícia, sendo responsável por grande parte dos custos do processo. Dessa forma, a procura por métodos com maior eficiência energética é de suma importância para indústria de alimentos (KUMAR et al., 2014; MOTEVALI et al., 2014). Atualmente, o que se busca em novas tecnologias de secagem é a união de

qualidade sensorial com menor gasto energético. No entanto, métodos que provocam menores alterações sensoriais do produto, muitas vezes, requerem um maior gasto energético. A Figura 2, adaptada de MOTEVALI et al. (2014), representa de forma esquemática, a eficiência energética de vários métodos de secagem, onde podemos observar que métodos a vácuo, apesar de melhorarem as características sensoriais do produto seco, apresentam um maior gasto energético que o método com uso apenas de radiação micro-ondas.

Figura 2 - Esquema da eficiência energética de diferentes métodos de secagem.



Fonte: adaptado de MOTEVALI et al., 2014.

3.4 MICRO-ONDAS NA SECAGEM DE ALIMENTOS

As micro-ondas são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda de 1 mm a 1 m e frequência entre 300 e 300.000 MHz (SANSEVERINO, 2002). O aquecimento do alimento pelas micro-ondas ocorre devido à interação da onda eletromagnética com o dipolo elétrico de uma molécula polar, como água, gordura e açúcares presentes nos alimentos (BARBOZA et al., 2001; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007). A transformação da energia eletromagnética em calor ocorre por dois mecanismos principais: a rotação de dipolos e a condução iônica. A rotação de dipolo ocorre quando as moléculas que possuem momento dipolar elétrico se alinham com o campo eletromagnético. Quando o campo é removido, as moléculas voltam ao seu estado desordenado, dissipando energia na forma de calor. A condução iônica ocorre quando a ação de um campo eletromagnético provoca migração de íons dissolvidos, gerando calor através de perdas por fricção (BARBOZA et al., 2001; SANSEVERINO, 2002; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007).

Diversos trabalhos relatam as vantagens do uso de métodos assistidos por micro-ondas na secagem de alimentos (Tabela 2), dentre as quais se destacam: aumento da velocidade do processo, eficiência de conversão de energia, melhor e mais rápido controle de processo, menor espaço utilizado, aquecimento seletivo, melhoria na qualidade microbiológica, tecnológica e sensorial do produto seco; além de poder gerar efeitos químicos e físicos desejáveis (ARIKAN et al., 2012; ZHANG et al., 2010; 2006). No entanto, o uso de micro-ondas para a secagem também apresenta algumas desvantagens em relação aos métodos convencionais, como o aquecimento heterogêneo (ZHANG et al., 2010; 2006) e a redução da mastigabilidade (ZIELINSKA et al., 2014).

Dentre as vantagens do uso de micro-ondas em alimentos destaca-se a redução e/ou mortalidade total de insetos, larvas e micro-organismos, diminuindo a contaminação e, assim, aumentando a segurança alimentar. Manickavasagan et al. (2013) demonstraram a mortalidade de 100% de insetos adultos de *Tribolium castaneum* (Herbst) e *Oryzaephilus surinamensis* (L.), e larvas de *T. castaneum* em tâmaras após tratamento de secagem por micro-ondas. O controle microbiano é relatado nos resultados de Sung e Kang (2014) onde foi possível observar a redução significativa de *Escherichia coli* O157:H7, *Salmonella* Typhimurium e *Listeria monocytogenes* em salsa tratada por micro-ondas.

As alterações nas características sensoriais de frutas ocasionadas pela secagem podem ser reduzidas com o uso de micro-ondas. Dentre estas características, a cor tem sido reportada como o principal aspecto sensorial em frutas, sendo decisivo na aceitação do consumidor. Os valores dos parâmetros de cor (Luminosidade, a^* , b^* e Cromo) variam de um alimento para outro, no entanto, durante a secagem ocorrem alterações da cor do vegetal por escurecimento enzimático e não-enzimático, principalmente devido a degradação de pigmentos e formação de novos pigmentos por reações químicas como redução de açúcares e aminoácidos (VADIVAMBAL e JAYAS, 2007). Em sua maioria, os trabalhos reportam uma melhor qualidade no aspecto de cor de frutas e vegetais secos por processos com uso de micro-ondas, provavelmente pelo tempo menor de exposição do alimento à degradação térmica durante a secagem por micro-ondas (ARSLAN e ÖZCAN, 2011; CHONG et al., 2013; CONTRERAS et al., 2008; VADIVAMBAL & JAYAS, 2007). Porém, há estudos que mostram uma maior perda de pigmentos, como antocianinas (CONTRERAS et al., 2008) e β -caroteno (ARIKAN et al., 2012),

em métodos assistidos por micro-ondas quando comparados com métodos térmicos convencionais.

Tabela 2 – Vantagens e desvantagens da secagem de frutas e vegetais por vários estudos com uso de micro-ondas.

Referência	Amostra	Método	Vantagem MO	Desvantagem MO
Zielinska et al. (2014)	Mirtilo	SC; SMV; SC+SMV	Reduziu o tempo de secagem; Reduziu a dureza; Reduziu o encolhimento; Reduziu a densidade; Aumentou a porosidade.	Aumentou o gasto de energia; (SMV>SC+SMV>SC) Reduziu a mastigabilidade.
Chong et al. (2013)	Maçã; Pera; Mamão; Manga	SAQ-AF; SC+SMV	Reduziu o tempo de secagem; Melhorou a cor; Aumentou a atividade antioxidante; Aumentou os fenólicos.	--
Huang et al. (2012)	Maçã	SL; SMV+SL; SL+SMV	Aumentou a crocância; Reduziu a dureza (SL+SMV).	Reduziu os fenólicos (SMV+SL); Aumentou a dureza (SMV+SL); Reduziu a retenção de aroma: (SL>SL+SMV>SMV+SL).
Arikan et al. (2012)	Cenoura	SC; SMC	Reduziu o gasto energético; Reduziu o tempo de secagem; Melhorou os aspectos físicos; Melhorou a qualidade sensorial.	Reduziu o beta-caroteno
Ding et al. (2012)	Gengibre	SC; SM; SV; SL	Aumentou a retenção de compostos voláteis; Reduziu o tempo de secagem; Reduziu o gasto de energia.	--
Li et al. (2011)	Maçã	SM com rampa de temperatura	Melhorou a cor; Melhorou o sabor e a aparência geral.	--
Arslan e Özcan (2011)	Pimentão	SS; SC (50 e 70°C); SM (210 e 700 W)	Reduziu o tempo de secagem: (SS>SC-50°C> SC-70°C> SM-210W>SM-700W); Melhorou a cor.	--
Contreras et al. (2008)	Morango; Maçã	SC e SMC	Reduziu o tempo de secagem; Melhorou a cor.	Reduziu as antocianinas; Aumentou a firmeza e rigidez.

Onde: Métodos de secagem SS = solar; SC = convecção; SV = a vácuo; SM = micro-ondas; SMC= micro-ondas com convecção; SMV = micro-ondas a vácuo; SL = liofilização; SAQ-AF = ar quente - ar frio; DOVP = desidratação osmótica com vácuo pulsante; ISV = impregnação de solução hipertônica a vácuo.

Li et al. (2011) constataram que a secagem por micro-ondas com rampa de temperatura em três fases (30, 40 e 50 °C) melhorou a qualidade de maçãs secas em termos de cor, sabor e aparência geral em comparação com métodos de secagem com temperatura única. Os autores chegaram a esta conclusão após verificarem que a temperatura alta acelerava o tempo de secagem, mas reduzia muito a qualidade sensorial do produto, enquanto temperaturas baixas originavam produtos com melhor qualidade sensorial, mas aumentava muito o tempo de secagem.

Arikan et al. (2012) relataram uma redução no gasto de energia e no tempo de secagem de cenouras raladas com o uso de secagem convectiva associada ao micro-ondas em comparação com a secagem convectiva em forno convencional (70 °C). Além disto, as cenouras secas por micro-ondas convectivo apresentaram melhor aspecto físico e sensorial.

Cuccurullo et al. (2012) realizaram a secagem de pedaços de maçãs por ar quente e em forno de micro-ondas com controle de temperatura com infravermelho em três temperaturas (55, 65 e 75 °C). A cinética de secagem demonstrou que o método por micro-ondas apresentou taxa de secagem significativamente maior. Os autores realizaram um acompanhamento da temperatura de secagem através do acoplamento de uma câmara termográfica de infravermelho ao forno de micro-ondas. Os resultados demonstraram que a variação de temperatura dentro do forno de micro-ondas aumenta com o aumento da temperatura, sendo maior na temperatura de 75 °C. As imagens termográficas demonstraram ainda que, durante a secagem por micro-ondas, o aquecimento dos pedaços de maçãs é maior no centro, enquanto as extremidades apresentam-se mais frias. Além disso, também foi possível visualizar que a distribuição de temperatura não é homogênea dentro do forno de micro-ondas.

3.4.1 Técnicas de secagem associados às micro-ondas

Como demonstrado nos trabalhos relatados anteriormente e na Tabela 2, a secagem única com micro-ondas é uma técnica eficiente para a secagem de frutas e hortaliças, apresentando vantagens em relação à secagem convectiva normal. No entanto, métodos de secagem intermitentes com uso das micro-ondas tem despertado bastante interesse no meio científico, visando melhorar ainda mais as

vantagens já mencionadas ao uso único das micro-ondas. Segundo KUMAR et al., 2014, um método de secagem intermitente consiste em qualquer alteração nas condições de secagem durante o processo, seja por diferentes métodos, potência, temperatura, etc. O uso desse tipo de secagem proporciona redução do gasto de energia, diminuição do tempo de secagem e melhor qualidade sensorial do produto seco.

Atualmente, há um grande número de trabalhos que relatam diferentes tipos de técnicas de secagem associados às micro-ondas, dentre os quais podemos citar: técnicas com convecção, a vácuo, liofilização, usando leito fluidizado e técnicas com aquecimento ôhmico e ultrassom (ASCARI et al., 2013; NGUYEN et al., 2013; ZHANG et al., 2006; 2010).

A secagem convectiva é uma das técnicas mais antigas de secagem de alimentos, o qual emprega o ar quente na remoção da água dos alimentos influenciado por três fatores: a quantidade de vapor d'água presente no ar e a temperatura do mesmo, além da quantidade de ar que passa pelo alimento (FELLOWS, 2006). O uso de ar quente normalmente ocasiona deterioração térmica com perdas nas características sensoriais de cor, sabor/aroma e textura dos produtos secos (ARIKAN et al., 2012; KUMAR et al., 2014; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007; ZHANG et al., 2010). Para reduzir a degradação térmica ocasionada nesse tipo de secagem, essa técnica passou a ser associada com vários outros processos de secagem, como as micro-ondas. Vários trabalhos usam a secagem convectiva associada às micro-ondas para secar frutas e vegetais. As técnicas de associação são diversas como o acoplamento de um secador convectivo a um forno de micro-ondas (ARIKAN et al., 2012; CONTRERAS et al., 2008; MOTEVALI et al., 2014) e o uso de secagem convectiva antes ou após a secagem por micro-ondas (CHONG et al., 2013; ZIELINSKA et al., 2014). Os estudos relatam que a associação da secagem convectiva com micro-ondas reduz significativamente o tempo de secagem quando comparado com o método convectivo convencional (ARIKAN et al., 2012; CONTRERAS et al., 2008; MOTEVALI et al., 2014).

A associação de vácuo a métodos de secagem de frutas e vegetais está sendo bastante estudada atualmente, como a liofilização e o emprego de vácuo a um forno de micro-ondas para a secagem de amostras *in natura* ou congeladas. O uso dessas técnicas visa à redução do tempo e temperatura de secagem, além da obtenção de produtos secos com melhor qualidade nutricional e sensorial (CHONG et al., 2013; HUANG et al., 2012; ZHANG et al., 2006; 2010; ZIELINSKA et al.,

2014). Na secagem a vácuo ocorre redução do ponto de ebulição da água no alimento criando um gradiente de pressão entre o interior e a superfície do alimento. Além disso, a concentração de vapor de água na superfície do produto também diminui, pois as moléculas de água de alta energia difundem-se rapidamente para a superfície e evaporam na câmara de vácuo. Esses fatores favorecem o aumento da taxa de secagem e o uso de temperaturas mais amenas para o processo (ZHANG et al., 2006; 2010).

A redução de temperatura e do contato com oxigênio favorece a manutenção de compostos bioativos e diminui a degradação térmica, ocorrendo melhora nos parâmetros sensoriais de cor, textura e sabor (ARIKAN et al., 2012; CHONG et al., 2013; MOTEVALI, et al., 2014; WANG et al., 2010; ZHANG et al., 2006; 2010; ZIELINSKA et al., 2014). No entanto, alguns estudos sinalizam o contrário, indicando que, quando associado com etapa de congelamento, o conteúdo de compostos voláteis responsáveis pelo aroma pode reduzir pela aplicação de vácuo ao sistema de secagem (DING et al., 2012). Isso possivelmente ocorre porque a formação de cristais de gelo na fase de congelamento e o aumento desses cristais na fase de sublimação geram rupturas na microestrutura da parede celular, e a aplicação de baixa pressão pode favorecer a remoção de substâncias mais voláteis (DING et al., 2012; ZIELINSKA et al., 2014). Para confirmar essas possíveis causas, ainda são necessários mais estudos a respeito do comportamento dos compostos voláteis e microestrutura de alimentos quando submetidos a técnicas de secagem que utilizam congelamento e vácuo.

DING et al. (2012) analisaram a composição volátil de gengibre secos por liofilização, secagem convectiva, secagem a vácuo e por micro-ondas. A secagem somente por micro-ondas apresentou vantagens em relação aos sistemas de secagem convectivos e a vácuo por obter maior retenção de compostos voláteis associado a um menor gasto energético. Contrariamente, CALIN-SANCHEZ et al. (2011) recomendaram o uso de métodos assistidos por micro-ondas e vácuo na secagem de alecrim para a aumentar a concentração de compostos voláteis e a qualidade sensorial do produto seco.

Zielinska et al. 2014 secaram mirtilos por diferentes métodos de secagem: ar quente (60 °C e 80 °C); micro-ondas com vácuo; e a combinação de ar quente (60 °C e 80 °C) e micro-ondas com vácuo. Os autores observaram que quando as frutas foram secas por circulação de ar quente seguida de micro-ondas com vácuo

(SC+SMV) ocorreu diminuição de 80% do tempo de secagem em comparação com a secagem apenas com ar quente, porém o gasto de energia por SC+SMV foi quase cinco vezes maior. No entanto, quando comparados com secagem por circulação de ar (60 °C e 80 °C), os métodos assistidos por micro-ondas sob vácuo aumentaram a porosidade do produto seco e diminuíram a dureza, mastigabilidade, encolhimento e densidade. Tais características foram mais evidentes no método SC (80 °C) + SMV. Assim, apesar de ter diminuído a mastigabilidade, o método usando SC (80 °C) + SMV apresentou vantagens na secagem de mirtilos, melhorando a qualidade sensorial e reduzindo o consumo de energia em comparação com a secagem em micro-ondas sob vácuo em estágio único.

3.5 ULTRASSOM NA SECAGEM DE ALIMENTOS

Ultrassom é definido como ondas sonoras com frequência superior ao limite de audição do ouvido humano, aproximadamente 20 kHz. A tecnologia de ultrassom tem sido aplicada em diversos seguimentos da indústria alimentícia obtendo efeitos positivos no processamento de alimentos, tais como a melhoria na transferência de massa, conservação de alimentos, manipulação da textura, bem como assistindo tratamentos térmicos (SORIA e VILLAMIEL, 2010). Notoriamente, essas características se convertem em benefícios para a indústria de alimentos, como no processo de secagem, pois o uso de ultrassom possibilita redução dos custos e do tempo do processo por combinar os efeitos do aquecimento com os efeitos mecânicos das ondas de pressão (AZOUBEL et al., 2010; FUENTE-BLANCO et al., 2006; SCHOSSLER et al., 2012).

Segundo Awad et al. (2012) o ultrassom gera o fenômeno chamado de cavitação acústica, ou seja, a formação, o crescimento, a implosão e o colapso de bolhas de gás em líquidos liberando grandes quantidades de energia altamente localizadas. Perto de superfícies sólidas, o colapso das bolhas formam microjatos assimétricos. A cavitação acústica aumenta a velocidade das reações de transporte de massa por gerar turbulência local e micro-circulação do líquido. Além da cavitação acústica, o processo de desidratação assistido por ultrassom também sofre influência das compressões e expansões provocadas por ondas sonoras que passam através do alimento. As forças geradas nesse efeito mantêm a água no

interior de canais facilitando a remoção da umidade do alimento (AWAD et al., 2012; SORIA e VILLAMIEL, 2010).

Alguns autores relataram uma melhoria da qualidade sensorial de alimentos secos através de métodos assistidos por ultrassom ou por sua aplicação como pré-tratamento na secagem (Tabela 3), bem como a melhora no processo de transferência de calor e massa e redução do tempo de secagem sem afetar as características de qualidade como densidade, cor e teor de ácidos ascórbico (FUENTE-BLANCO et al., 2006; ROMERO e YÉPEZ, 2015; SCHOSSLER, 2012). Dentre as possíveis combinações de métodos, o uso associado de ultrassom e micro-ondas também tem mostrado resultados positivos na secagem (ZHANG et al., 2006; 2010).

Tabela 3 - Estudos com uso de ultrassom em frutas e vegetais.

Referência	Amostra	Vantagens Ultrassom
JAMBRAMK et al. (2016)	Suco e néctar de cramberry	Alterou perfil volátil Reduziu notas sensoriais
NOWACKA e WEDZIK (2016)	Cenouras	Aumentou carotenoides Preservação da cor Alterou microestrutura Não alterou o tempo de secagem
PINGRET et al. (2012)	Óleo de girassol	Oxidação de lipídeos Formação de radicais livres
SIMUNEK et al (2013)	Suco e néctar de maçã	Alterou perfil volátil Reduziu notas sensoriais
KOMES et al. (2013)	Peras	Reduziu atividade antioxidante Reduziu fenólicos Reduziu notas sensoriais
FERNANDES e RODRIGUES (2007)	Banana	Redução do tempo de secagem
NOWACKA et al. (2014)	Maças	Redução do tempo de secagem Melhorou reidratação Reduziu a densidade Aumentou o encolhimento
FERNANDES et al. (2008)	Mamão	Reduziu o tempo de secagem

3.6 COMPOSTOS VOLÁTEIS

A pesquisa dos compostos voláteis tem sido bastante explorada para avaliação da qualidade de frutos e seus produtos durante a maturação,

processamento ou armazenamento (CALIN-SANCHEZ et al., 2011; DAMIANI et al., 2009; JANZANTTI et al., 2003; SOUZA GALVÃO et al., 2011).

Para a realização da análise de compostos voláteis, primeiramente é realizado o isolamento desta fração do restante da matriz, sendo a técnica de microextração em fase sólida do *headspace* indicada para amostras de frutas (AUGUSTO e VALENTE, 2002). Após essa etapa o isolado é analisado em cromatógrafo a gás de alta resolução (GC) e os compostos voláteis separados normalmente em coluna capilar de sílica fundida devido a elevada resolução cromatográfica. Existem vários tipos de detectores utilizados na análise dos compostos voláteis separados na coluna cromatográfica, no entanto, os detectores de ionização em chama (FID) e espectrômetro de massas (MS) são os comumente empregados nas análises quantitativas e qualitativas, respectivamente. Dessa forma, o GC-FID e GC/MS são sistemas que possuem boa capacidade de separação (resolução) e sensibilidade adequada para realizar a análise de compostos voláteis em alimentos (FRANCO; JANZANTTI, 2004).

Além das técnicas de identificação e quantificação dos compostos voláteis, a avaliação sensorial do efluente cromatográfico conhecido como técnica de GC-Olfatometria proporciona uma informação relevante sobre a intensidade odorífera e a qualidade de cada odor. Essa técnica permite a identificação e discriminação dos compostos de impacto sensorial positivo, bem como aqueles que são considerados indesejáveis ao alimento em questão, conhecidos como *off-odors* (BLANK, 1996; WARDENCKI & PLUTOWSKA, 2008).

4 ARTIGO 1:

**EFFECT OF MICROWAVE AND HOT AIR DRYING ON THE PHYSICOCHEMICAL
CHARACTERISTICS AND QUALITY OF JELLY PALM PULP**

Artigo aceito para publicação no periódico **Food Science and Technology Research**,
v. 23, n. 6, p. xx-xx, 2017.

Original paper

Effect of Microwave and Hot Air Drying on the Physicochemical Characteristics and Quality of Jelly Palm Pulp

Tassiane S. FERRÃO¹, Bruna TISCHER¹, Maria F. S. C. MENEZES¹, Luisa H. R. HECKTHEUER¹, Cristiano R. MENEZES¹, Juliano S. BARIN¹, Leandro MICHELS² and Roger WAGNER^{1*}

¹Department of Technology and Food Science – Federal University of Santa Maria, Av. Roraima, n° 1000, Cidade Universitaria, Cep 97105-900, Santa Maria, RS – Brazil.

²Department of Electrical Power Processing – Federal University of Santa Maria, Av. Roraima, n° 1000, Cidade Universitaria, Cep 97105-900, Santa Maria, RS – Brazil.

Received ■■■ ; Accepted ■■■

The drying of jelly palm pulp with hot air (HA) or microwave (MW) radiation was evaluated at three temperatures (50, 60 and 70°C), and the physicochemical and sensory properties of the dried pulp were considered. Drying using MW increased the drying rate and a reduction in the drying time compared with HA. Infrared thermography showed heterogeneous heating using MW. The water activity of the dried pulp ranged from 0.43 to 0.51. The colour of the dried pulps at 50 and 60°C after using both techniques suffered less thermal degradation than drying at 70°C, which generated darker pulp. The best results were obtained using MW at 60°C, because this presented no significant sensory differences and required a shorter drying time than MW at 50°C.

Keywords: dried fruit, *Butia odorata*, microwave drying time, sensory analysis, infrared thermography

Introduction

Inadequate processing is responsible for the loss of one-third of the food produced around the world, of which fruits account for a reasonable part (Kumar *et al.*, 2014). Besides reducing the effects of the perishability of fruits and vegetables, processing is also important given the excess production of fruits and vegetables at harvest time (Karam *et al.*, 2016; Raak *et al.*, 2016). Among the numerous forms of processing used to preserve fruit, drying has been widely used. Drying reduces water activity/chemical reactions, inhibits the growth of microorganisms, reduces transportation costs and facilitates the use of new products (Karam *et al.*, 2016; Zhang *et al.*, 2010).

The drying process can be performed using several techniques or a combination of them (Karam *et al.*, 2016; Kumar *et al.*, 2014). Drying techniques should be carefully optimized to assure the nutritional, microbiological and sensory qualities of fruit in an attempt to preserve the characteristic attributes of fresh fruit (Karam *et al.*, 2016). Drying of

fruits by conventional thermal techniques (sun- or hot air-dried) is wide spread due to the feasibility of implementation, but low drying rates and high time and energy expenditures are drawbacks of these methods (Vadivambal and Jayas, 2007). For temperatures above 70°C, these techniques result in changes to sensory characteristics of foods, such as colour, texture, aroma and taste (Kumar *et al.*, 2014; Zhang *et al.*, 2010). To reduce thermal degradation caused by the drying process, new techniques have been studied, such as those assisted by microwave (MW) radiation. These are promising alternatives for the drying of fruits and vegetables, reducing time and energy consumption and improving sensory and technological quality in the dried pulp (Arkan *et al.*, 2012; Orsat *et al.*, 2007; Vadivambal and Jayas, 2007; Zhang *et al.*, 2010). In this respect, Cuccurullo *et al.* (2012) dried apple pieces in convective dryer and in a microwave oven using temperature control with infrared at three temperatures (55, 65 and 75°C). Drying kinetics showed that microwave drying significantly increased drying rates,

*To whom correspondence should be addressed.

E-mail: rogerwag@gmail.com

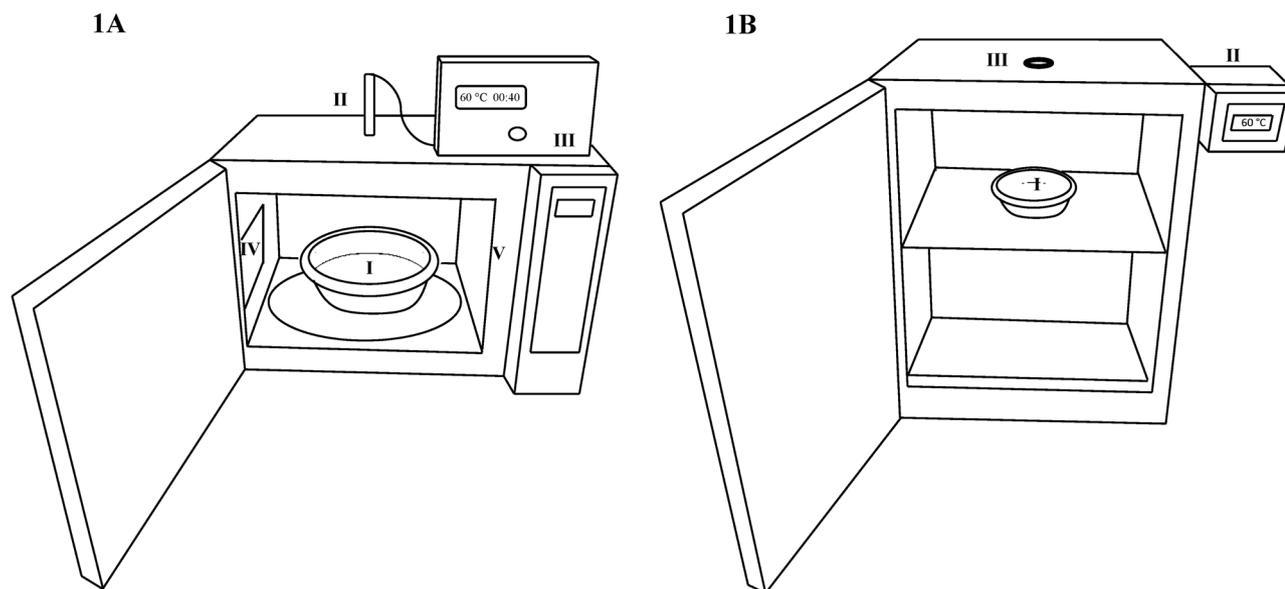


Fig. 1. Equipment of drying. (A) Microwave. (I) sample; (II) infrared pyrometer; (III) programming system of variables time, temperature, temperature variation, emissivity, heating ramp and cooling time; (IV) fan to remove moisture during drying located on the left side of the equipment; (V) magnetron. (B) Air circulation oven. (I) sample; (II) air circulation; (III) temperature control.

reducing drying time up to three times at 75°C. Motevali *et al.* (2014) evaluated the drying of Roman chamomile, identifying an energy efficiency of drying by microwave of 49.99% at 300 W power, while convective drying by hot air presented energy efficiency of 6.76%. Koyuncu and Lüle (2015) dried sorbus fruit in a microwave oven and convective dryer. The drying kinetics showed that MW significantly increased the drying rate, reducing the convective drying time of 22 h to 2.75 h in oven microwave. No papers report the drying of jelly palm fruit by any technique.

Jelly palm fruit (*Butia odorata*) are not well known outside their natural cultivation areas, but studies have shown that they have antioxidant, antiproliferative and antimicrobial actions beneficial to health (Ammar *et al.*, 2014; Hoffmann *et al.*, 2014). In addition, these fruits also contain high levels of carotenoids, mainly beta-carotene, beta-cryptoxanthin, 9-cis-beta-carotene and lutein; fibre (Ferrão *et al.*, 2013; Pereira *et al.*, 2013) and phenolic compounds, such as gallic acid, ferric acid and epicatechin (Beskow *et al.*, 2015; Denardin *et al.*, 2015; Hoffmann *et al.*, 2014; Pereira *et al.*, 2013).

To extend the shelf life of the jelly palm fruit, the fruit could be conserved through a drying method using modern technology, such as MW radiation, which would guarantee the quality of the final product. Therefore, this study aimed to evaluate the drying of the jelly palm fruit using hot air (HA) circulation and MW radiation at different temperatures in terms of the physicochemical (e.g., moisture, water activity, rehydration ratio, colour) and sensory quality of the *B. odorata* pulp. In addition, the drying kinetics and distribution of temperature within the product were studied using infrared thermography.

Materials and Methods

Harvesting and storage Fresh, healthy and ripe jelly palm (*B.*

odorata) fruits were harvested in the city of Tuparendi (Rio Grande do Sul State, Brazil; latitude $-27^{\circ} 45' 8.52''$ S, longitude $-54^{\circ} 29' 17.04''$ W) from January to March 2014. The point of ripening for harvest was established, according to Ferrão *et al.* (2013), when fruit naturally loosens from the bunch. All fruits were stored in sealed plastic bags and frozen at -20°C . Before all drying processes, the fruit from different bunches were homogenized and divided into experimental units. For drying, the fruits were defrosted for 1 h at room temperature inside the packages. The fruits were cleaned with tap water and then separated into peel, pits and pulp.

Drying The jelly palm fruit pulp (100 g) was weighed in a perforated polypropylene container (20 cm²) typically used in a domestic MW oven. Filling the bottom of the container, the pulp was then subjected to MW and HA drying. MW drying was performed in household equipment (model Perfect, Panasonic, Brazil, 32 L, 800 W, 2450 MHz) modified using a fan to remove moisture during drying and an infrared pyrometer (Raytek) to control the heating by programmed temperatures (Fig. 1A). The infrared pyrometer was placed centrally at the top of the oven, 20 cm from the sample. The power delivered inside the cavity was experimentally determined according to Bizzi *et al.* (2011) and reached 604 W. An air circulation oven (Deo Leo, Brazil) was used for HA drying (Fig. 1B). Three drying temperatures were studied in both systems: 50, 60 and 70°C. Final drying time was determined when the pulp reached its final moisture content of $5 \pm 1\%$. After drying, the pulp was ground in a knife mill (Marconi MA-630, Brazil) for two minutes to obtain a dry jelly palm powder, which was stored in 50 mL polypropylene tubes at 5°C until analysis.

Drying evaluation Moisture loss on drying was measured by reduction in weight and calculated according to Equation 1 (Wang

et al., 2010). Samples were weighed on a digital scale balance (± 0.01 g) every five minutes during the first hour and subsequently every 10 minutes until they reached a final moisture content of 5 \pm 1%. Experiments were performed in triplicate.

$$Xt = \frac{mt - md}{md} \quad \dots\dots \text{Eq. 1}$$

In Equation 1, Xt is the moisture content at drying time t (min) on a dry basis (g/g); mt is the weight of material at time t ; and md is the dry matter weight of the material.

The drying rate (DR) of the pulp samples was calculated according to Equation 2 (Seremet *et al.*, 2016):

$$DR = \frac{X_{t+dt} - Xt}{dt} \quad \dots\dots \text{Eq. 2}$$

where dt is the time interval between the weighings and X_{t+dt} is the moisture content after the time interval between the weighings (dt).

Moisture analysis The moisture contents of the fresh and dried pulps were determined in a vacuum oven (Quimis, Brazil), according to the AOAC (1995; method 925.09/17) and measured in triplicate.

Infrared thermography The temperatures of the fresh and dried samples were monitored using a long-wave infrared camera (7.5 – 13.0 μm , FLIR E60 model, FLIR, Wilsonville, OR, USA), which provided images of 320×240 pixels at a frame rate of 30 Hz. Each container with pulp was removed from the drying equipment and positioned in the camera's focus (at 40 cm distance) to take pictures with a delay time less than 5 s. This procedure was performed to minimize errors caused by interference of hot air from the drying equipment, as reported by Llave *et al.* (2017). Images were processed using ResearchIR software (FLIR), and the temperatures were corrected for ambient temperature and relative humidity. The mean and amplitude values of the temperatures were determined for each sample by monitoring an 8,000-pixel ellipse from an image with 14,000 pixels. The emissivity value ($\epsilon = 0.88$) of the surface of the pulp was measured by adjusting the camera according to its surface temperature. The emissivity values during the drying process varied by 0.880 in the fresh pulp and 0.800 in the dry sample, representing maximum reductions of 2.6, 3.3 and 3.9°C at 50, 60, and 70°C, respectively.

Water activity Water activity was measured in triplicate using a thermohygrometer (Testo 650, Brazil), according to the manufacturer's instructions.

Rehydration capacity The rehydration capacity of the dried jelly palm pulp was measured, according to Megías-Pérez *et al.* (2014) method, as the rehydration ratio calculated from the mass of the rehydrated sample (g) and dry weight (g). The procedure was carried out in triplicate.

Colour The colours of the samples (fresh and dry) were measured with a CR-300 Konica Minolta colorimeter (Minolta Corp, Osaka, Japan) using the CIE Lab (L^* , a^* and b^*) colour system and a 2° observation angle. Each pulp sample was evaluated in a 40 mL Petri plate (1 cm thickness) on a standard white

background. All determinations were performed in triplicate. The colour indicators chroma (C^*_{ab}) and relative colour difference (ΔE_{ab}) were calculated using Equations 3 and 4, respectively:

$$C^*_{ab} = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad \dots\dots \text{Eq. 3}$$

$$\Delta E_{ab} = \sqrt{(L^{*0} - L^*)^2 + (a^{*0} - a^*)^2 + (b^{*0} - b^*)^2} \quad \dots\dots \text{Eq. 4}$$

where 0 indicates parameters of the fresh pulp.

Sensory evaluation The ethical aspects of this study were approved by the Research Ethics Committee of the Federal University of Santa Maria under protocol No. 39902414.4.0000.5346. The dried pulps were submitted to eight sensory evaluations: four using an untrained panel of 50 assessors to evaluate colour and overall appearance and four using 10 previously selected and trained judges to evaluate the characteristic odour of the jelly palm fruit. For all evaluations, discriminatory ranking tests were performed to investigate the influence of the three temperatures (50, 60 and 70°C). Subsequently, the samples obtained at the same temperatures but different drying techniques were subjected to two paired comparison tests. In this way, the dried pulp at 50°C by MW was compared with dried pulp at 50°C by HA, same procedure was performed to compare the dried pulps at 60°C. In the paired comparison and ranking tests, samples (10 g) were offered to assessors in 50 mL polypropylene containers encoded with random three-digit numbers. Samples were evaluated at room temperature in individual booths, acclimatized and illuminated with fluorescent lamp. Samples were served simultaneously, three for the ranking tests and two for the paired comparison tests.

The same tests were performed to evaluate the characteristic odour of the dried jelly palm fruit pulp. To evaluate this parameter, the samples were served in 50 mL polypropylene containers covered with perforated aluminium foil and closed with a watch glass. The assessors were instructed to remove the watch glass only when the sample was near their noses so that they could smell the odour without seeing the sample. The 10 previously selected assessors were trained using different concentrations of the jelly palm fruit pulp diluted in water and ethyl hexanoate as a reference standard, since this is the main volatile compound in the fruit (Bernardi *et al.*, 2014).

Statistical analysis Experimental data were evaluated by analysis of variance (ANOVA) and Tukey's test ($p < 0.05$) using Statistica 7.0 software (Tulsa, USA, 2004). Statistical analysis of the data obtained from the sensory analysis was performed using Friedman's test and Newell and MacFarlane's (1987) table.

Results and Discussion

Drying evaluation The drying curves (Fig. 2) and drying rate (Fig. 3) of the jelly palm fruit pulp showed different behaviour for the two drying treatments (HA and MW) at the three temperatures (50, 60 and 70°C). The use of the MW oven reduced drying time

Table 1. Influence of drying on the physical and chemical characteristics of the jelly palm fruit (*B. odorata*).

Treatments	T (°C)	Time (h)	Moisture (%)	Water activity	Rehydration ratio
Fresh pulp	-	-	80.02 ± 0.31	0.99 ± 0.01	-
Hot air	50	14.0	5.66 ± 0.20 ^{a*}	0.43 ± 0.01 ^d	2.4 ± 0.3 ^a
	60	8.0	5.21 ± 0.45 ^a	0.47 ± 0.00 ^b	2.6 ± 0.5 ^a
	70	6.0	4.76 ± 0.77 ^a	0.44 ± 0.01 ^{cd}	2.4 ± 0.2 ^a
Microwave	50	6.5	5.41 ± 0.49 ^a	0.51 ± 0.01 ^a	2.6 ± 0.4 ^a
	60	4.5	4.57 ± 0.57 ^a	0.49 ± 0.01 ^b	2.4 ± 0.2 ^a
	70	2.0	4.34 ± 0.33 ^a	0.47 ± 0.01 ^{bc}	2.6 ± 0.4 ^a

* The same letters in the same column indicate that the data do not differ statistically between each other (Tukey's test; $p < 0.05$). Results are the mean of triplicates. T: temperature; Time: drying time.

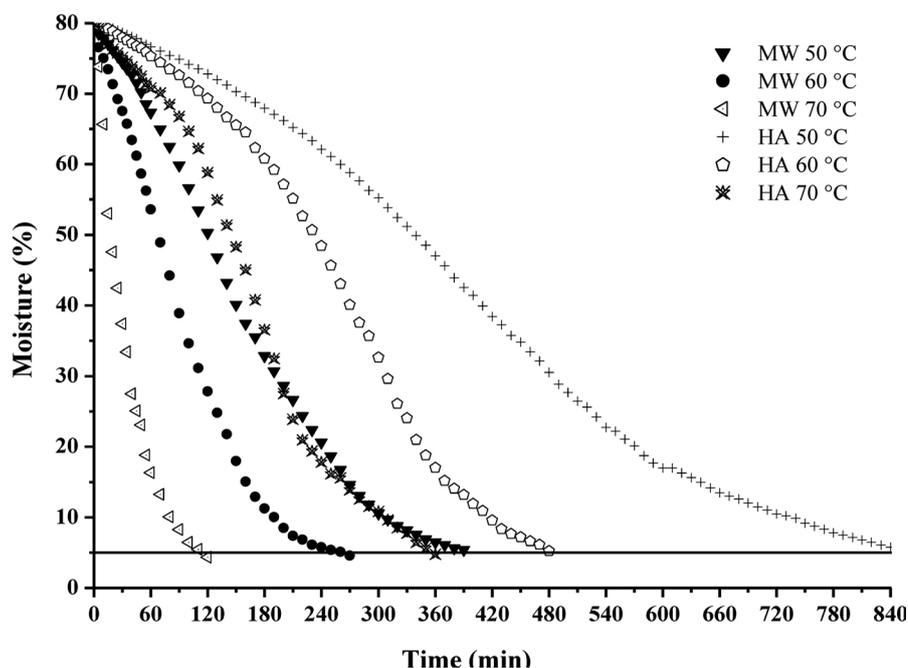


Fig. 2. Drying behaviour of the jelly palm fruit (*B. odorata*) using hot air (HA) and microwave (MW) heating at 50, 60 and 70°C. Results are the mean of triplicates. ▼ = MW 50°C; ● = MW 60°C; ◁ = MW 70°C; + = HA 50°C; ◻ = HA 60°C; * = HA 70°C.

by up to three times compared to HA drying at 70°C (Table 1). This significant reduction in drying time is due to the different heating phenomena involved in the two techniques, which influenced drying rates. In HA drying, heat transfer mainly takes place by conduction, with the surface of the food heated by hot air in the oven; this absorbed energy is then transferred into the food (Vadivambal and Jayas, 2007). In MW heating, there is also heat distribution by conduction inside the food, but the heat generated is due to the absorption of the MW radiation. The interaction of this energy with food promotes heating by both the rotation of dipoles and ionic migration phenomena (Chandrasekaran *et al.*, 2013). For fruit, the main absorptive dipole molecule is water itself, the heating of which increases the internal pressure of the food, thereby facilitating the diffusion of water vapours (Vadivambal and Jayas, 2007; Zhang *et al.*, 2010). Thus, MW drying more efficiently removes water from food compared to conventional systems,

considerably increasing the drying rate and consequently reducing processing time (Arslan and Özcan, 2011; Cuccurullo *et al.*, 2012; Seremet *et al.*, 2016).

The observed drying rate behaviour of the jelly palm pulp (Fig. 3) shows four distinct periods during drying, as described by Bilbao-Sáinz *et al.* (2006). At first, high water content (80%) is responsible for the increase in the internal temperature of the pulp, with increasing diffusion of water generating the first maximum in the drying rate curve (at 53–55% moisture). At the highest temperature (70°C) and under MW drying, this maximum is more prominent due to the higher heating of the pulp. From here, in MW drying, increasing transfer of water vapour from the interior to the surface causes condensation of water on the surface of the sample, possibly due to insufficient airflow to remove this surface moisture, reducing the drying rate. In HA drying, the movement of water vapour from the centre to the surface of the sample is resisted by

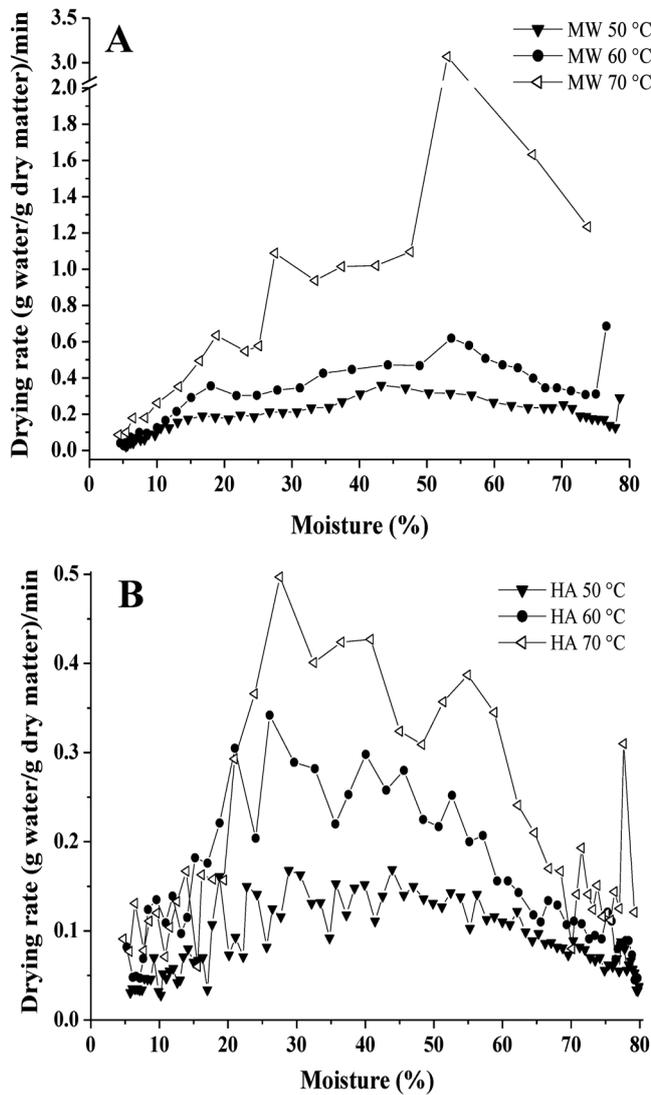


Fig. 3. Drying rate of the jelly palm fruit (*B. odorata*) using microwave (B) and hot air (A) heating at 50, 60 and 70°C. Results are the mean of triplicates. MW = microwave; HA = Hot air. ▼ = 50°C; ● = 60°C; ◁ = 70°C.

the formation of a hard skin caused by contact of hot air with the surface of the pulp (Chayjan *et al.*, 2014). In the second period, the sample temperature and the drying rate reduces. After free water evaporates in a third period, the drying rate reaches a second maximum (at 27–28% moisture) driven by different vapour pressures between the centre and the surface of the product. With decreasing pulp moisture, the drying rate reaches its last period of decline. In drying by MW, this period is marked by decreasing absorption of the MW radiation caused by reduced water content. In drying by HA, the dry matter yields a lower pressure gradient between the centre and the surface, making it more difficult to remove water and thus reducing the drying rate (Bilbao-Sáinz *et al.*, 2006; Chayjan *et al.*, 2014). Additionally, the standard deviations of drying rate in the MW processes were higher than for HA, mainly in the first interval of moisture-content reduction. For both techniques, increasing temperature triggers increasing standard deviation of drying rates, with mean values of 0.012 and

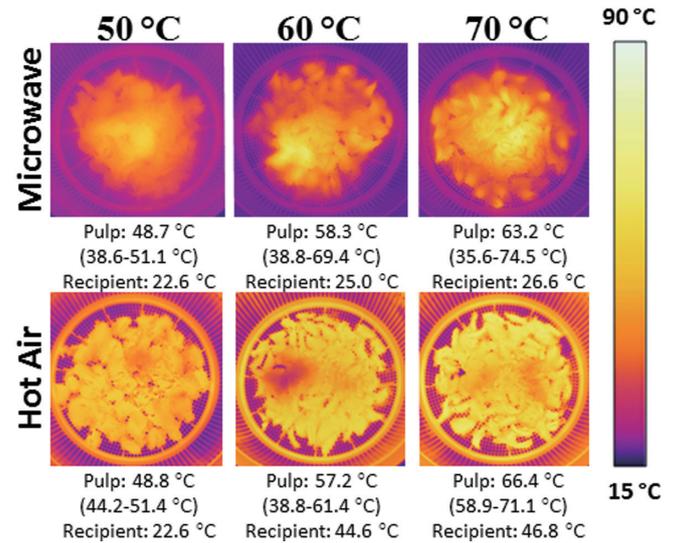


Fig. 4. Infrared thermography of the jelly palm fruit (*B. odorata*) during drying by hot air and microwave heating at temperatures (T) of 50, 60 and 70°C. Results are the mean of triplicates.

0.029 at 50°C, 0.021 and 0.047 at 60°C and 0.034 and 0.149 at 70°C for HA and MW, respectively. This drying behaviour is typical of fruits and vegetables, as demonstrated in the drying of apples (Cuccurullo *et al.*, 2012) and pumpkins (Seremet *et al.*, 2016) using HA and MW heating.

Increasing temperature, regardless of drying system, led to greater removal of moisture and shorter drying time (Table 1). In HA drying drying time reduced the most from 50 to 60°C, a reduction by more than 40%. In drying by MW, increasing temperature from 60 to 70°C also reduced the drying time (by 55%). In other studies involving the drying of fruits and vegetables, such as pumpkins (hot air: 540 min at 50°C to 330 min at 70°C; Seremet *et al.*, 2016), apples (hot air: ≈270 min at 50°C to ≈170 min at 70°C; microwave: ≈120 min at 50°C to ≈50 min at 70°C; Cuccurullo *et al.*, 2012) and red bell peppers (hot air: 25 h at 50°C to 9 h at 70°C; Arslan and Özcan, 2011), the authors reported similar effects of drying temperature.

Thermographic analysis Infrared thermal images allowed visualization of the heat distribution surface of the pulp during the HA and MW drying processes (Figure 4). These images showed several points of higher temperature (hot spots) under MW, with a more heterogeneous temperature distribution than the convection oven. This is due to the non-uniform distribution of the electromagnetic field inside the cavity of a MW oven, which generates cold and hot spots; by contrast, in the convection oven, the air circulates at a constant temperature (Bizzi *et al.*, 2011; Cuccurullo *et al.*, 2012; Vollmer, 2004). This high variation of temperature within samples dried by MW can be explained by this inhomogeneous distribution of radiation inside the cavity, but various technical changes might improve homogeneity, including the use of different vessels, microwave applicators and combination with other methods of drying (such as ohmic heating, convection

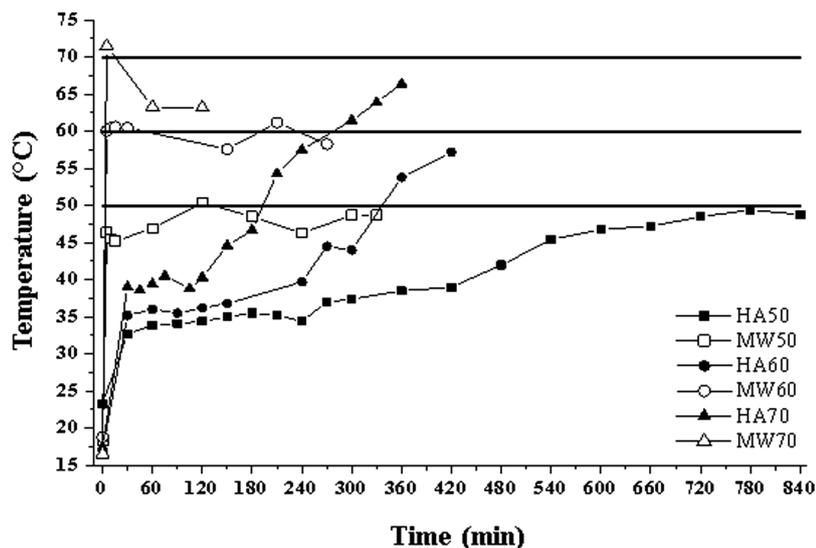


Fig. 5. Temperature variation of the jelly palm fruit (*B. odorata*) during drying by hot air (HA) and microwave (MW) heating at 50, 60 and 70°C determined by infrared thermography. □ = MW 50°C; ○ = MW 60°C; △ = MW 70°C; ■ = HA 50°C; ● = HA 60°C; ▲ = HA 70°C.

or jet impingement; Choi *et al.*, 2011; Geedipalli *et al.*, 2008; Zhang *et al.*, 2006). Another factor is the temperature of the container, which was lower for MW heating because the pulp directly absorbs microwave radiation, as described before. The ability to absorb microwave radiation and thus heat is represented by material dissipation factor ($\tan \delta$). The drying container used here was made of a plastic material (polypropylene) which has insignificant absorption of microwave radiation due to its very low dissipation factor around 2.0×10^{-4} (Kingston and Haswell, 1997). Thus, heating of the container in the process of MW drying mainly occurred through contact of the container with the heated pulp, which heated the container significantly less than in the HA technique, where the container heated to temperatures close to those of the pulp (Zhang *et al.*, 2006). The thermographic images showed a higher variation in temperature occurring in drying by MW at 70°C, increasing the hot spots. This phenomenon, closely related to drying by MW (Bhattacharya and Basak, 2017), may lead to the greater darkening of the pulp at this temperature, as reflected in the instrumental and sensory colour analyses discussed above.

Infrared thermography was also used to monitor temperatures during drying. The mean temperature of the surface of the pulp (MTP) over drying time is shown in Figure 5. The pulp was heated less by HA than by MW for all evaluated temperatures. When drying at 50°C, the HA treatment needed eight hours for at least one portion of the pulp to reach 50°C, but 50°C MTP was only reached at the end of the drying time (14 hours). On the other hand, when drying was performed at the same temperature using MW, a portion of pulp reached 50°C in five minutes and MTP of 50°C was reached after only two hours of drying. For MW drying at 60 and 70°C, the MTP reached the desired value in the first five minutes of drying; after reaching 70°C, the MTP decreased, possibly due to

high temperature variation in drying by MW at 70°C at the end of drying (35.9°C at 74.5°C). By contrast, with the HA technique, reaching one portion at the drying temperatures required six hours of drying at 60°C and 4 hours of drying at 70°C. However, at these two drying temperatures, the MTP did not reach the desired temperature in the oven until the end of drying. These data demonstrate the high efficiency of MW drying and could explain the differences in processing time compared to HA drying. These results are directly related to the behaviour, observed in Figures 2 and 3, of higher drying rates and more efficient reduction in moisture content in MW samples compared to HA samples, independent of temperature (though most accentuated at 70°C). This reported efficiency of MW is due to the direct interaction of the MW radiation with the pulp, while the conventional system is limited to heat transfer that occurs slowly due to the low thermal conductivity of the food (Bhattacharya and Basak, 2017).

Physicochemical characteristics The physicochemical properties of the fresh and dried jelly palm pulps are presented in Table 1. The moisture content of the dried pulps did not show significant differences among treatments, ranging from 4.34% (for MW 70°C) to 5.41% (for MW 50°C).

Concerning water activity, the dried pulps showed results within the range of 0.43 to 0.51 (Table 1). According to Orsat *et al.* (2007), these values are below the maximum allowed for stored fruit and vegetables ($A_w < 0.7$). This range of water activity is considered optimal for the conservation of food products, because, at these values, biochemical reactions are reduced and/or inhibited due to the low availability of free water (Orsat *et al.*, 2007; Zhang *et al.*, 2010). The rehydration ratio of the crushed dry pulp showed no significant differences between the two drying techniques tested (Table 1); the use of MW did not influence this parameter.

Colour analysis Differences in colour parameters were

Table 2. Colour of the jelly palm fruit (*B. odorata*) before (FP) and after drying by hot air (HA) and microwave heating (MW) at 50, 60 and 70°C.

Treatment	T (°C)	L*	a*	b*	C* _{ab}	H	ΔE _{ab}
FP		71.70 ± 0.61	3.38 ± 0.22	66.05 ± 1.22	66.13 ± 1.21	87.13 ± 0.25	
HA	50	56.02 ± 0.38 ^{a**}	10.17 ± 0.03 ^c	52.61 ± 0.22 ^a	53.58 ± 0.21 ^a	79.13 ± 0.06 ^a	21.74
	60	52.04 ± 0.06 ^{cd}	9.27 ± 0.13 ^d	43.88 ± 0.17 ^c	44.84 ± 0.19 ^c	78.17 ± 0.15 ^b	30.22
	70	51.58 ± 0.12 ^d	10.47 ± 0.33 ^{bc}	46.27 ± 0.57 ^d	47.45 ± 0.63 ^d	77.33 ± 0.23 ^c	29.09
MW	50	52.94 ± 0.10 ^b	10.77 ± 0.13 ^b	50.35 ± 0.23 ^b	51.49 ± 0.25 ^a	77.97 ± 0.12 ^b	25.56
	60	52.19 ± 0.06 ^c	10.38 ± 0.12 ^{bc}	48.54 ± 0.08 ^c	49.64 ± 0.09 ^c	78.00 ± 0.17 ^b	27.13
	70	40.65 ± 0.08 ^c	11.92 ± 0.07 ^a	31.51 ± 0.32 ^f	33.68 ± 0.33 ^f	69.37 ± 0.06 ^d	47.23

** The same letters in the same column indicate that the data do not differ statistically (Tukey's test; $p < 0.05$). Results are the mean of triplicates. The fresh pulp (FP) was not compared with the treatments. T = temperature; L* = lightness; a* and b* = colour scales; C*_{ab} = chroma; H = hue angle and ΔE = relative colour difference index.

Table 3. Results of the ranking test for the jelly palm fruit (*B. odorata*) dried by hot air and microwave at 50, 60 and 70°C.

Treatments	T (°C)	Appearance			Colour			Odour		
		50	60	70	50	60	70	50	60	70
Hot air	50	-	17ns	52*	-	35*	58*	-	1ns	13*
	60	-	-	35*	-	-	23ns	-	-	14*
	70	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Microwave	50	-	16ns	53*	-	22ns	71*	-	10ns	20*
	60	-	-	37*	-	-	49*	-	-	10ns
	70	-	-	-	-	-	-	-	-	-

* Significant critical difference (5%) = for the three samples, minimum of 24 for the 50 untrained assessors (colour and appearance); minimum of 11 for the 11 trained assessors (odour), according to the Newell and MacFarlane tables. NS = Not significant. T = temperature.

observed among all the treatments of the dried pulp compared to the fresh pulp (Table 2). During the drying process, enzymatic and non-enzymatic browning reactions and pigment degradation occur in the pulp, all of which are strongly influenced by increasing drying temperature (Kumar *et al.*, 2014; Vadivambal and Jayas, 2007). Regarding lightness, the pulp dried by HA at 50°C presented the highest L* value, differing significantly ($p < 0.05$) from the other samples. However, browning was more evident at higher temperatures (70°C) and with drying by the MW technique. In the latter treatment, the lower L* values can be attributed to the formation of hot spots, which occurred at 70°C when getting close to final humidity. On the other hand, the ΔE_{ab} values demonstrate that drying at 70°C caused higher colour variation of the dried pulp compared with fresh especially for MW drying. Carotenoids are the main pigments found in fresh pulp (Pereira *et al.*, 2013), and these results indicate less degradation of these pigments in dried pulps at 50 and 60°C with both techniques, as shown by the lower ΔE_{ab} values for these samples. Cuccurullo *et al.* (2012) also used MW and HA techniques to dry apples, reporting reduced a* parameters and increased b* values with use of MW. However, the colour parameters L*, a* and b* did not suffer significant alterations with temperature increase. On the other hand, Arikan *et al.* (2012) reported significant changes in the colour of carrots with increasing air temperature of drying by the microwave-convective

technique.

Sensory analysis For their colour evaluation, the assessors were instructed to consider the browning aspect of the sample as the pulp with the highest colour intensity. Thus, in the ranking test comparing the three drying temperatures (50, 60 and 70°C) using the HA technique, the assessors indicated that 50°C resulted in a lighter colour than the other temperatures (Table 3). In the ranking test for the MW technique, the pulps dried by MW at 70°C resulted in greater browning, while the results for 50 and 60°C samples did not differ. These results agree with those observed in the instrumental colour analysis. The pulps dried at 50 and 60°C presented better overall appearance in both drying systems according to the ranking test; however, no significant differences were observed between these two temperatures in this test (Table 3). In the ranking test comparing the odour of the samples resulting from the three drying temperatures using the HA technique, the pulps dried at 60 and 70°C by HA presented an odour more characteristic of the jelly palm fruit than those dried at 50°C. Quite different results were found for the MW technique: the pulps dried at 50 and 60°C have better odour than 70°C (Table 3). The assessors reported that the sample dried by MW at 70°C had an unpleasant odour, a burnt note described as 'caramel' or 'burnt fruit'.

Table 4. Results of the paired comparison test for the jelly palm fruit (*B. odorata*) dried by hot air and microwave at 50 and 60°C.

Temperatura	Colour		Odour		Overall appearance	
	MW	HA	MW	HA	MW	HA
60°C	29ns	21ns	7ns	3ns	19ns	31ns
50°C	44*	6*	9*	1*	7*	43*

* Significant critical difference (5%) between the two techniques in the temperature table (50 or 60°C). NS = Not significant. MW = microwave. HA = hot air.

The paired comparison tests judged two samples dried at the same temperature using different techniques (Table 4). There were no significant differences ($p < 0.05$) found between the samples dried by HA and MW at 60°C for all the analysed parameters (colour, odour and overall appearance). For the samples dried at 50°C, the assessors indicated MW samples as having an odour more characteristic of the fresh fruit (Table 4); however, they chose the pulps dried by HA as having better colour and overall appearance. Thus, drying using MW at 60°C can be considered to maintain the pulp's sensory characteristics, because there were no differences found between the drying methods at lower temperatures (50 and 60°C) in terms of the three evaluated sensory attributes. In addition, this treatment resulted in less browning and an odour more characteristic of the jelly palm fruit compared to the other treatments performed at higher temperatures.

Conclusion

Using MW radiation to dry jelly palm pulp led to an observed increase in the drying rate and consequent reduction in the processing time compared to the conventional HA drying technique. Increasing drying temperature improved water removal from the samples, with reduced drying time for both techniques. However, the use of a high temperature (70°C) resulted in sensory changes to the food product. The results presented here suggest that drying the pulp from the jelly palm fruit (*B. odorata*) using MW at 60°C is the most efficient of the tested treatments, despite the higher alteration of colour compared to either MW or HA drying at 50°C. However, these colour differences, determined by instrumental analysis, were not observed in the sensory analysis, and drying at this temperature requires less time. Thus, this work reported the potential use of MW radiation to obtain dried jelly palm pulp with desirable physical, chemical and sensorial characteristics.

Acknowledgements The authors would like to thank the National Scientific and Technological Council (CNPq), the Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (Capes) and the Foundation for Research Support of the State of Rio Grande do Sul (Fapergs) for their support of this research.

References

- Ammar, N. M., Hefnawy, M. S., Al-Okbi, S. Y., Mohamed, D. A., El-Sayed, N. K., El-Ansary, A. A., and Mabry, T. (2014). Phytochemical and biological studies of *Butia capitata* Becc. Leaves cultivated in Egypt. *Asian Pac. J. Trop. Biomed.*, **4**, 456-462. DOI:10.12980/APJTB.4.2014C1192
- AOAC (1995). Association of official analytical chemists. "Official Methods of Analysis". 16th edn. Arlington.
- Arikan, M. F., Ayhan, Z., Soysal, Y., and Esturk, O. (2012). Drying Characteristics and Quality Parameters of Microwave-Dried Grated Carrots. *Food Bioprocess Technol.*, **5**, 3217-3229. DOI:10.1007/s11947-011-0682-8
- Arslan, D. and Özcan, M. M. (2011). Dehydration of red bell-pepper (*Capsicum annuum* L.): Change in drying behavior, colour and antioxidant content. *Food Bioprod. Process.*, **89**, 504-513. DOI:10.1016/j.fbp.2010.09.009
- Bernardi, G., Vendruscolo, R. G., Ferrão, T. S., Barin, J. S., Cichoski, A. J., and Wagner, R. (2014). Jelly Palm (*Butia odorata*) Wine: Characterization of Volatile Compounds Responsible for Aroma. *Food Anal Methods*, **7**, 1982-1991. DOI:10.1007/s12161-014-9835-5
- Beskow, G. T., Hoffmann, J. F., Teixeira, A. M., Fachinello, J. C., Chaves, F. C., and Rombaldi, C. F. (2015). Bioactive and yield potential of jelly palms (*Butia odorata* Barb. Rodr.). *Food Chem.*, **172**, 699-704. DOI:10.1016/j.foodchem.2014.09.111
- Bhattacharya, M and Basak, T. (2017). A comprehensive analysis on the effect of shape on the microwave heating dynamics of food materials. *Innovative Food Sci. Emerging Technol.*, **39**, 247-266. DOI:10.1016/j.ifset.2016.12.002
- Bilbao-Sáinz, C., Andrés, A., Chiralt, A., and Fito, P. (2006). Microwaves phenomena during drying of apple cylinders. *J. Food Eng.*, **74**, 160-167. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2005.02.028
- Bizzi, C. A. Barin, J. S., Hermes, A. L., Mortaric, S. R., and Floresa, E. M. (2011). A fast microwave-assisted procedure for loss on drying determination in saccharides. *J. Braz. Chem. Soc.*, **22**, 376-381.
- Chandrasekaran, S., Ramanathan, S., and Basak, T. (2013). Microwave food processing - A review. *Food Res. Int.*, **52**, 243-261. DOI:10.1016/j.foodres.2013.02.033
- Chayjan, R. A., Kaveh, M., and Khayati, S. (2014). Modeling drying characteristics of hawthorn fruit under microwave-convective conditions. *J. Food Proces. Preserv.* DOI: 0.1111/jfpp.12226
- Choi, W., Nguyen, L. T., and Jun, S. (2011). A microwave and ohmic combination heater for uniform heating of liquid-particle food mixtures.

- J. Food Sci.*, **76**, 576-585. DOI: 10.1111/j.1750-3841.2011.02413.x
- Cuccurullo, G., Giordano, L., Albanese, D., Cinquanta, L., and Di Matteo, M. (2012). Infrared thermography assisted control for apples microwave drying. *J. Food Eng.*, **112**, 319-325. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2012.05.003
- Denardin, C. C., Hirsch, G. E., Rocha, R. F., Vizzotto, M., Henriques, A. T., Moreira, J. C. F., Guma, T. C. R., and Emanuelli, T. (2015). Antioxidant capacity and bioactive compounds of four Brazilian native fruits. *J. Food Drug Anal.*, **23**, 387-398. DOI:10.1016/j.jfda.2015.01.006
- Ferrão, T. S., Ferreira, D. F., Flores, D. W., Bernardi, G., Link, D., Barin, J. S., Wagner, R. (2013). Evaluation of composition and quality parameters of jelly palm (*Butia odorata*) fruits from different regions of Southern Brazil. *Food Res. Int.*, **54**, 57-62. DOI:10.1016/j.foodres.2013.06.002
- Geedipalli, S. Datta, A. K., and Rakesh, V. (2008). Heat transfer in a combination microwave-jet impingement oven. *Food Bioprod. Process.*, **86**, 53-63. DOI: 10.1016/j.fbp.2007.10.016
- Hoffmann, J. F., Barbieri, R. L., Rombaldi, C. V., and Chaves, F. C. (2014). *Butia* spp. (Arecaceae): An overview. *Sci. Hortic.*, **179**, 122-131. DOI:10.1016/j.scienta.2014.08.011
- Karam, M. C. Petit, J., Zimmer, D., Djantou, E. B., and Scher, J. (2016). Effects of drying and grinding in production of fruit and vegetable powders: A review. *J. Food Eng.*, **188**, 32-49. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2016.05.001
- Kingston, H. M. and Haswell, S. J. (1997). Microwave-enhanced. Washington: American Chemical Society.
- Koyuncu, T. and Lüle, F. (2015). Convective and Microwave Drying Characteristics of Sorbus Fruits (*Sorbus domestica L.*). *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, **195**, 2634-2643. DOI: 10.1016/j.sbspro.2015.06.467
- Kumar, C., Karim, M. A., and Joardder, M. U. H. (2014). Intermittent drying of food products: A critical review. *J. Food Eng.*, **121**, 48-57. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2013.08.014
- Llave, Y., Takemori, K., Fukuoka, M., Takemori, T., Tomita, H., and Sakai, N. (2006). Analysis of browning of broiled foods by noncontact techniques: a case study for japanese eggplant (*Solanum melongena*). *J. Food Proc. Eng.* DOI:10.1111/jfpe.12347
- Li, Z., Raghavan, G. S. V., Wang, N., and Vigneault, C. (2011). Drying rate control in the middle stage of microwave drying. *J. Food Eng.*, **104**, 234-238. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2010.12.014
- Megias-Pérez, R. Gamboa-Santos, J. Soria, A. C., Villamiel, M., and Montilla, A. (2014). Survey of quality indicators in commercial dehydrated fruits. *Food Chem.*, **150**, 41-48. DOI:10.1016/j.foodchem.2013.10.141
- Motevali, A.; Minaei, S.; Banakar, A.; Ghobadian, B., and Khoshtaghaza, M. H. (2014). Comparison of energy parameters in various dryers. *Energy Convers. Manage.*, **87**, 711-725. DOI: 10.1016/j.enconman.2014.07.012
- Newell, G. J., and MacFarlane, J. D. (1987). Expanded tables for multiple comparison procedures in the analysis of ranked data. *J. Food Sci.*, **52**, 1721-1725.
- Orsat, V., Yang, W., Changrue, V., and Raghavan, G. S. V. (2007). Microwave-assisted drying of biomaterials. *Food Bioprod. Process.*, **85**, 255-263. DOI:10.1205/fbp07019
- Pereira, M. C., Steffens, R. S., Jablonski, A., Hertz, P. F., Rios, A. O., Vizzotto, M., and Flôres, S. H. (2013). Characterization, bioactive compounds and antioxidant potential of three Brazilian fruits. *J. Food Compos. Anal.*, **29**, 19-24. DOI:10.1016/j.jfca.2012.07.013
- Raak, N. Symmank, C., Zahn, S., Aschemann-Witzel, J., and Rohm, H. (2016). Processing- and product-related causes for food waste and implications for the food supply chain. *Waste Manag.*, **xx**, xx-xx. DOI:10.1016/j.wasman.2016.12.027
- Ratti, C. (2001) Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. *J. Food Eng.*, **40**, 311-319. DOI:10.1016/S0260-8774(00)00228-4
- Seremet, L., Botez, E., Nistor, O., Andronoiu, D. G., and Mocanu, G. (2016). Effect of different drying methods on moisture ratio and rehydration of pumpkin slices. *Food Chem.*, **195**, 104-110. DOI:10.1016/j.foodchem.2015.03.125
- Vadivambal, R. and Jayas, D. S. (2007). Changes in quality of microwave-treated agricultural products – A review. *Biosyst. Eng.*, **98**, 1-16. DOI:10.1016/j.biosystemseng.2007.06.006
- Vollmer, M. (2004). Physics of the microwave oven. *Physics Educ.*, **39**, 74-81. DOI:10.1088/0031-9120/39/1/006
- Zhang, M., Tang, J., Mujumdar, A. S., and Wang, S. (2006). Trends in microwave related drying of fruits and vegetables. *Trends Food Technol.*, **17**, 524-534. DOI:10.1016/j.tifs.2006.04.011
- Zhang, M., Jiang, H., and Lim., R. (2010). Recent Developments in Microwave-Assisted Drying of Vegetables, Fruits, and Aquatic Products - Drying Kinetics and Quality Considerations. *Drying Technol.*, **28**, 1307-1316. DOI:10.1080/07373937.2010.524591
- Wang, R., Zhang, M., and Mujumdar, A. S. (2010). Effects of vacuum and microwave freeze drying on microstructure and quality of potato slices. *J. Food Eng.*, **10**, 131-139. DOI:10.1016/j.jfoodeng.2010.05.021

5 ARTIGO 2:

**EFEITO DA SECAGEM POR AR QUENTE E MICRO-ONDAS EM DIFERENTES
TEMPERATURAS NA COMPOSIÇÃO VOLÁTIL DE POLPA DE BUTIÁ
(*BUTIA ODORATA*)**

Artigo em fase de elaboração

**Efeito da secagem por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas na
composição volátil de polpa de butiá (*Butia odorata*)**

**Effect of hot air and microwave drying at different temperatures on volatile
composition of jelly palm pulp (*Butia odorata*)**

Tassiane dos Santos Ferrão^a; Juliano Smanioto Barin^a; Roger Wagner^{a*}

^aDepartamento de Tecnologia e Ciência de Alimentos – Universidade Federal de Santa Maria (UFSM) - Av. Roraima, nº 1000 – Cidade Universitária, Cep 97105-900, Santa Maria, RS, Brasil.

***Autor para correspondência:**

Roger Wagner

Departamento de Tecnologia e Ciência de Alimentos

Centro de Ciências Rurais

Universidade Federal de Santa Maria

Campus - Camobi, 97105-900

Santa Maria, RS - Brasil

Telephone: +55 55 3220 8822

Fax: +55 55 3220 8353

E-mail: rogerwag@gmail.com

RESUMO

O processo de secagem promove alterações no perfil volátil de alimentos, entretanto o seu acompanhamento durante o processo permite correlacionar a preservação de alguns compostos voláteis com a qualidade do produto seco. Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar a influência de diferentes técnicas de secagem, ar quente (AQ) e micro-ondas (MO), em três temperaturas (50, 60 e 70 °C) na secagem de polpa de butiá e avaliar a composição de voláteis. Os compostos voláteis extraídos por microextração em fase sólida no *headspace* (HS-SPME) foram analisados por cromatografia em fase gasosa para quantificação e identificação dos analitos, bem como para a avaliação de seu impacto odorífero por GC-O. Foram identificados 56 compostos voláteis nos produtos secos, dos quais 40 apresentaram atividade odorífera. Além destes, 21 compostos apresentaram atividade odorífera na GC-O, porém não foram detectados no GC-FID e GC/MS. Os métodos utilizando AQ apresentaram maior conteúdo total de voláteis. No entanto, a concentração de hexanoato de etila, considerado o composto com maior contribuição odorífera para a polpa de butiá, não apresentou diferença significativa entre os tratamentos, com exceção do MO a 50 °C. A análise de componente principal demonstrou a discriminação dos tratamentos, sendo que as polpas secas a 50 e 60 °C obtiveram maior teor de aldeídos, enquanto o AQ a 70 °C preservou um maior número de ésteres. Já os tratamentos com maior formação de *off-flavors* foram AQ 50 °C e MO 70 °C devido ao elevado tempo e temperatura de secagem, respectivamente. Dessa forma, no geral, a redução do tempo de secagem influenciou positivamente na preservação dos ésteres responsáveis pelo odor frutal da polpa de butiá. Já o aumento da temperatura de secagem foi o principal responsável pela formação de *off-flavors*.

Palavras-chave: Fruta; Cinética de secagem; Cromatografia gasosa; HS-SPME; Análise olfatométrica.

Key words: Fruit; Drying kinetics; Gas Chromatography; HS-SPME; Olfactometric analysis.

1 INTRODUÇÃO

A palmeira *Butia odorata* é uma planta nativa do sul da América do sul. Seus frutos, conhecidos como butiá, apresentam tamanho entre 1,2 a 4,2 cm, cor amarelo-alaranjado e são sensorialmente descritos como suculentos, com aroma intenso e sabor doce-acidulado (BUTTOW et al., 2009; FERRÃO et al., 2013; HOFFMANN et al., 2014; LORENZI et al., 2004). Estudos demonstram que o butiá apresenta benefícios à saúde por apresentar ação antioxidante e possuir altos teores de carotenoides, compostos fenólicos e fibras (HOFFMANN et al., 2014; FERRÃO et al., 2013; PEREIRA et al., 2013). O maior consumo de butiá ainda ocorre na forma *in natura*, no entanto, os frutos possuem amadurecimento sazonal e senescência rápida, sendo importante o processamento para o melhor aproveitamento do mesmo (ZACCARI et al., 2012; HOFFMANN et al., 2014).

Alguns estudos relataram o processamento de butiá para elaboração de alguns produtos como vinho (BERNARDI et al., 2014), sorvete (CRUXEN et al., 2017); polpa congelada (DAL MAGRO et al., 2006), polpa pasteurizada e néctar (HOFFMANN et al., 2017). Além destes, Ferrão et al. (2017) avaliaram a influência de métodos de secagem da polpa de butiá por ar quente e micro-ondas em várias temperaturas, indicando que a secagem por micro-ondas aumenta a taxa de secagem reduzindo significativamente o tempo de processo e preservando as características sensoriais do produto seco.

A apresentação do fruto seco viabiliza seu uso para a elaboração de novos produtos, além de garantir o aumento da conservação, redução da atividade enzimática, de reações químicas e do crescimento de micro-organismos (ORSAT et al., 2007). Entretanto, o calor aplicado pode ocasionar deterioração térmica com perdas significativas nas características nutricionais e sensoriais de cor, sabor/aroma e textura dos produtos (ARIKAN et al., 2012; ZHANG et al., 2010; VADIVAMBAL & JAYAS, 2007).

Dessa forma, existe a necessidade de avaliar as alterações de aroma/sabor que podem ocorrer no desenvolvimento de processos em decorrência de reações químicas proporcionadas pelo emprego de temperatura. A determinação do perfil volátil e a elucidação dos compostos de impacto odorífero no fruto e seus produtos apontam os marcadores de qualidade responsáveis pelo aroma característico da fruta e a formação de *off-flavors* (compostos com odor indesejável ao produto) durante o processo (CHIN et al., 2008). A identificação desses marcadores voláteis permite aperfeiçoar as condições do processo atingindo um produto com características sensoriais desejáveis.

A avaliação sensorial do efluente cromatográfico conhecido como técnica de GC-Olfatometria proporciona uma informação relevante sobre a intensidade odorífera e a qualidade de cada odor. Assim, essa técnica permite a identificação e discriminação dos compostos de impacto sensorial positivo, bem como aqueles que são considerados indesejáveis ao alimento em questão (BLANK, 1996; WARDENCKI & PLUTOWSKA, 2008).

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a secagem de polpa de *Butia odorata* por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas quanto à composição volátil e o impacto odorífero desses compostos no produto seco. Adicionalmente, a cinética da concentração dos compostos voláteis foi monitorada em diferentes pontos durante a secagem.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 PREPARO DA AMOSTRA

Butiás (*Butia odorata*) frescos, saudáveis e maduros foram colhidos na cidade de Tuparendi (Rio Grande do Sul, Brasil, latitude -27° 45 '8.52 "S, longitude -54° 29' 17.04" W) no período de janeiro a março de 2014 e congelados a -20 °C até a realização da secagem. Para realizar a secagem, os frutos foram descongelados a temperatura ambiente, limpos com água da torneira e depois separados em cascas, caroço e polpa, conforme Ferrão et al. (2017).

2.2 SECAGEM

A polpa de butiá (100 g) foi pesada em um recipiente de polipropileno perfurado (20 cm²) e submetida à secagem por ar quente (AQ) e micro-ondas (MO), conforme descrito por Ferrão et al. (2017). A secagem por MO foi realizada em um equipamento de uso doméstico (modelo Perfect, Panasonic, Brasil, 32 L, 800 W, 2450 MHz) modificado. Entre as modificações, inclui a adaptação de um exaustor para remover a umidade durante a secagem e um pirômetro de infravermelho (Raytek) para controlar o aquecimento por temperatura programada. A potência real aplicada dentro da cavidade foi determinada experimentalmente de acordo com Bizzi et al. (2011) e atingiu 604 W. Para a secagem por AQ foi utilizado uma estufa com

circulação de ar (Deo Leo, Brasil). Foram estudadas três temperaturas de secagem em ambos os sistemas: 50, 60 e 70 °C. O tempo final da secagem foi determinado quando a polpa atingiu teor de umidade final de $5 \pm 1\%$, conforme Ferrão et al. (2017): 14 h a 50 °C, 8 h (60 °C) e 4 h (70 °C) na secagem por AQ; e 6,5 h (50 °C), 4,5 h (60 °C) e 2 h (70 °C) na secagem por MO. Após a secagem, a polpa seca foi moída em um moinho de facas (Marconi MA-630, Brasil) por dois minutos, com controle de temperatura da moagem (20 °C).

2.3 CINÉTICA DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS

Compostos voláteis foram selecionados para serem monitorados quantitativamente durante os processos de secagem devido a sua importância quantitativa e atividade odorífera. Para isso, foram coletadas seis amostras de cada tratamento em tempos diferentes da secagem: ponto inicial da secagem (polpa *in natura*, $80 \pm 1\%$ de umidade); $60 \pm 2\%$ de umidade; $40 \pm 2\%$ de umidade; $20 \pm 2\%$ de umidade; $10 \pm 2\%$ de umidade; e ponto final da secagem ($5 \pm 1\%$ de umidade).

2.4 EXTRAÇÃO DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS

Os compostos voláteis foram extraídos da polpa de butiá pela técnica de microextração em fase sólida do *headspace* da amostra (HS-SPME) utilizando uma fibra de divinilbenzeno/carboxen/polidimetilsiloxano (DVB/Car/PDMS; Supelco, 50/30 $\mu\text{m} \times 20 \text{ mm}$) pré-condicionada conforme protocolo do fabricante. Os frascos contendo as amostras foram mantidos a 35 °C durante 5 min. Após, a fibra foi exposta no *headspace* da amostra por 45 min, mantendo a mesma temperatura.

2.5 ANÁLISE DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS

A análise dos compostos extraídos por HS-SPME foi realizada em um cromatógrafo a gás (Varian 3400 CX Star) equipado com um detector de ionização de chama (GC-FID). A fibra de SPME foi dessorvida por 10 min em um injetor de tipo *split/splitless* operando no modo *splitless* durante 1 minuto à temperatura de 250 °C.

A separação dos compostos voláteis ocorreu em uma coluna capilar ZB-WAX *plus* (60 m × 0,25 mm × 0,25 µm de espessura do filme; Phenomenex, Palo Alto, CA, EUA). O gás hidrogênio foi usado como gás de arraste a uma pressão constante de 30 psi. O forno do cromatógrafo foi programado para iniciar com uma temperatura de 35 °C durante 5 min. Posteriormente, foi acionado um aumento a uma taxa de 2°C/min até 80 °C, 4 °C/min até 150 °C e 8 °C/min até 230 °C, mantendo-se em isoterma por 5 min. A temperatura do FID foi de 230 °C. Os resultados foram expressos em área arbitrária integrada dos picos cromatográficos.

Os compostos voláteis foram identificados em um cromatógrafo a gás acoplado a um espectrômetro de massa (GC/MS Shimadzu QP2010 *Plus*). As condições cromatográficas foram as mesmas usadas para a análise cromatográfica por GC-FID, porém usando gás de hélio como gás de arraste a uma pressão constante de 30 psi. O detector foi operado no modo de ionização por elétrons com uma energia de ionização de +70 eV e varredura de massas na faixa de 35 a 350 m/z. A interface e a fonte de íons foram mantidas a 230 °C. Os compostos voláteis foram tentativamente identificados por comparação dos espectros de massa experimental com os espectros disponíveis no Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia (NIST) e pela comparação do índice de retenção experimental (RI) com os disponíveis na literatura científica. Alguns compostos foram identificados positivamente pela comparação com padrões autênticos nos sistemas GC-FID e GC/MS.

2.6 ANÁLISE GC-OLFATOMÉTRICA (GC-O)

Para a avaliação sensorial dos efluentes do cromatógrafo, o GC Varian 3400 Star foi modificado como descrito por Garruti et al. (2006). Ar medicinal (3,5 L/min) foi usado para transportar os analitos através de uma linha de transferência aquecida até o nariz do provador. O ar foi previamente umidificado e mantido a 28 °C. Foi utilizado um método de frequência de detecção para avaliar os odores e sua influência relativa no odor da amostra. Oito juízes responderam ao estímulo sensorial usando um gravador de tempo, que foi manipulado pelo mouse de um computador pessoal. Os valores de tempo foram registrados e armazenados em um sistema de software de coleta de dados denominado Sistema de Coleta de Dados de Tempo-Intensidade (SCDTI) desenvolvido na Universidade Federal de Campinas

(CARDELLO et al., 2003), Campinas, Brasil. Ao mesmo tempo em que o estímulo foi percebido, uma descrição qualitativa verbal de cada odorante foi coletada. Foram considerados compostos com impacto odorífero aqueles com frequência de detecção de 4 ou mais julgadores. O tempo de corrida da amostra (67,5 minutos) foi dividido em duas partes para que dois provadores avaliassem 33,7 minutos em cada corrida. Os provadores foram previamente selecionados com base no interesse, na disponibilidade e na habilidade em discriminar odores. Dessa forma, foram realizados dois testes com possíveis julgadores para discriminar os que possuíam maior habilidade em discriminar odores. O primeiro teste avaliou a capacidade do provador em discriminar odores variados, onde os julgadores deveriam cheirar cinco amostras (grama, lavanda, suco de laranja, butiá e polpa seca de butiá levemente queimada) e descrever o tipo de odor que sentiam. O segundo teste avaliou a habilidade dos julgadores em identificar a intensidade do odor de butiá. Para isso, os julgadores deveriam ordenar quanto à intensidade de odor de butiá amostras com diferentes quantidades de polpa *in natura* de butiá (2, 5 e 10 g) e amostras com soluções de diferentes concentrações de hexanoato de etila, composto responsável pelo odor de butiá segundo Bernardi et al. (2014).

2.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados experimentais foram avaliados por análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ($p < 0,05$) usando o software Statistica 7.0 (Tulsa, EUA, 2004). Adicionalmente, uma Análise de Componentes Principais (PCA) foi realizada para visualizar a correlação das variáveis e os possíveis agrupamentos entre as amostras usando o programa estatístico Pirouette 3.11 (Woodinville, EUA, 2003). A matriz de dados consistiu 6 amostras (tratamentos) e 56 variáveis independentes (compostos voláteis). As variáveis foram autoescaladas para ser atribuída a mesma importância na análise.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 COMPOSTOS VOLÁTEIS E ANÁLISE GC-OLFATOMÉTRICA

A composição de voláteis das polpas de butiás secas pela técnica de ar quente em estufa e por forno de micro-ondas em três diferentes temperaturas (50, 60 e 70 °C) estão apresentadas na Tabela 1. A Tabela 1 também apresenta as descrições de odores dos compostos voláteis detectados na polpa seca de butiá através de análise GC-olfatométrica.

Dentre as seis amostras de butiás analisadas, foram identificados 56 compostos voláteis, representando mais de 72% da área total dos picos detectados. Os analitos identificados foram agrupados em cinco principais classes químicas: ésteres (22), álcoois (10), aldeídos (7), ácidos (6), cetonas (5), furanos (3), terpenos (2) e lactona (1). As seis amostras analisadas apresentaram perfil volátil semelhante qualitativamente. No entanto, as áreas dos picos cromatográficos dos analitos mostraram que o perfil volátil das amostras foi modificado pelos tratamentos.

Os principais compostos voláteis detectados na polpa *in natura* de butiá em ordem decrescente de área total foram: etanol, octanoato de etila, hexanoato de etila, acetato de etila, decanoato de etila, hexanal, acetato de isoamila, ácido hexanoico, acetato de 4-pentenila e hexanoato de metila. Com exceção do etanol e o acetato de etila, todos os demais compostos apresentaram detecção odorífera na análise GC-olfatométrica. Esses compostos continuaram presentes na polpa seca, no entanto, as condições de processamento alteraram suas áreas. Dessa forma, os compostos voláteis majoritários nas polpas secas foram diferentes daqueles descritos na polpa fresca, são eles: octanoato de etila, etanol, hexanoato de etila, acetoína, ácido acético, hexanol, decanoato de etila, ácido hexanoico, acetato de isoamila e 3-metil-2-butanona. Observa-se na polpa seca o aumento da área total de 3-metil-2-butanona, acetoína e de ácido acético (fermentado, vinagre), composto considerado *off-flavor* pelos julgadores na GC-O. A acetoína não está presente na polpa *in natura* e só foi detectada na polpa no final da secagem, podendo ser classificada como um composto característico do butiá seco. Essa mudança no perfil volátil do butiá seco quando comparado com o fruto fresco já era esperada, pois o tratamento térmico de frutas e vegetais ocasiona perda de alguns compostos voláteis, ao mesmo tempo em que outros compostos são formados. Esses

compostos oriundos do processo de secagem provêm de transformações de outros nutrientes por várias vias, como pela Reação de Maillard de aminoácidos ou peptídeos com açúcares redutores, da oxidação e degradação de lipídeos, da interação entre lipídeos oxidados e aminoácidos ou proteínas, e da degradação de vitaminas (DENG et al., 2015; GOGUS et al., 2007). Vários estudos indicam alterações importantes na composição volátil de frutas e vegetais durante a secagem, como na secagem de damasco (GOGUS et al., 2007), maçã (LI et al., 2010) e cogumelos (YANG et al., 2016).

A classe química com maior número de compostos presentes tanto na polpa seca quanto na polpa *in natura* foram os ésteres. Dos 22 ésteres identificados nas polpas secas, 18 obtiveram estímulo odorífero detectado pelos julgadores na GC-O, os quais foram descritos principalmente como odores frutais, florais, doces e verdes. Destes, apenas o succinato de dietila foi considerado um *off-flavor*, caracterizado pelo odor azedo. Os ésteres que apresentaram maior abundância nas polpas secas foram, nesta ordem: octanoato de etila (fruta, doce), hexanoato de etila (butiá), decanoato de etila (fruta), acetato de isoamila (verde, doce) e acetato de 4-pentenila (fruta, butiá). O octanoato de etila foi o composto majoritário tanto no butiá fresco quanto na fruta seca, diferente do relatado por Aguiar et al. (2014) em trabalho sobre a composição volátil da polpa de *Butia capitata*, os quais relataram o hexanoato de etila como composto majoritário da polpa de butiá. Possivelmente, a diferença no perfil volátil do fruto sofreu influência das características genotípicas e edafoclimáticas. No entanto, ainda que possua uma concentração menor que o octanoato de etila, o hexanoato de etila foi indicado por todos os oito julgadores como o composto de maior impacto odorífero, tanto na polpa fresca como nas amostras secas, sendo descrito como o composto com odor característico de frutos de butiá. Estes resultados confirmam o que já havia sido relatado por Bernardi et al. (2014) em estudo que avaliou a GC-O de vinho de butiá, onde o hexanoato de etila foi descrito como o composto com odor característico desta fruta.

Foram identificados e quantificados 10 álcoois na polpa seca de butiá, dos quais os mais abundantes foram: etanol, 2-nonanol, 1-pentanol, 2,3-butanediol e hexanol. Seis álcoois foram percebidos sensorialmente na GC-O e descritos, em sua maioria, como odor verde (2-nonanol e hexanol) ou doce (1-octanol e 2,3-butanediol). No entanto, destaca-se o 1-octanol por ser descrito na GC-O com odor

de fruta estragada e, desta forma, considerado um *off-flavor* presente em concentrações semelhantes em todos os tratamentos.

Sete aldeídos foram identificados e quantificados na polpa seca de butiá, dos quais seis apresentaram frequência de detecção odorífera. Entre os majoritários estão o hexanal (verde, gordura), acetaldeído (pútrido), pentanal (queijo, caramelo, pungente) e 3-metilbutanal (doce). O acetaldeído foi descrito como um dos principais *off-flavors* da polpa seca, sendo detectado e descrito com odor azedo e fermentado por seis julgadores. As polpas secas por micro-ondas apresentaram maiores concentrações deste composto. Além do acetaldeído, o hexanal e o pentanal também foram considerados *off-flavors*.

Os ácidos acético (vinagre, fermentado, azedo), hexanoico (queijo, pútrido), butanoico (verde, queijo, chulé), octanoico (pungente, azedo), propanoico (verde, fruta) e 3-metil-2-butanoico (verde, pungente) foram detectados em todas as polpas secas do butiá, sendo o ácido acético o de maior abundância. De um modo geral, os ácidos identificados apresentaram importância odorífera, já que todos apresentaram frequência de detecção igual ou maior que quatro. Dos seis ácidos detectados, cinco deles (acético, hexanoico, butanoico, octanoico e 3-metil-2-butanoico) foram considerados *off-flavors*.

Cinco compostos cetônicos foram identificadas, dos quais dois foram detectados pelos julgadores na GC-O, acetoína (gordura, pútrido) e 2,3-pentanediona (queimado, caramelo, fruta), os quais podem ser considerados compostos formados durante a secagem, pois não foram detectados na polpa *in natura*. A formação de acetoína foi significativamente maior nas polpas secas por micro-ondas.

Três furanos que não foram detectados na polpa *in natura* foram detectados nas polpas secas em todos os tratamentos, são eles: furfural, 2-propilfurano e 2-pentilfurano. Além destes, alguns compostos foram detectados apenas na polpa seca por micro-ondas na temperatura de 70 °C, provavelmente formados por reações promovidas pela temperatura mais elevada. Esses compostos não estão listados na Tabela 1, pois foram detectados e identificados no GC/MS, porém não foi possível determinar sua intensidade no GC-FID, são eles: hidroximetilfurfural (HMF) e 2,2-dihidroxiacetilfurano. A formação desses compostos furânicos é comum durante o processamento de alimentos, já que esses compostos podem ser oriundos de reação de escurecimento, como Reação de Maillard e caramelização, e

degradação de hidratos de carbonos (GOGUS et al., 2007; PEINADO et al., 2013). O 2-pentilfurano também pode ser formado pela degradação do ácido linoleico, principalmente durante o processo de secagem de frutos (BONNEAU et al., 2016).

Além das classes citadas acima, foram identificados também dois terpenos, (Z)- β -ocimene e limoneno, e uma lactona, γ -caprolactona.

A Figura 1 mostra o cromatograma obtido por GC-FID (Figura 1a) e o aromagrama (Figura 1b) com a frequência de detecção dos compostos extraídos do *headspace* da polpa seca de butiá. Os julgadores descreveram 61 compostos odoríferos percebidos sensorialmente, dos quais 40 foram identificados. Vinte e um estímulos sensoriais foram percebidos pelos julgadores na GC-O, porém não foram detectados pelo FID e MS. Entre os 61 compostos percebidos sensorialmente na GC-O, os mais frequentes, detectados por todos os julgadores, foram os ésteres hexanoato e hexadecanoato de etila, ácido acético, hexanal, 2(E)-hexen-1-ol e um composto não identificado (Composto d; Tabela 1). Os compostos hexanoato de metila, acetato de 4-pentenila e os compostos não identificados “i” e “n” também foram descritos por alguns julgadores como odor de butiá, com frequência maior ou igual a 4. Dessa forma, são estes os compostos com maior contribuição para o odor característico de butiá. Os principais compostos considerados *off-flavors* pelos julgadores, com frequência de detecção maior ou igual a 4, foram: acetaldeído, pentanal, hexanal, hexanol, ácido acético, butanoico e octanoico, succinato de dietila, hexadecanoato de etila e os compostos não identificados “a”, “d” e “u”.

3.2 ANÁLISE DE COMPONENTE PRINCIPAL (PCA)

Devido ao grande número de compostos voláteis, foi realizada uma Análise de Componentes Principais (PCA) com o objetivo de agrupar ou discriminar os tratamentos e correlacionar compostos voláteis. A Figura 2 ilustra os gráficos dos escores (amostras; Figura 2a) e dos pesos (compostos voláteis; Figura 2b) dos dois primeiros componentes (CP) principais resultantes da PCA, os quais acumularam 54,8% da variância total dos dados. Nela é possível observar que a análise multivariada possibilitou uma separação das amostras em relação às diferentes técnicas e temperaturas de secagem.

A discriminação quanto às técnicas de secagem é explicada pelo CP1 no eixo horizontal do gráfico, de maneira que as amostras secas por ar quente

posicionaram-se no lado direito do gráfico e as amostras secas por micro-ondas no lado esquerdo. As amostras secas por ar quente apresentaram uma maior retenção de voláteis quando comparada com a secagem por micro-ondas, apresentando somatório da área dos picos superior nas três temperaturas testadas. Essa separação entre as técnicas ocorreu devido às polpas secas por ar quente apresentarem área total significativamente superior dos seguintes compostos: ácido propanoico e 2-nonanol que possuem odor verde; nonanoato de etila descrito com odor floral; 2,3-butenodiol com odor doce e de medicamento; acetoína (gordura, pútrido); o *off-flavor* 1-pentanol (torrado); além dos compostos álcool isoamílico, 2-butanona, acetato de prenila, (Z)3-hexenoato de etila e 6-metil-5-hepten-2-ona que não apresentaram estímulo odorífero. No entanto, a 6-metil-5-hepten-2-ona pode ser considerada um marcador de degradação de carotenoides (BAUER; GARB; SURBURG, 2001). Nota-se que os compostos significativamente maiores em área na secagem por ar quente não são compostos que representam o odor característico de butiá indicando que uma maior concentração de voláteis totais não sinaliza uma maior qualidade sensorial da polpa.

A explicação da influência da temperatura de secagem na composição volátil das polpas secas de butiá foi observada no eixo vertical do gráfico (CP11), onde as amostras secas a 50 °C posicionaram-se na parte inferior do gráfico, as polpas secas a 60 °C apresentaram-se no centro do gráfico e as polpas secas a 70 °C localizaram-se na porção superior do gráfico. A secagem a 50 e 60 °C obtiveram, em geral, maiores concentrações de aldeídos como pentanal, hexanal e octanal, e redução de ésteres com odor frutal, como o acetato de butila. As polpas secas a 60 °C apresentaram concentração de ésteres menor que a secagem por AQ a 70 °C, no entanto a formação de *off-flavors* foi menor (2,3-pentanediona, furfural, succinato de dietila e hidrocínato de etila). Por outro lado, a secagem por AQ a 70 °C foi o tratamento mais distinto dos demais, principalmente pela maior preservação de ésteres com odor frutal como o acetato de butila, isopentanoato de etila, hexanoato de metila e acetato de 4-pentenila. No entanto, este método obteve maior formação de compostos *off-flavors* como o acetaldeído, succinato de dietila os ácidos butanoico e octanoico. Dessa forma, a análise de PCA possibilitou a elucidação que o menor tempo de secagem influencia na preservação dos ésteres responsáveis pelo odor frutal da polpa de butiá. Já o aumento da temperatura de secagem é o principal responsável pela formação de *off-flavors*.

3.3 CINÉTICA DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS

Após analisar a composição volátil da polpa *in natura* e seca de butiá, foram escolhidos e monitorados nove compostos voláteis majoritários da polpa *in natura* de butiá que foram considerados com importância odorífera pela GC-O (Figura 3), são eles: acetato de isoamila, hexanoato de metila e de etila, octanoato e decanoato de etila, ácidos acético e hexanoico e hexanal. Além destes, a área total de furfural também foi monitorado por este ser considerado um marcador de degradação térmica.

Os compostos voláteis monitorados, com exceção do acetato de isoamila, apresentaram um aumento de área no período inicial de secagem, provavelmente ocasionado pela concentração de solutos presentes na polpa do butiá, incluindo compostos voláteis, resultante da grande perda de água por evaporação. Conforme Noguero-Pato et al. (2013), esse comportamento é esperado na secagem de frutas. Porém, muitos compostos voláteis são removidos da polpa juntamente com o vapor de água, enquanto outros são formados por reações químicas induzidas pela aplicação de calor, como discutido anteriormente.

A área de todos dos ésteres monitorados na polpa de butiá diminuíram em algum momento ao longo da secagem. Em geral, a perda de ésteres é ocasionada pela degradação térmica destes compostos transformando-os em álcoois e ácidos (RINECCIUS, 2006). Os ésteres hexanoato de etila, hexanoato de metila, e decanoato de etila, após concentração no período inicial da secagem, apresentaram redução de área ao longo da secagem, principalmente em umidades abaixo de 10%. Ao final da secagem, a área total destes ésteres foi inferior à área detectada na polpa *in natura*. O mesmo comportamento foi observado para o octanoato de etila, porém seu conteúdo final foi superior à polpa *in natura*, possivelmente por ser o composto com maior concentração no butiá. Por outro lado, o éster acetato de isoamila sofreu uma importante degradação inicial e manteve sua concentração constante até a umidade de 20%. A partir deste ponto a área do composto teve um aumento progressivo, possivelmente por nova formação deste composto induzida pelo excesso de ácido acético reagindo com álcool isoamílico, cuja formação durante a secagem em frutas é relatada como oriunda do metabolismo de aminoácidos (NOGUEROL-PATO et al., 2013).

O ácido acético foi o composto monitorado que apresentou o maior aumento de área ao longo da secagem. Sua formação ocorre devido a transformação de aldeídos em ácidos e álcoois promovida pela degradação térmica durante a secagem (DING et al, 2012). Possivelmente, o aumento de aldeídos é ocasionado pela oxidação de lipídeos submetidos ao calor (DENG et al, 2015). Fato que explica a elevação da área total de hexanal no começo da secagem (Figura 1), sendo mais evidente na secagem mais longa (AQ 50 °C), por sofrer maior influência do tempo de exposição ao calor do que da temperatura. Por outro lado, ácido hexanoico apresentou aumento de sua concentração durante todo o período da secagem, chegando ao ponto final com área superior à relatada para a polpa *in natura*.

Várias vias de formação de voláteis já foram mencionadas, porém os compostos oriundos de reações de escurecimento, como reação de caramelização e Maillard, são de suma importância para avaliar a qualidade de alimentos submetidos a tratamento térmico (YANG et al, 2016; GOGUS et al., 2007). Dentre estes compostos, o furfural foi escolhido como marcador por não estar presente na polpa *in natura* e começar a ser formado no início da secagem. Esse composto é produto de reações de escurecimento durante o aquecimento de alimentos, sendo promovida pelo aumento da temperatura (PEINADO et al., 2013). O que ficou evidenciado pelo significativo aumento de sua concentração durante a secagem por MO a 70 °C, tratamento que apresentou o maior escurecimento da polpa de butiá segundo Ferrão et al. (2017).

Outro comportamento observado na evolução da cinética dos compostos voláteis durante a secagem foi possivelmente devido a influência da taxa de secagem na concentração dos compostos voláteis da polpa. Muitos compostos apresentaram redução de área no ponto com 20% de umidade, o que possivelmente foi causado pelo aumento repentino da taxa de secagem nesse ponto, como relatado por Ferrão et al. 2017. O aumento da taxa de secagem aumenta bruscamente a remoção de vapor de água da polpa, juntamente com a água ocorre a remoção de compostos voláteis, os quais demonstraram também sofrer uma acentuada redução neste ponto .

3 CONCLUSÃO

As polpas de butiá secas por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas (50, 60 e 70 °C) distinguiram-se quanto a sua composição volátil, sendo que os métodos utilizando ar quente apresentaram maior conteúdo total de compostos voláteis. Os métodos de secagem com temperatura de 50 e 60 °C originaram polpas com maior teor de aldeídos, enquanto os tratamentos com AQ preservaram uma maior quantidade de ésteres. No entanto, o conteúdo de hexanoato de etila, composto com maior contribuição odorífera para o odor característico de fruto fresco de butiá, não foi afetado pelos diferentes tratamentos, com exceção da secagem por MO a 50 °C que reduziu seu conteúdo. A secagem por AQ a 50 °C ocasionou a maior formação de compostos marcadores de degradação térmica, enquanto o método de secagem por MO a 70 °C aumentou os compostos considerados *off-flavors*. No período inicial da secagem, ocorreu a concentração dos ésteres hexanoato de etila, hexanoato de metila e decanoato de etila, seguida de uma redução de área ao final do processo. Enquanto o acetato de isoamila sofreu degradação no início e foi produzido nos momentos finais da secagem. Dessa forma, no geral, a redução do tempo de secagem influenciou positivamente na preservação dos ésteres responsáveis pelo odor frutal da polpa de butiá. Já o aumento da temperatura de secagem foi o principal responsável pela formação de *off-flavors*.

4 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Educação Superior (Capes) e a Fundação de Apoio à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (Fapergs) pelo apoio desta pesquisa.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIAR, M.C.S. et al. Volatile compounds from fruits of *Butia capitata* at different stages of maturity and storage. **Food Research International**. v. 62, p.1095–1099. 2014.

ARIKAN, M.F.; AYHAN, Z.; SOYSAL, Y.; ESTURK, O. Drying Characteristics and Quality Parameters of Microwave-Dried Grated Carrots. **Food Bioprocess Technology**, v. 5, p. 3217–3229, 2012.

BLANK, I. Gas chromatography-olfactometry in food aroma analysis. In: **Techniques for analyzing food aroma**. Marsili, R., Ed.; Marcel Dekker: New York, p. 293-329, 1996.

BERNARDI, G. et al. Jelly Palm (*Butia odorata*) Wine: Characterization of Volatile Compounds Responsible for Aroma. **Food Analytical Methods**. v.7 , 2014.

BONNEAU, A. et al. Aroma compounds in fresh and dried mango fruit (*Mangifera indica* L. cv. Kent): impact of drying on volatile composition. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 51, p. 789–800, 2016.

BIZZI, C. A. et al. A fast microwave-assisted procedure for loss on drying determination in saccharides. **Journal Brazilian Chemical Society** v. 22, p. 376-381, 2011.

BÜTTOW, M. V.; BARBIERI, R. L.; NEITZKE, R. S.; HEIDEN, G. Conhecimento tradicional associado ao uso de butiás (*Butia* spp., arecaceae) no sul do Brasil. *Revista Brasileira de Fruticultura*, v. 31, n. 4, 2009.

CARDELLO, H. M. A. B.; Da SILVA, M. A. A. P.; DAMÁSIO, M. H. Programa Sistema de Coleta de Dados Tempo-Intensidade - SCDTI. *Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, SP, Brasil, v. 37, p. 54-60, 2003.

CHIN, S. T.; NAZIMAH, S. A. H.; QUEK, S. Y.; MAN, Y. B. C.; RAHMAN, R. A.; HASHIM, D. M. Changes of volatiles attribute in durian pulp during freeze- and spray-drying process. **LWT - Food Science and Technology**, v. 41, p. 1899-1905, 2008.

CRUXEN C. E. S. et al. Probiotic butia (*Butia odorata*) ice cream: development, characterization, stability of bioactive compounds, and viability of *Bifidobacterium lactis* during storage. **LWT - Food Science and Technology**, v. 75, p. 379-385, 2017.

DAL MAGRO, N.G. et al. Comparação físico-química de frutos congelados de *Butiá eriospatha* (mart.) becc. do Paraná e Santa Catarina – Brasil. **Revista Varia Scientia**, v. 06, n. 11, p. 33-42, 2006.

DENG, Y. t al. Effect of Different Drying Methods on the Myosin Structure, Amino Acid Composition, Protein Digestibility and Volatile Profile of Squid Fillets. **Food Chemistry**, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.002>

DING, S. H. et al. Effect of drying methods on volatiles of Chinese ginger (*Zingiber officinale* Roscoe). **Food and Bioprocess Processing**. v. 9 0, p. 515–524, 2012.

FERRÃO, T. S. et al. Effect of Microwave and Hot Air Drying on the Physicochemical Characteristics and Quality of Jelly Palm Pulp. **Food Science and Technology Research**, v. 23, n. 6, p. xx-xx, 2017.

FERRÃO, T. S. et al. Evaluation of composition and quality parameters of jelly palm (*Butia odorata*) fruits from different regions of Southern Brazil. **Food Research International**, v. 54, p. 57–62, 2013.

GARRUTI, D. S. et al. Assessment of aroma impact compounds in a cashew apple-based alcoholic beverage by GC-MS and GC-olfactometry LWT. **Food Science and Technology**. v.83, p.1455-1462, 2006.

GÖĞÜŞ, F.; ÖZEL, M. Z.; LEWIS, A. C. The effect of various drying techniques on apricot volatiles analysed using direct thermal desorption-GC–TOF/MS. **Talanta**, v. 73, p. 321–325, 2007

HOFFMANN, J. F. et al. *Butia* spp. (Arecaceae) LC-MS-based metabolomics for species and geographical origin discrimination. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2017. doi:10.1021/acs.jafc.6b03203

HOFFMANN, J. F. et al. *Butia* spp. (Arecaceae): An overview. **Scientia Horticulturae**, v. 179, p. 122-131, 2014.

LI, Z. et al. Drying rate control in the middle stage of microwave drying. **Journal of food engineering**. V. 104, p. 234-238, 2011.

LORENZI, H. et al. **Palmeiras brasileiras e exóticas cultivadas**. Nova Odessa: Instituto Plantarum, 2004.

NOGUEROL-PATO, R. et al. Evolution of the aromatic profile in Garnacha Tintorera grapes during raisining and comparison with that of the naturally sweet wine obtained. **Food Chemistry**, v. 139, n. 1-4, 1052-1061, 2013.

PEINADO I. et al. Influence of processing on the volatile profile of strawberry spreads made with isomaltulose. **Food Chemistry**, v. 138, p. 621–629, 2013.

PEREIRA, M. C. et al. Characterization, bioactive compounds and antioxidant potential of three Brazilian fruits. **Journal of Food Composition and Analysis**. v. 29, p.19–24. 2013.

ORSAT, V. et al. Microwave-assisted drying of biomaterials. **Food and Bioproducts Processing**. v.85(C3), p. 255–263, 2007.

RADA-MENDOZA, M. et al. Formation of hydroxymethylfurfural and furosine during the storage of jams and fruit-based infant foods. **Food Chemistry**. v.85, p.605–609. 2004.

REINECCIUS, GARY. Flavor chemistry and technology. In. **Flavor formation in fruits and vegetables**, 2nd ed, Boa Roton; London: New York, Taylor & Francis group, cap. 4, p. 73-98, 2006.

RODRIGUEZ-CAMPOS, J. Dynamics of volatile and non-volatile compounds in cocoa (*Theobroma cacao* L.) during fermentation and drying processes using

principal components analysis. **Food Research International**. v.44, p.250–258. 2011.

VADIVAMBAL, R. & JAYAS, D. S. Changes in quality of microwave-treated agricultural. **Biosystems Engineering**. v. 98, p. 1-16, 2007.

ZHANG, M.; JIANG, H.; LIM., R. Recent Developments in Microwave-Assisted Drying of Vegetables, Fruits, and Aquatic Products - Drying Kinetics and Quality Considerations. **Drying Technology**. v. 28, p. 1307–1316, 2010.

WARDENCKI, W., PLUTOWSKA, B. Application of gas chromatography-olfactometry in analysis and quality assessment of alcoholic beverages – A review. **Food Chemistry**. v. 107.p. 449-463, 2008.

Tabela 1 - Compostos voláteis e descrição de compostos odoríferos da polpa de butiá seca por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas.

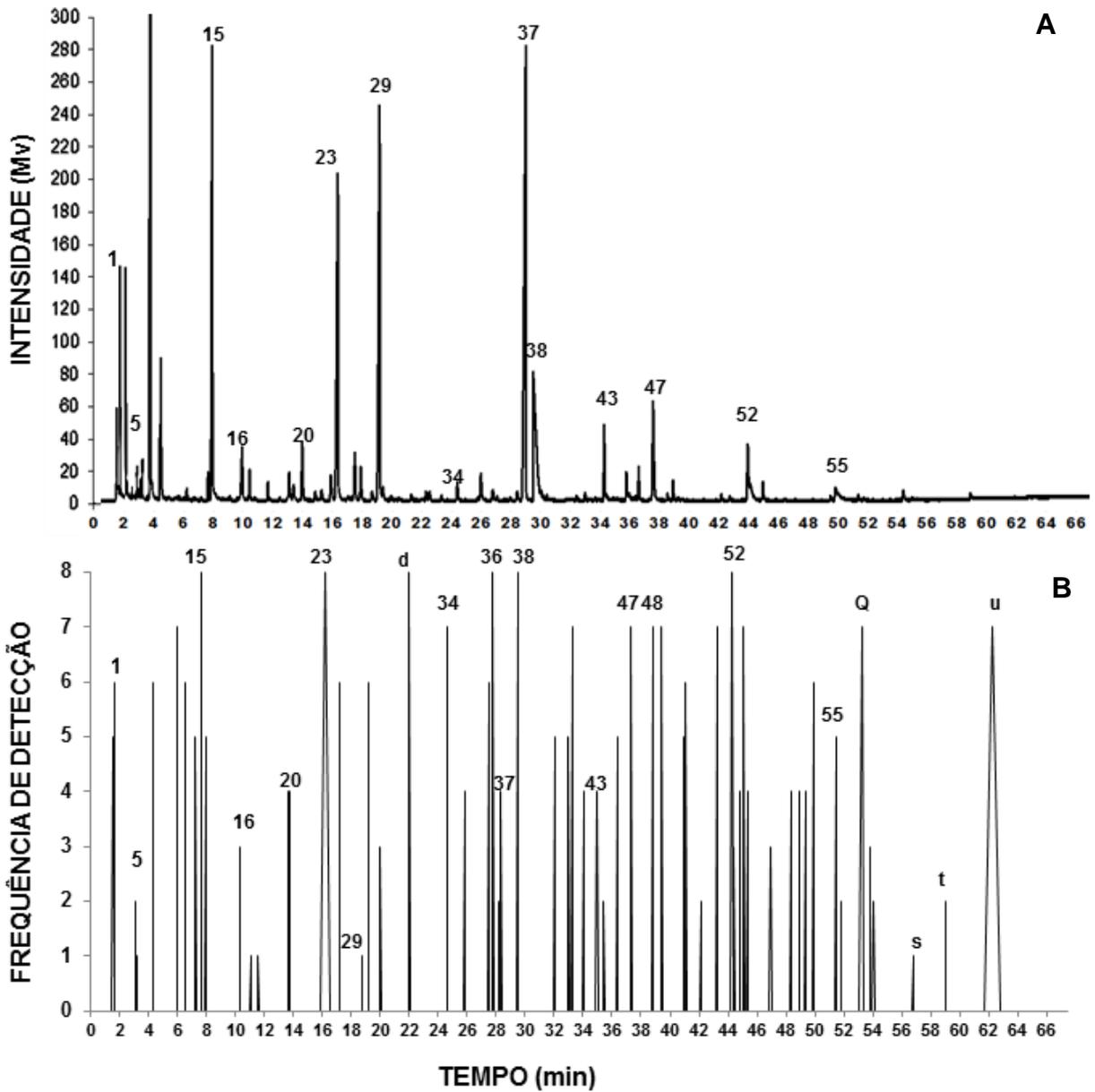
N°	IR ¹	I ²	Composto	AQ 50 °C		AQ 60 °C		AQ 70 °C		MO 50 °C		MO 60 °C		MO 70 °C		IR	Descrição do odor ⁵	Fd ⁶							
				Área ³	Dp ⁴	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp				Área	dp	GC-O				
a																<600	Azedo; pútrido; sulfúrico	5							
1	<600	A	Acetaldeído	152,1	26,2	A ⁷	164,6	18,6	a	91,4	1,4	b	68,2	17,9	bc	73,0	8,0	bc	47,5	10,8	c	<600	Azedo; fermentado	6	
2	858	B	Butanal	10,6	1,8	a	7,0	2,8	a	6,3	1,2	a	6,4	0,2	a	9,3	3,1	a	7,5	0,4	a				-
3	876	A	Acetato de etila	38,0	5,4	c	62,7	2,6	bc	45,0	10,1	c	76,3	0,4	b	108,6	16,3	a	106,5	7,5	a				-
4	898	B	2-Butanona	25,6	1,5	a	27,1	3,1	a	29,4	1,0	a	11,1	0,8	c	16,3	2,1	b	16,5	1,1	b				-
5	903	B	2-Metilbutanal	21,0	4,0	c	28,4	3,9	bc	23,6	2,5	bc	20,0	2,5	c	37,1	5,0	b	56,4	8,8	a	904	Frutal		2
6	906	B	3-Metilbutanal	43,9	6,9	cd	62,0	8,5	c	56,5	5,7	cd	40,0	5,1	d	85,2	8,5	b	122,6	1,4	a	907	Doce		1
7	929	A	Etanol	1858	1160	a	3109	356	a	2409	7,7	a	1732	81,6	a	2194	23,5	a	2209	104,9	a				-
8	952	B	Pentanal	112,7	11,8	b	97,2	9,1	bc	74,4	4,6	d	225,2	7,1	a	84,3	6,4	cd	72,8	5,9	d	950	Queijo; caramelo; pungente		6
9	955	B	3-Metil-2-butanona	259,2	26,1	ab	240,4	29,0	abc	281,6	9,5	a	100,0	8,8	d	199,8	5,1	c	208,0	16,3	bc				-
10	983	B	2-Propil-4-metil-1-pentanol	7,3	3,2	a	13,0	9,1	a	7,2	0,6	a	13,4	1,7	a	13,2	1,0	a	12,0	1,6	a				-
11	988	B	dl-Limoneno	14,5	7,2	b	33,9	12,2	b	323,8	62,2	a	63,0	32,0	b	63,2	7,0	b	40,5	3,7	b				-
12	1016	B	Isopentanoato de etila	9,6	3,1	b	23,9	6,6	b	63,9	19,5	a	16,9	7,9	b	26,4	3,6	b	16,0	1,2	b	1016	Floral; doce; frutal; guaraná		7
13	1042	B	2,3-Pentanediona	12,0	1,1	d	2,9	0,3	e	19,7	1,3	c	13,8	1,5	d	27,7	1,1	b	37,0	1,0	a	1036	Queimado; caramelo; frutal		6
14	1071	A	Acetato de butila	59,8	9,5	b	64,0	17,4	b	118,4	20,9	a	79,8	23,5	ab	90,4	6,6	ab	80,6	15,3	ab	1060	Frutal; doce; verde		5
15	1079	B	Hexanal	1088	150,7	a	768,8	191,0	ab	672,9	28,0	bc	541,4	108,6	bc	613,6	32,8	bc	369,7	19,4	c	1072	Verde; gordura		8
b																		1084				Verde; menta			5
16	1128	B	Acetato de isoamila	190,4	21,4	a	274,1	85,5	a	238,6	16,5	a	227,1	43,5	a	213,5	28,9	a	213,5	21,9	a	1135	Frutal; doce		3
17	1135	B	Pentanoato de etila	7,7	1,6	a	7,4	1,2	a	9,0	2,2	a	9,5	0,4	a	11,6	0,2	a	7,8	2,6	a				-
18	1160	B	2-Propilfurano	40,1	3,7	a	39,7	2,2	a	29,2	4,8	b	21,3	1,6	c	29,4	1,4	b	24,0	2,0	bc	1159	Queimado		1
19	1187	B	Hexanoato de metila	66,0	1,4	b	78,3	21,6	b	259,2	40,2	a	57,2	6,8	b	88,1	3,9	b	86,6	9,7	b	1192	Frutal; doce; butiá		4
20	1196	B	Acetato de 4-pentenila	189,9	12,9	a	177,4	4,0	ab	202,2	24,3	a	183,6	1,2	ab	146,9	3,0	ab	180,3	18,4	ab	1193	Tuti-fruti; frutal; butiá		4
21	1211	A	Álcool isoamílico	38,4	1,2	ab	32,0	5,6	bc	43,7	3,4	a	21,0	2,1	d	22,1	2,0	d	22,4	5,1	cd				-
22	1229	B	2-Pentilfurano	104,2	2,5	a	76,9	9,9	b	58,8	8,9	bc	33,6	7,9	d	76,9	1,6	b	45,8	9,3	cd				-
23	1237	A	Hexanoato de etila	1332	18,2	ab	1632	436,9	a	1551	41,6	ab	856,0	201,1	b	1395	40,0	ab	1264	206,0	ab	1235	Butiá		8

N° IR ¹	I ²	Composto	AQ 50 °C			AQ 60 °C			AQ 70 °C			MO 50 °C			MO 60 °C			MO 70 °C			IR	Descrição do odor ⁵	Fd ⁶	
			Área ³	Dp ⁴		Área	dp		Área	dp		Área	dp		Área	dp		Área	dp					GC-O
24	1248	B (Z)-β-Ocimene	20,5	1,1	b	58,3	17,5	a	35,8	5,5	ab	19,7	7,1	b	21,9	2,1	b	21,5	7,1	b			-	
25	1251	B 3-Butanol-3-metil	14,4	0,5	a	15,9	0,3	a	12,8	2,0	a	8,5	0,6	b	8,3	1,0	b	7,6	0,8	b			-	
26	1255	B 1-Pentanol	162,6	5,8	a	174,4	17,5	a	110,7	2,5	b	55,6	2,6	c	59,8	2,3	c	58,6	2,7	c	1251	Cogumelo; torrado; mofo	6	
27	1261	B Acetato de prenila	109,9	3,4	a	106,1	7,0	a	107,5	1,2	a	53,2	2,9	b	51,8	1,2	b	29,8	0,4	c			-	
28	1272	B Acetato de hexila	49,7	2,2	c	47,8	9,7	c	180,6	31,7	a	79,3	17,1	bc	114,3	5,8	b	84,2	12,4	bc			2	
29	1279	B Acetoína	1491	17,3	ab	1613	129,0	a	1337	31,5	b	1068	47,0	c	1095	27,8	c	927,4	40,2	c	1274	Gordura; pútrido;	1	
30	1290	B Octanal	19,4	2,8	a	19,0	1,5	a	17,9	2,1	ab	11,5	3,4	c	18,5	1,5	a	12,2	0,4	bc	1281	Herbáceo; cítrico	6	
		c																			1292	Azedo; álcool	3	
31	1312	B 3Z-Hexenoato de etila	26,7	1,3	a	27,2	0,1	a	22,3	3,3	a	15,4	2,1	b	12,5	1,8	b	9,8	3,0	b			-	
		d																				1324	Mofo; queijo; torrado	8
32	1332	B 6-Metil-5-hepten-2-ona	44,0	2,3	a	48,2	3,5	a	39,8	7,2	a	24,1	2,1	b	23,7	1,2	b	21,5	2,8	b			-	
33	1346	B Lactato de etila	19,5	0,2	b	18,6	0,7	b	22,9	0,3	a	17,4	1,8	b	17,2	0,3	cb	14,3	1,8	c			-	
34	1362	B Hexanol	65,9	1,0	ab	77,4	12,6	a	74,3	7,6	a	35,6	2,3	c	56,1	1,6	b	38,4	1,7	c	1366	Verde; azedo	7	
35	1386	B Octanoato de metila	125,7	10,2	b	166,2	4,7	a	122,6	1,9	bc	127,3	1,1	b	101,7	6,4	c	121,4	8,0	bc	1384	Frutal; doce	4	
		e																			1407	Frutal; doce	6	
36	1419	B 2(E)-Hexen-1-ol	16,1	1,6	a	16,7	1,3	a	16,2	2,2	a	11,1	2,2	b	9,2	1,0	b	11,3	0,9	a	1417	Verde	8	
		f																			1425	Madeira; terra	2	
37	1440	A Octanoato de etila	2540	205,3	cd	4028	229,6	a	2660	39,4	cd	3036	189,2	bc	2184	154,6	d	3443	303,4	ab	1428	Frutal; fruta madura; doce	4	
38	1450	A Ácido acético	1065	21,8	b	1278	33,8	a	1132	18,9	b	716,0	13,6	d	869,0	61,2	c	744,6	19,9	d	1450	Azedo; fermentado; vinagre	8	
39	1490	Furfural	39,5	2,2	d	48,2	9,3	d	184,0	17,7	c	69,5	3,9	d	273,2	14,1	b	529,0	72,4	a	1451	Inseto; mofo; terra; queimado	4	
40	1502	B 3-Hidroxicetanoato de etila	15,9	1,8	a	13,6	1,1	ab	14,9	0,7	a	9,5	1,1	b	12,1	2,9	ab	14,4	2,0	ab	1494	Verde; doce; frutal	5	
41	1517	B Ácido propanoico	24,8	2,1	a	28,3	4,2	a	28,7	3,6	a	13,4	1,5	a	15,9	2,4	a	14,3	1,7	a	1518	Verde; frutal	5	
42	1534	B Nonanoato de etila	14,0	2,4	a	17,6	3,6	a	18,3	3,7	a	14,3	2,3	b	13,5	1,6	b	17,4	1,8	b	1525	Floral; doce	7	
43	1549	B 2-Nonanol	190,2	2,6	b	227,0	7,1	a	203,6	10,6	b	142,5	3,8	c	150,5	9,5	c	136,1	4,8	c	1544	Verde; doce; chá	4	
44	1569	A 1-Octanol	11,1	0,9	a	9,9	1,8	a	11,7	1,4	a	8,6	2,2	a	9,7	1,2	a	7,5	1,7	a	1567	Doce; fruta estragada	4	
45	1584	B 2,3-Butanediol	85,0	2,8	a	88,0	12,5	a	85,4	4,7	a	55,1	1,1	b	55,3	3,6	b	49,1	1,7	b	1578	Doce; medicamento	2	
46	1605	A Ácido butanoico	91,5	4,8	b	113,0	7,5	a	126,4	4,2	a	61,6	1,3	d	82,1	3,6	bc	74,7	6,0	cd	1599	Verde; chulé; queijo;	5	

N° IR ¹ FID	I ² Composto	AQ 50 °C		AQ 60 °C		AQ 70 °C		MO 50 °C		MO 60 °C		MO 70 °C		IR GC-O	Descrição do odor ⁵	Fd ⁶						
		Área ³	Dp ⁴	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp				Área	dp				
47 1634	B Decanoato de etila	514,9	19,3	ab	639,9	119,3	ab	558,2	35,1	ab	664,7	116,2	ab	446,2	41,1	b	713,0	9,1	a	1628	Frutal	7
48 1673	B Succinato de dietila	66,3	6,6	b	98,6	19,5	ab	113,3	19,2	a	75,2	6,8	b	78,1	7,1	ab	81,7	11,1	ab	1671	Queijo; azedo	7
49 1682	B γ-Caprolactona	18,0	0,5	ab	24,3	4,3	a	14,2	2,0	bc	9,1	1,6	c	12,6	1,9	bc	11,6	1,8	bc	1688	Verde	7
	g																			1731	Butiá; floral; doce	5
	h																			1735	Butiá; fruta cozida	6
50 1799	B Dodecanoato de metila	24,5	3,0	a	20,7	2,5	a	22,9	1,7	a	24,2	2,7	a	24,6	2,0	a	23,1	2,1	a	1800	Floral; doce	2
51 1809	B Ácido 3-metil-2-butanoico	19,3	3,8	a	13,3	2,5	a	22,0	3,2	a	18,6	2,6	a	18,1	2,5	a	20,3	1,8	a	1819	Verde; pungente	7
52 1830	A Ácido hexanoico	249,6	26,6	a	333,0	74,6	a	375,9	91,1	a	388,7	36,2	a	276,0	52,5	a	449,5	14,2	a	1836	Queijo; cerveja; pútrido	8
53 1832	B Hexadecanoato de etila	116,1	8,7	a	73,0	10,8	a	137,4	0,2	a	193,4	144,3	a	89,7	11,6	a	60,0	8,6	a	1839	Fruta cozida; azedo	3
54 1847	B Hidrocinamato de etila	62,0	7,5	b	63,8	7,4	b	91,5	5,7	a	96,8	6,6	a	87,6	3,5	a	89,1	6,3	a	1846	Verde; erva mate; queimado	4
	i																			1850	Butiá; verde; frutal; doce	7
	j																			1855	Floral; verde	4
	k																			1880	Queimado	3
	l																			1902	Cozido; doce; caramelo;	4
	m																			1911	Frutal; doce; caramelo	4
55 1960	B Ácido octanoico	183,7	15,7	ab	202,6	56,2	ab	253,1	20,5	a	123,4	9,7	b	117,2	3,0	b	104,0	9,8	b	1946	Pungente; azedo	4
	n																			1969	Butiá; doce; caramelo	6
	o																			2033	Doce; floral; frutal	5
	p																			2047	Herbáceo	2
	q																			2107	Butiá; queimado; amêndoa	7
	r																			2135	Sintético; fenol; remédio	3
56 >2200	B Cinamato de etila	77,2	13,2	ab	108,3	8,6	a	100,3	31,8	ab	89,6	21,6	ab	62,9	10,0	ab	52,6	2,7	b	>2200	Verde	2
	s																			>2200	Frutal; Morango	1
	t																			>2200	Nozes; doce	2
	u																			>2200	Azedo; queijo	7

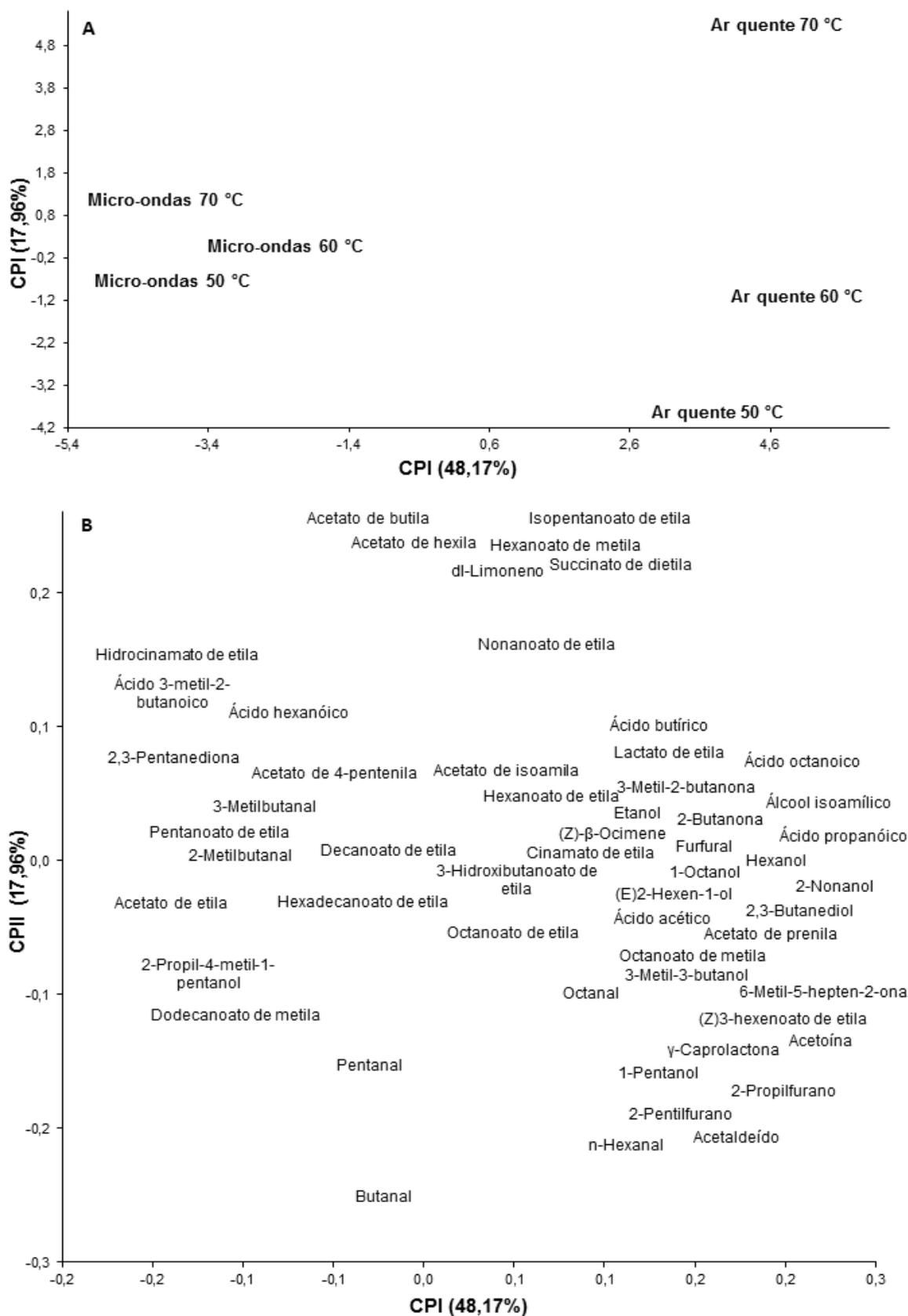
¹ IR = Índice de retenção linear experimental. ² Confiabilidade da identificação – A = espectro de massas e IR iguais ao padrão (positivamente identificado), B = espectro de massas e IR em concordância com os dados da literatura. ³ Média das unidades de área arbitrária integrada nos cromatogramas ($\times 10^{-3}$). ⁴ Dp = Desvio padrão da média de três repetições. ⁵ Descritores obtidos na polpa seca por MO a 60 °C. ⁶ Fd = Frequência de detecção dos julgadores na análise GC-olfatométrica de polpa seca de butiá. ⁷ Letras iguais na mesma linha indicam que a amostra não difere estatisticamente (Teste de Tukey; $p < 0,05$).

Figura 1 – Cromatograma do GC-FID dos compostos voláteis (A) e aromagrama (B) da polpa de butiá seca por micro-ondas a 60 °C.



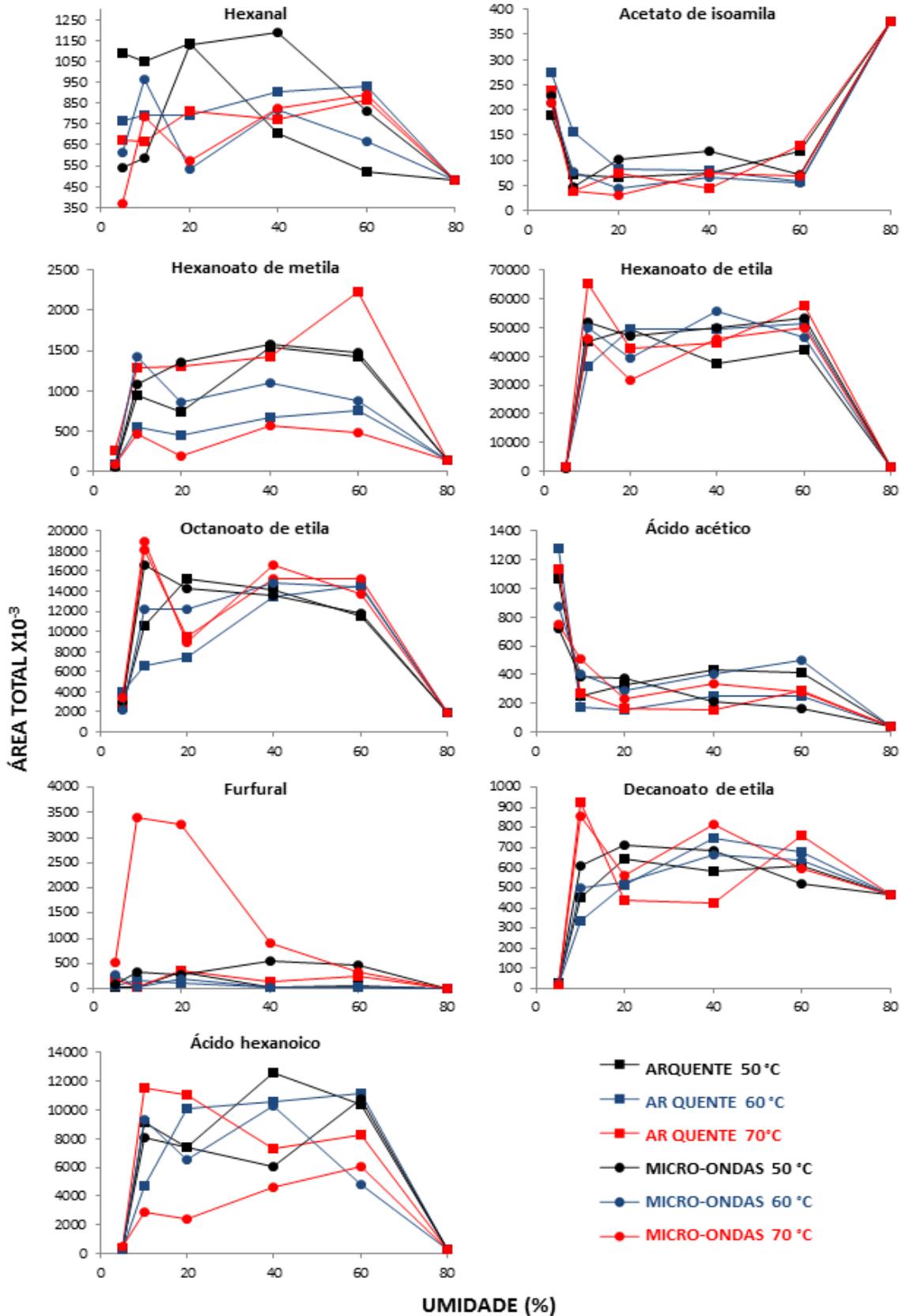
Nota: Os picos rotulados com letras minúsculas não foram identificados pelo GC-FID.

Figura 2 – Análise de Componente Principal (PCA) dos compostos voláteis na polpa seca de butiá obtida por diferentes técnicas e temperaturas.



Nota: (A) amostras e (B) tratamentos.

Figura 3 – Abundância dos principais compostos voláteis na polpa de butiá determinados em diferentes teores de umidade durante o procedimento de secagem dos diferentes tratamentos.



6 ARTIGO 3:

**INFLUÊNCIA DO USO DE ULTRASSOM COMO PRÉ-TRATAMENTO NA
SECAGEM DE FRUTOS DE BUTIÁ (*BUTIA ODORATA*) POR MICRO-ONDAS**

Artigo em fase de elaboração

**Influência do uso de ultrassom como pré-tratamento na secagem de frutos de
butiá (*Butia odorata*) por micro-ondas**

**Influence of use of ultrasound pretreatment in drying of jelly palm pulp (*Butia
odorata*) by microwave**

Tassiane dos Santos Ferrão^a; Juliano Smanioto Barin^a; Alexandre José Cichoski^a;
Roger Wagner^{a*}

^aDepartamento de Tecnologia e Ciência de Alimentos – Universidade Federal de
Santa Maria (UFSM) - Av. Roraima, nº 1000 – Cidade Universitária, Cep 97105-900,
Santa Maria, RS, Brasil.

***Autor para correspondência:**

Roger Wagner

Departamento de Tecnologia e Ciência de Alimentos

Centro de Ciências Rurais

Universidade Federal de Santa Maria

Campus - Camobi, 97105-900

Santa Maria, RS - Brasil

Telephone: +55 55 3220 8822

Fax: +55 55 3220 8353

E-mail: rogerwag@gmail.com

RESUMO

Frutos de *Butia Odorata* foram secos em forno de micro-ondas após serem submetidos a um pré-tratamento com banho de ultrassom (US) a fim de avaliar a influência do tempo de exposição e da frequência do ultrassom sobre o tempo de secagem, cor, atividade de água e composição volátil das polpas secas. Foram avaliadas duas frequências do banho de ultrassom, 25 e 45 kHz, durante 10 e 20 minutos de sonicação antes da secagem. Os quatro tratamentos utilizando banho de ultrassom apresentaram o mesmo tempo de secagem que a polpa seca sem tratamento com ultrassom. Os resultados demonstraram que a aplicação de ultrassom aumentou o índice relativo de diferença de cor (ΔE^*_{ab}) quando comparado com a polpa seca sem aplicação de ultrassom, ocasionado principalmente pelo aumento do escurecimento de polpa com aplicação de US, no entanto o uso de US intensificou os parâmetros de cor a^* e b^* . Quanto aos diferentes pré-tratamentos, o uso de US 25 kHz por 10 min e US 45 kHz por 20 min ocasionaram a menor alteração de cor (menor ΔE^*_{ab}) das polpas secas. Foram identificados 49 compostos voláteis nas polpas secas de butiá. A composição volátil indicou que a amostra sem aplicação de US apresentou aumento do composto β -ocimeno e área do pico cromatográfico significativamente menor de hexanal, acetato de hexila, lactato de etila, ácido acético, hexanoato de metila, acetato de 4-pentenila. O tratamento com maior somatório total da área dos picos cromatográficos foi o tratamento com US 45 kHz por 10 min, seguido do US 25 kHz por 10 min. O aumento do tempo de sonicação nas duas frequências testadas reduziu o conteúdo total de voláteis. Dessa forma, os quatro pré-tratamentos com US testados não reduziram o tempo de secagem e causaram alterações no perfil volátil das polpas de butiá secas.

PALAVRAS-CHAVE: Fruta; ultrassom; micro-ondas; secagem; compostos voláteis; cor.

1 INTRODUÇÃO

A secagem é um processo simples e muito utilizado para evitar o desperdício de frutos com senescência rápida após a colheita, como o butiá (ZACCARI et al, 2012). O butiá é o fruto de uma palmeira do gênero *Butia*, nativo do sul da América do Sul, o qual pertence à família *Arecaceae* (HENDERSON et al, 1995). Os butiás ainda são pouco conhecidos fora da região natural de cultivo, porém estudos demonstram que seus frutos apresentam alto teor de fibras (FERRÃO et al, 2013) e carotenoides, principalmente beta-caroteno, beta-criptoxantina, 9-cis-beta-caroteno e luteína, além de compostos fenólicos, principalmente ácido gálico, ácido ferrúlico e epicatequina (BESKOW et al., 2015; DENARDIN et al., 2015; HOFFMANN et al., 2014, 2017; PEREIRA et al., 2013). Podendo, assim, proporcionar benefícios à saúde por apresentar ação antioxidante, anti-inflamatória e antimicrobiana (AMMAR et al., 2014, HOFFMANN et al., 2014).

O processo de secagem de frutas promove várias vantagens para a indústria alimentícia, dentre as quais podemos citar: aumento do tempo de conservação; decorrente da diminuição dos valores de atividade de água e conseqüente redução da atividade enzimática, da velocidade das reações químicas e do crescimento de micro-organismos. Ainda gera diminuição dos gastos com transporte pela redução do peso e volume do produto; e facilidade de uso do fruto seco em novos produtos (ZHANG et al, 2010). No entanto, a secagem é um processo térmico que pode alterar negativamente as características sensoriais das frutas (KUMAR et al., 2014; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007), por isso a escolha do método de secagem deve ser estudada cuidadosamente. Neste contexto, o emprego de um pré-tratamento antes da secagem pode melhorar a qualidade do produto seco. O pré-tratamento com ultrassom na secagem de frutas tem sido uma alternativa promissora para reduzir o tempo de processamento e preservar os aspectos de qualidade das frutas secas, devido a sua capacidade de agir em temperatura ambiente (MATHIBE et al., 2011).

O ultrassom tem sido aplicado em diversos seguimentos da indústria alimentícia obtendo efeitos positivos no processamento de alimentos, tais como a melhoria na transferência de massa, aumento no tempo de conservação de alimentos e melhoria na textura (KNORR et al., 2011). O ultrassom gera o fenômeno chamado de cavitação acústica, ou seja, a formação, o crescimento, a implosão e o colapso de bolhas de gás em líquidos liberando grandes quantidades de energia

altamente localizadas. Perto de superfícies sólidas, o colapso das bolhas formam microjatos assimétricos. A cavitação acústica aumenta a velocidade das reações de transporte de massa por gerar turbulência local e micro-circulação do líquido (AWAD et al., 2012). Além da cavitação acústica, o processo de desidratação assistido por ultrassom também sofre influência das compressões e expansões provocadas por ondas sonoras que passam através do alimento. As forças geradas nesse efeito mantêm a água no interior de canais facilitando a sua remoção (AWAD et al., 2012; SORIA e VILLAMIEL, 2010).

O emprego do ultrassom assistindo a outros métodos de secagem, como as micro-ondas, é visto como uma possibilidade de acelerar o processo de secagem, uma vez que diminuiria o tempo de degradação térmica e, conseqüentemente, reduziria as perdas sensoriais do produto seco (AWAD et al, 2012; MATHIBE, 2011; ZHANG et al, 2010; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007; SCHOSSLER, 2012). A aplicação da radiação micro-ondas preserva a qualidade sensorial do produto durante a secagem, por proporcionar uma secagem rápida, com menor degradação térmica e, assim, reduzir a perda de compostos voláteis por inibir as reações enzimáticas e químicas (FERRÃO et al., 2017; ZHANG et al, 2010).

Dessa forma, o objetivo desse trabalho foi aplicar US em diferentes frequências e tempos, como etapa de pré-tratamento em polpa de butiá seca por micro-ondas, e avaliar suas conseqüências no tempo de secagem, nas características físico-químicas e na composição de voláteis.

1. MATERIAIS E MÉTODOS

1.1 PREPARO DA AMOSTRA

Butiás (*Butia odorata*) maduros foram colhidos (janeiro a março de 2015) na cidade de Tuparendi, localizada no estado do Rio Grande do Sul, Brasil (29° 41' 36,32 "S e 53° 48' 39,73" W). O ponto de maturação para a colheita foi estabelecido pelo desprendimento natural do cacho, onde foram coletados em sacos de tecido sintético. Os frutos foram armazenados em sacos plásticos, sob congelamento a -20 °C até o processamento. Para realizar a secagem, os frutos foram descongelados

por 1 hora a 20 ± 3 °C, limpos com água da torneira e depois separados em cascas, polpa e caroço.

2.2 PRÉ-TRATAMENTO COM ULTRASSOM

A polpa de butiá (100 g) foi hermeticamente fechada em sacos de polipropileno e disposta em um banho de ultrassom (Elma, TI-H-10) com auxílio de uma cesta metálica. Foram testadas duas frequências de ultrassom (25 e 45 kHz) e dois tempos de sonicação (10 e 20 min). A aplicação do US ocorreu em triplicata, no modo de operação normal, com 100% de amplitude e temperatura de 28 °C, o aumento máximo de temperatura foi de 4 °C ao final do processo. No total foram analisados quatro pré-tratamentos: US 25 kHz por 10 min (tratamento 1); US 25 kHz por 20 min (tratamento 2); US 45 kHz por 10 min (tratamento 3); e US 45 kHz por 20 min (tratamento 4). A sonicação foi aplicada em à amostra metade do tempo de um lado e depois invertida de posição para que as ondas de ultrassom fossem aplicadas uniformemente nos dois lados da amostra.

2.3 SECAGEM EM FORNO MICRO-ONDAS

Após o tratamento prévio com banho de ultrassom, a polpa de butiá foi disposta em um recipiente de polipropileno perfurado (20 cm de diâmetros) e seca em forno micro-ondas (MO) a uma temperatura constante de 60 ± 2 °C, conforme descrito por Ferrão et al. (2017). A secagem por MO foi realizada em equipamentos domésticos (modelo Perfect, Panasonic, Brasil, 32 L, 800 W, 2450 MHz) modificado usando um exaustor para remover a umidade durante a secagem e um pirômetro de infravermelho (Raytek) para controlar a temperaturas. A potência aplicada na cavidade foi determinada experimentalmente de acordo com Bizzi et al. (2011) e resultou em 604 W. O tratamento controle passou pelo mesmo processo de secagem, porém não foi submetido ao tratamento prévio com US. A secagem foi realizada em triplicata para cada tratamento.

2.4 AVALIAÇÃO DA SECAGEM

A perda de umidade na secagem foi medida por redução de peso e calculada de acordo com a Equação 1 (WANG et al., 2010). As amostras foram pesadas em uma balança de escala digital ($\pm 0,01$ g) a cada cinco minutos durante a primeira hora e, posteriormente, a cada 10 minutos até chegarem a um teor de umidade final de $5 \pm 1\%$. Os experimentos foram realizados em triplicata.

$$X_t = mt - md \quad (\text{Eq. 1})$$

Na Equação 1, X_t é o conteúdo de umidade no tempo de secagem t (min) em base seca (g / g); mt é o peso do material no tempo t ; e md é o peso da matéria seca do material

2.5 ANÁLISE DA UMIDADE

Os teores de umidade das polpas secas foram determinados em uma estufa a vácuo (Quimis, Brasil), de acordo com o AOAC (1995; método 925.09 / 17). As determinações foram realizadas em triplicata.

2.6 ATIVIDADE DE ÁGUA

A atividade de água foi medida usando um termo-higrômetro (Testo 650, Brasil), de acordo com as Instruções do fabricante, em triplicata.

2.7 CAPACIDADE DE REIDRATAÇÃO

A capacidade de reidratação da polpa de butiá seca foi medida, de acordo com Megías-Pérez et al. (2014), como a razão de reidratação calculada a partir da massa da amostra reidratada (g) e o peso seco (g). O procedimento foi realizado em triplicata.

2.8 ANÁLISE DE COR

A análise de cor da polpa *in natura* e das amostras de butiá secas foi realizada em um colorímetro CR-300 Konica Minolta (Minolta Corp, Osaka, Japão) usando o

sistema de cor CIE Lab (L^* , a^* e b^*) e ângulo de observação de 2° . Cada amostra de polpa foi avaliada em uma placa de Petri de 40 mL (1 cm de espessura) com um fundo branco padrão. Todas as determinações foram realizadas em triplicata. O Cromo (C^*_{ab}) e a diferença relativa de cor (ΔE^*_{ab}) foram calculados utilizando a Equações 3 e 4, respectivamente:

$$C^*_{ab} = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (\text{Eq. 2})$$

$$\Delta E^*_{ab} = \sqrt{(L^{*0} - L^*)^2 + (a^{*0} - a^*)^2 + (b^{*0} - b^*)^2} \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde 0 indica parâmetros da polpa *in natura*.

2.9 ANÁLISE DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS

A extração dos compostos voláteis da polpa de butiá foi realizada pela técnica de microextração em fase sólida do *headspace* da amostra (HS-SPME) utilizando uma fibra de divinilbenzeno/carboxen/polidimetilsiloxano (DVB/Car/PDMS; Supelco, 50/30 $\mu\text{m} \times 20 \text{ mm}$) pré-condicionada conforme protocolo do fabricante. Os frascos contendo as amostras foram mantidos a 35°C durante 5 min. Após, a fibra foi exposta no *headspace* da amostra por 45 minutos.

A determinação dos compostos voláteis extraídos por HS-SPME foi realizada em um cromatógrafo a gás (Varian 3400 CX Star) conectado a um detector de ionização de chama (GC-FID). Para isso, a fibra de SPME foi dessorvida durante 10 min em um injetor de tipo *split/splitless* operando no modo *splitless* durante 1 min à temperatura de 250°C . A separação dos compostos voláteis ocorreu em uma coluna capilar ZB-WAX *plus* (60 m \times 0,25 mm \times 0,25 μm de espessura do filme; Phenomenex, Palo Alto, CA, EUA). O gás hidrogênio foi usado como gás de arraste a uma pressão constante de 30 psi. O forno do cromatógrafo foi programado para iniciar com uma temperatura de 35°C durante 5 min. Posteriormente, foi acionado um aumento a uma taxa de $2^\circ \text{C}/\text{min}$ até 80°C , $4^\circ \text{C}/\text{min}$ até 150°C e $8^\circ \text{C}/\text{min}$ até 230°C , mantendo-se em isoterma por 5 min. A temperatura do FID foi de 230°C . Os resultados foram expressos em área arbitraria integrada dos picos cromatográficos.

Os compostos voláteis foram identificados em um cromatógrafo a gás acoplado a um espectrômetro de massa (GC/MS Shimadzu QP2010 *Plus*). As condições cromatográficas foram as mesmas usadas para a análise cromatográfica

por GC-FID, porém usando gás de hélio como gás de arraste a uma pressão constante de 30 psi. O detector foi operado no modo de ionização por elétrons com uma energia de ionização de +70 eV e varredura de massas na faixa de 35 a 350 m/z. A interface e a fonte íons foram mantidas a 230 °C. Os compostos voláteis foram tentativamente identificados por comparação dos espectros de massa experimental com os espectros disponíveis no Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia (NIST) e pela comparação do índice de retenção experimental (RI) com os disponíveis na literatura científica. Alguns compostos foram identificados positivamente pela comparação com padrões autênticos nos sistemas GC-FID e GC/MS.

2.10 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados experimentais foram avaliados por análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey ($p \leq 0,05$) usando o software Statistica 7.0 (Tulsa, EUA, 2004). Adicionalmente, uma Análise de Componentes Principais (ACP) foi realizada para visualizar a correlação das variáveis e os possíveis agrupamentos entre as amostras usando o programa estatístico Pirouette 3.11 (Woodinville, EUA, 2003). A matriz de dados consistiu 5 amostras (tratamentos) e 54 variáveis independentes (parâmetros de cor e compostos voláteis). Os dados foram auto escalados para cada variável para assumir o mesmo peso durante a análise.

2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 EVOLUÇÃO DA SECAGEM

A evolução do conteúdo de umidade da polpa de butiá seca em forno micro-ondas sem tratamento prévio e com aplicação de um pré-tratamento com ultrassom em diferentes frequências e tempo de sonicação está apresentada na Figura 1. Os tempos gastos para a secagem e a umidade final das polpas secas de butiá estão apresentados na Tabela 1. Analisando a Tabela 1 e o gráfico da curva de secagem é possível observar que as polpas de todos os tratamentos necessitaram um tempo de quatro horas de secagem em forno micro-ondas para alcançar a umidade final de $5 \pm 1\%$, não contando o tempo de aplicação do ultrassom. Esses resultados não

concordam com o relato de vários autores que indicam o uso de ultrassom como pré-tratamento na secagem de frutas e vegetais para facilitar a remoção de umidade, aumentando a taxa de secagem e reduzindo o tempo de processo (NOWACKA et al., 2012; WITROWA-RAJCHERT et al., 2014). Segundo Mathibe et al. (2011) a aplicação de ultrassom como pré-tratamento na secagem de frutas é utilizada para criar uma estrutura mais porosa nos frutos, o que facilita a transferência de massa durante a secagem. A cavitação causada pelas ondas de ultrassom seria responsável pela criação de canais microscópicos que facilitariam a remoção de umidade, reduzindo o tempo de secagem. No entanto, os mesmos autores afirmam que nos processos que utilizam métodos de secagem não convencionais, com sistemas de aquecimento melhorados, como às micro-ondas, a taxa de secagem já é alta e o efeito do pré-tratamento com ultrassom no tempo de secagem pode não ser significativo, como o encontrado no presente trabalho. Nowacka & Wedzik (2016) também não obtiveram redução do tempo de secagem de cenouras embaladas submetidas à pré-tratamento com ultrassom. Os autores alegam que a redução no tempo de secagem relatada por vários trabalhos não ocorreu neste experimento devido ao uso da embalagem que limitou a ocorrência do fenômeno de cavitação. Dessa forma, o tempo de secagem da polpa de butiá não sofreu alteração devido o uso de embalagem durante o pré-tratamento com ultrassom e a alta taxa de secagem do método por micro-ondas utilizado no presente experimento.

As curvas de secagem dos tratamentos (Figura 1) mostram que, além do mesmo tempo de secagem, o comportamento do decréscimo de umidade durante a secagem também foi semelhante entre os tratamentos. Esse comportamento é semelhante ao demonstrado por Ferrão et al. (2017) na secagem de polpa de butiá por micro-ondas a 60 °C, os quais indicam que a redução de umidade abaixo de 25% de umidade é mais lenta pela redução da taxa secagem, Na medida em que a água vai sendo retirada da polpa da fruta, a taxa de secagem tende a reduzir, já que existe maior resistência para a retirada de água do interior da amostra (PARK et al, 2014).

3.2 CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS

As características físico-químicas avaliadas na polpa de butiá seca por micro-ondas submetida a diferentes pré-tratamentos com ultrassom estão apresentadas na Tabela 2. Os valores de atividade de água das amostras não

apresentaram diferença significativa entre os tratamentos, no entanto, esses valores estão dentro do recomendado para garantir a conservação de produtos alimentícios devido à baixa quantidade de água livre para a ocorrência de reações bioquímicas (ORSAT et al., 2007; ZHANG et al., 2010).

Os valores da capacidade de reidratação das polpas secas (Tabela 2) também não diferiram entre os tratamentos. Diferente do relatado por Nowacka et al. (2012) na aplicação de ultrassom como pré-tratamento na secagem de maçãs, que favoreceu as propriedades de reidratação da fruta em comparação com a amostra não tratada. Possivelmente, o efeito do ultrassom nas propriedades de reidratação seja mais evidentes em frutas em pedaços, alterações que não foram evidenciadas na polpa de butiá devido à moagem.

Quanto à análise de cor (Tabela 2), a amostra controle apresentou menor alteração de cor quando comparada com a polpa *in natura*, evidenciado pelo menor valor de ΔE . A amostra controle obteve valor de luminosidade (L^*) significativamente maior que os demais tratamentos, demonstrando que a aplicação de pré-tratamento com ultrassom ocasiona um maior escurecimento de polpa. Na secagem de cenouras, Nowacka & Wedzik (2016) também relataram um escurecimento da amostra com a aplicação de pré-tratamento com ultrassom. O uso de pré-tratamento com ultrassom resultou em maiores valores dos parâmetros de cor a^* (vermelho), b^* (amarelo) e Cromo, com exceção do tratamento com uso de ultrassom a uma frequência de 25 kHz por 20 min, o qual apresentou maior alteração (maior ΔE). Vários trabalhos relatam alteração de cor com uso de ultrassom (FAN et al., 2017; MATHIBE et al., 2011; MUSIELAK et al., 2016). A intensificação da cor nas amostras de butiá submetidas a aplicação de ultrassom possivelmente ocorreu por uma maior preservação de pigmentos, principalmente os carotenoides. Trabalhos relatam que a aplicação de ultrassom em frutas e vegetais influencia positivamente na preservação de carotenoides durante a secagem (MUSIELAK et al., 2016; NOWACKA & WEDZIK, 2016).

3.3 COMPOSTOS VOLÁTEIS

A análise dos compostos voláteis da polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento por ultrassom em diferentes frequências e dois tempos de secagem foram determinados 49 compostos voláteis (Tabela 3), os quais representaram 95%

da área total dos picos detectados. Os compostos quantificados na polpa seca foram agrupados em cinco principais classes químicas: ésteres (22), álcoois (8), aldeídos (6), ácidos (6), cetonas (3), furanos (2), terpeno (1) e lactona (1).

A secagem da polpa de butiá, independente do tratamento aplicado, reduziu significativamente a concentração de ésteres e aumentou a concentração de álcoois em relação à polpa *in natura*. Possivelmente, o aquecimento promoveu a degradação de ésteres em outros compostos, principalmente álcoois e ácidos orgânicos (RINECCIUS, 2006).

Os principais compostos voláteis detectados na polpa *in natura* de butiá foram: hexanoato de etila, (Z)- β -ocimeno, octanoato de etila, ácido hexanoico, etanol e hexanoato de metila. Enquanto na polpa seca os principais compostos foram: hexanoato de etila, (Z)- β -ocimeno, octanoato de etila, ácido hexanoico, hexanoato de metila e acetato de 4-pentenila. Alguns compostos como a acetoína, 2-propilfurano e 2-pentilfurano não foram detectados na polpa *in natura*, evidenciando que esses compostos foram formados durante o processo de secagem. Vários autores também descrevem mudança no perfil de voláteis de frutas e vegetais após a secagem (GOGUS et al., 2007; LI et al., 2010; YANG et al., 2016).

Os ésteres são os compostos mais afetados pela secagem, além de ser a classe química com maior número de compostos tanto na polpa *in natura* quanto na polpa seca. Nas amostras secas, foram identificados e quantificados 22 ésteres, dos quais os principais foram hexanoato de etila e metila, octanoato de etila e acetato de 4-pentenila. Em geral, os ésteres apresentam aroma frutal, particularmente o hexanoato de etila é descrito como o composto com odor característico de butiá (BERNARDI et al., 2014). Este éster é o composto majoritário da polpa *in natura*, sendo o segundo maior composto em área detectado na polpa seca. Aguiar et al. (2014) também relataram o hexanoato de etila como composto majoritário da polpa de *Butia capitata*.

Oito álcoois foram identificados na polpa seca de butiá, dos quais o 2-nonanol, etanol e 2(E)-hexen-1-ol foram os mais abundantes. Álcoois de cadeia curta são formados degradação de ésteres e de ácidos graxos insaturados, causada pelo aumento da temperatura durante a secagem (PINGRET et al., 2014).

Foram identificados seis aldeídos na polpa seca de butiá, dos quais butanal, hexanal e acetaldeído obtiveram as maiores áreas. Dentre os aldeídos, a área do hexanal apresentou a maior elevação em relação à polpa *in natura*. A formação de

aldeídos é ocasionada pela oxidação de lipídeos promovida pelo calor (DENG et al, 2015).

Os ácidos detectados nas amostras foram: hexanoico, octanoico, acético, butanoico, propanoico e 3-metil-2-butanoico. A área total de ácidos aumentou significativamente com a secagem, principalmente os de cadeia curta como o ácido acético, gerado pela degradação de ésteres de cadeia curta e pela transformação de aldeídos em ácidos e álcoois promovida pela degradação térmica durante a secagem (DING et al, 2012; RINECCIUS, 2006). No entanto, a área do ácido hexanoico apresentou após a secagem, possivelmente correlacionada com o aumento de hexanal durante o processo.

As cetonas 3-metil-2-butanona e 6-metil-5-hepten-2-ona foram detectadas na polpa *in natura*, no entanto na polpa seca, além dessas duas cetonas, também foi detectado a presença de acetoína. A formação de acetoína durante a secagem contribuiu para a maior área total de cetonas de polpa seca em relação a polpa *in natura*.

Os três furanos detectados, furfural, 2-propilfurano e 2-pentilfurano, estavam presentes apenas nas polpas submetidas a secagem. Possivelmente são formados através de reações de escurecimento, como Reação de Maillard e caramelização (GOGUS et al., 2007; PEINADO et al., 2013). O 2-pentilfurano também pode ser formado pela degradação do ácido linoleico durante a secagem (BONNEAU et al., 2016).

Além das classes citadas acima, foram identificados também dois terpenos, (Z)- β -ocimene e dl-limoneno, e uma lactona, γ -Caprolactona.

3.4 ANÁLISE EXPLORATÓRIA DOS DADOS

Uma Análise de Componente Principal (PCA) foi realizada para melhor visualização do agrupamento das amostras e as correlações entre as variáveis. A Figura 2a e b ilustra, respectivamente, os gráficos dos escores (amostras) e dos pesos (compostos voláteis e parâmetros de cor) dos dois primeiros componentes (CP) principais resultantes da PCA, os quais acumularam 65,4% da variância total dos dados.

A análise multivariada demonstrou que a polpa sem aplicação de ultrassom (controle) apresenta maior similaridade com a amostra com pré-tratamento de

ultrassom a 25 kHz por 10 min, correlacionando-se com o maior valor de luminosidade (L^*) e maior concentração de 2-pentilfurano. Os tratamentos com uso de ultrassom na frequência de 45 kHz apresentaram maior diferença da amostra controle, principalmente pelos maiores valores dos parâmetros de cor a^* e b^* .

O uso de pré-tratamento com ultrassom aumentou significativamente a área dos compostos acetato de butila, hexanoato de metila, acetato de 4-pentenila, acetato de hexila, lactato de etila e ácido acético. Esse comportamento demonstrou que o uso de ultrassom como pré-tratamento na secagem de voláteis aumenta a preservação de ésteres de cadeia curta.

O tratamento com maior somatório total da área dos picos cromatográficos foi o tratamento com ultrassom de 45 kHz por 10 min, seguido do tratamento com ultrassom de 25 kHz por 10 min. Os tratamentos com menor tempo de sonicação, nas duas frequências testadas, obtiveram valores de área total maiores que a amostra controle, ocasionado principalmente pelo maior valor de ésteres totais. Possivelmente, o maior tempo de sonicação ocasionou uma maior degradação de compostos devido a maior formação de radicais promovida pelos efeitos físicos gerados pelo ultrassom, já que as reações desses radicais com compostos naturalmente presentes na polpa e/ou com produtos de reações é mencionada como um dos principais fatores para a alteração nos compostos químicos de amostras submetidas ao ultrassom (PINGRET et al., 2013; SORIA e VILLAMIEL, 2010). Dentre essas reações, a oxidação de ácidos graxos é vista como a mais importante reação responsável pelas alterações de sabor e odor de alimentos sonicados (MUSIELAK et al., 2016; SIMUNEK et al., 2013).

O maior tempo de sonicação (20 min) nas duas frequências testadas reduziu o conteúdo total de voláteis em comparação com os demais tratamentos, indicando que um maior tempo de sonicação gera uma maior degradação de compostos voláteis. Segundo Jambrak et al. (2017) alterações no aroma de frutas são observadas com o uso de ultrassom devido a degradação de compostos relacionada com reações de oxidação promovidas pela interação com radicais livres que se formam durante a sonicação. Dentre os compostos que sofreram redução de área com o maior tempo de sonicação, destaca-se o hexanoato de etila, composto com odor característico de fruta de butiá, que apresentou menor área na sonicação por 20 min. No entanto, as amostras submetidas a 20 min de ultrassom apresentaram menores valores de área de 6-metil-5-hepten-2-ona. Essa cetona é um produto de

degradação de carotenoides. Dessa forma, sua redução pode indicar uma menor degradação de carotenoides nesses tratamentos, estando correlacionada com a intensificação dos parâmetros de cor a^* e b^* . Segundo Musielak et al. (2016), o uso de ultrassom promove a preservação de carotenoides durante a secagem.

4 CONCLUSÃO

A aplicação de pré-tratamento com banho de ultrassom nas frequências de 25 e 45 kHz por 10 e 20 min de sonicação não interferiram no tempo de secagem por micro-ondas da polpa de butiá. As polpas pré-tratadas por ultrassom nas duas frequências testadas apresentaram maior escurecimento e intensificação dos parâmetros de cor a^* e b^* , além de favorecer a preservação dos ésteres voláteis durante a secagem. A aplicação de ultrassom na frequência de 25 kHz nos dois tempos testados (10 e 20 min) aumentou o somatório da área total dos compostos voláteis da polpa seca em comparação com o tratamento controle, enquanto o uso da frequência de 45 kHz (10 e 20 min) reduziu esse somatório.

5 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional Científico e Tecnológico (CNPq), a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) e a Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (Fapergs).

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIAR, M.C.S. et al. Volatile compounds from fruits of *Butia capitata* at different stages of maturity and storage. **Food Research International**. v.62, p.1095–1099. 2014.

AMMAR, N. M. et al. Phytochemical and biological studies of *Butia capitata* Becc. Leaves cultivated in Egypt. **Asian Pacific Journal Tropical Biomedicine**, v. 4, p. 456-462, 2014.

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. "Official Methods of Analysis". 16th edn. Arlington, 1995.

AWAD, T.S. et al. Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. **Food Research International**. v. 48, p. 410-427, 2012.

BESKOW, G. T. et al. Bioactive and yield potential of jelly palms (*Butia odorata* Barb. Rodr.). **Food Chemistry**, v.172, p. 699-704, 2015.

BERNARDI, G. et al. Jelly Palm (*Butia odorata*) Wine: Characterization of Volatile Compounds Responsible for Aroma. **Food Analytical Methods**. v.7, p.10 - , 2014.

BONNEAU, A. et al. Aroma compounds in fresh and dried mango fruit (*Mangifera indica* L. cv. Kent): impact of drying on volatile composition. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 51, p. 789–800, 2016.

BIZZI, C. A. et al. A fast microwave-assisted procedure for loss on drying determination in saccharides. **Journal Brazilian Chemical Society**, v. 22, p. 376-381, 2011.

DENARDIN, C. C. et al. Antioxidant capacity and bioactive compounds of four Brazilian native fruits. **Journal of food and drug analysis**, v. 23, p. 387-398, 2015.

DENG, Y. t al. Effect of Different Drying Methods on the Myosin Structure, Amino Acid Composition, Protein Digestibility and Volatile Profile of Squid Fillets. **Food Chemistry**, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.002>

DING, S. H. et al. Effect of drying methods on volatiles of Chinese ginger (*Zingiber officinale* Roscoe). **Food and Bioproducts Processing**. v. 90, p. 515–524, 2012.

FAN, K. ZHANG, M.; MUJUMDAR, A. Application of airborne ultrasound in the convective drying of fruits and vegetables: A review. **Ultrasonics – Sonochemistry**, v. 39, p. 47–57, 2017.

FERRÃO, T. S. et al. Effect of Microwave and Hot Air Drying on the Physicochemical Characteristics and Quality of Jelly Palm Pulp. **Food Science and Technology Research**, v. 23, n. 6, p. xx-xx, 2017.

FERRÃO, T.S. **Compostos voláteis e parâmetros de qualidade de frutos de diferentes genótipos de *Butia odorata***. 2012. 91f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria.

FERRÃO, T. S. et al. Evaluation of composition and quality parameters of jelly palm (*Butia odorata*) fruits from different regions of Southern Brazil. **Food Research International**, v. 54, p. 57–62, 2013.

GÖĞÜŞ, F.; ÖZEL, M. Z.; LEWIS, A. C. The effect of various drying techniques on apricot volatiles analysed using direct thermal desorption-GC–TOF/MS. **Talanta**, v. 73, p. 321–325, 2007.

HENDERSON A. et al. **A field guide to the palms of the Americas**. Princenton: Princeton University Press, 1995, 363p.

HOFFMANN, J. F. et al. Butia spp. (Arecaceae) LC-MS-based metabolomics for species and geographical origin discrimination. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2017. doi:10.1021/acs.jafc.6b03203

HOFFMANN, J. F. et al. Butia spp. (Arecaceae): An overview. **Scientia Horticulturae**, v. 179, p. 122-131, 2014.

HUANG, L. L. et al. Influence of combination drying methods on composition, texture, aroma and microstructure of apple slices. **LWT - Food Science and Technology**. v. 47, p. 183-188, 2012.

KUMAR, C. et al. Intermittent drying of food products: A critical review. **Journal of Food Engineering**. v. 121, p. 48–57, 2014.

JAMBRANK, A. R. et al. Aromatic profile and sensory characterisation of ultrasound treated cranberry juice and nectar, **Ultrasonics Sonochemistry**, 2016. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.11.027

LI, Z. et al. Drying rate control in the middle stage of microwave drying. **Journal of food engineering**. v. 104, p. 234-238, 2011.

MATHIBE, K.J.; ZHANG, M.; NSOR-ATINDANA, J.; WANG, Y. Use of Ultrasound Pretreatment in Drying of Fruits: Drying Rates, Quality Attributes, and Shelf Life Extension. **Drying Technology**. v. 29, p. 1611–1621, 2011.

MEGÍAS-PÉREZ, R. et al. Survey of quality indicators in commercial dehydrated fruits. **Food Chemistry**, v. 150, p. 41-48, 2014.

MUSIELAK, G.; MIERZWA, D.; KROEHNKE, J. Food drying enhancement by ultrasound e A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 56, p. 126-141, 2016.

NOWACKA, M.; WEDZIK, M. Effect of ultrasound treatment on microstructure, colour and carotenoid content in fresh and dried carrot tissue. **Applied Acoustics**, 2015. Doi: http://dx.doi.org/10.1016/j.apacoust.2015.06.011

NOWACKA, M. et al. Drying of ultrasound pretreated apple and its selected physical properties. **Journal of Food Engineering**, v. 113, p. 427–433, 2012.

ORSAT, V. et al. Microwave-assisted drying of biomaterials. **Food and Bioproducts Processing**. v.85(C3), p. 255–263, 2007.

PARK, K. J. B. Secagem: Fundamentos e equações. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**. Campina Grande, v.16, n.1, p.93-127, 2014.

PEINADO I. et al. Influence of processing on the volatile profile of strawberry spreads made with isomaltulose. **Food Chemistry**, v. 138, p. 621–629, 2013.

PEREIRA, M. C. et al. Characterization, bioactive compounds and antioxidant potential of three Brazilian fruits. **Journal of Food Composition and Analysis**. v. 29, p.19–24. 2013.

REINECCIUS, GARY. Flavor chemistry and technology. In. **Flavor formation in fruits and vegetables**, 2nd ed, Boa Roton; London: New York, Taylor & Francis group, cap. 4, p. 73-98, 2006.

SCHÖSSLER, K.; JÄGER, H.; KNORR, D. Effect of continuous and intermittent ultrasound on drying time and effective diffusivity during convective drying of apple and red bell pepper. **Journal of Food Engineering**. v. 108, p. 103–110, 2012.

SIMUNEK, M. et al. Ultrasound Treatment of Apple Juice and Nectar. **Food Technology Biotechnol**, v. 51, n. 1, p. 101–111, 2013.

SORIA, A. C.; VILLAMIEL, M. **Trends in Food Science & Technology**. v. 21, p. 323-331, 2010.

VADIVAMBAL, R.; JAYAS, D. S. Changes in quality of microwave-treated agricultural. **Biosystems Engineering**. V. 98, p. 1-16, 2007.

WANG, R., ZHANG, M.; MUJUMDAR, A. S. Effects of vacuum and microwave freeze drying on microstructure and quality of potato slices. **Journal of Food Engineering**, v. 10, p. 131-139, 2010.

ZACCARI, F.; CROSA, M. J.; IRISITY, M. Evolución de la calidad de frutos de butiá (*Butia 466 capitata*, Mart. Becc.) en almacenamiento refrigerado. **Revista del laboratorio tecnológico del Uruguay**, v. 7, p. 31-37, 2012.

ZHANG, M.; JIANG, H.; LIM., R. Recent Developments in Microwave-Assisted Drying of Vegetables, Fruits, and Aquatic Products - Drying Kinetics and Quality Considerations. **Drying Technology**. v. 28, p. 1307–1316, 2010.

Tabela 1 – Tempo de secagem e umidade final de polpa de butiá seca por microondas com pré-tratamento de ultrassom (US) em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).

Frequência do US (kHz)	Tempo de US (min)	Tempo de secagem (h)	Umidade (%) ^a
-	-	4	5,77 (0,17)
25	10	4	5,57 (0,39)
25	20	4	4,71 (0,64)
45	10	4	5,68 (0,15)
45	20	4	5,70 (0,25)

^aUmidade da polpa de butiá no final da secagem. Média da triplicata (desvio padrão)

Tabela 2 – Características físico-químicas de polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom (US) em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).

	Polpa fresca	Controle	US25 10m	US25 20m	US45 10m	US45 20m
Aw	0,98 (0,01) ¹	0,41a ² (0,01)	0,45a (0,02)	0,41a (0,05)	0,47a (0,02)	0,46a (0,06)
CR		2,44a (0,18)	2,43a (0,12)	2,42a (0,42)	2,42a (0,37)	2,41a (0,11)
L*	70,40 (0,51)	58,97a (0,15)	57,33b (0,10)	55,72d (0,17)	56,89c (0,20)	57,23bc (0,14)
a*	3,08 (0,12)	5,98d (0,08)	6,51c (0,06)	6,41c (0,12)	7,45a (0,24)	7,09b (0,06)
b*	65,95 (0,22)	59,17b (0,13)	59,08b (0,19)	57,58c (0,37)	60,32a (0,63)	60,47a (0,28)
C*_{ab}	66,02 (0,21)	59,46b (0,14)	59,43b (0,20)	57,93c (0,38)	60,78a (0,65)	60,88a (0,28)
H	87,31 (0,35)	84,27a (0,06)	83,80b (0,00)	83,73b (0,06)	83,00d (0,20)	83,37c (0,12)
ΔE^*_{ab}		14,13	15,64	17,74	15,68	15,22

¹ Média de triplicata (desvio padrão);

² Letras iguais na mesma linha indicam que a amostra não difere estatisticamente (Teste de Tukey; $p < 0,05$). A polpa fresca não foi analisada estatisticamente;

CR = capacidade de reidratação; Aw = atividade de água; L = Luminosidade; a* = intensidade de vermelho; b* intensidade de amarelo; C*_{ab} = Croma; H = ângulo Hue; ΔE^*_{ab} = Índice relativo de diferença de cor.

Tabela 3 – Compostos voláteis da polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom (US) em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).

IR FID ¹	I ²	Composto	Polpa <i>in natura</i>		Controle		US 25KHz 10min		US 25KHz 20min		US 45KHz 10min		US 45KHz 20min						
			Área ³	Dp ⁴	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp					
<600	A	Acetaldeído	123,5	5,1	38,1	5,4	b ⁵	32,4	7,3	b	82,7	9,8	a	19,7	5,7	b	38,5	2,2	b
811	B	Butanal	430,3	37,2	918,8	232,2	a	530,1	38,7	a	335,7	54,4	a	372,7	113,8	a	730,3	206,7	a
887	A	Acetato de etila	446,1	42,1	36,0	10,2	a	21,6	7,0	a	30,1	12,2	a	30,9	10,7	a	64,9	19,3	a
908	B	2-Metilbutanal	39,1	12,0	30,6	7,1	a	40,4	15,2	a	23,4	3,9	a	25,2	1,1	a	37,6	0,2	a
932	A	Etanol	5046,9	902,1	1559,0	104,4	ab	905,9	84,6	c	884,6	95,0	c	1236,2	119,7	bc	1679,0	237,7	a
958	B	3-Metil-2-butanona	28,6	2,3	8,7	0,1	ab	15,3	6,7	ab	18,2	5,7	ab	7,4	0,1	b	15,1	0,9	a
1023	B	Butanoato de etila	526,7	45,1	334,1	54,0	a	487,3	257,0	a	317,8	116,7	a	320,2	24,7	a	368,9	48,4	a
1077	A	Acetato de butila	790,5	92,7	95,2	12,6	b	159,3	41,9	a	212,3	17,9	a	184,9	13,1	a	214,9	16,8	a
1092	B	<i>n</i> -Hexanal	77,0	32,1	123,3	14,4	b	98,2	6,8	b	134,4	31,2	ab	134,5	9,6	ab	177,0	13,3	a
1131	B	Acetato de isoamila	569,9	112,8	172,6	14,9	a	152,3	15,0	a	149,5	74,6	a	150,0	47,4	a	177,4	31,8	a
1168	B	2-Propilfurano			41,3	2,1	b	39,4	9,8	b	49,2	5,7	ab	50,7	3,4	ab	67,2	17,6	a
1193	B	Hexanoato de metila	4937,8	1232,5	2195,0	175,0	c	3232,0	291,9	b	3725,8	152,9	ab	3631,0	397,4	ab	3935,7	203,7	a
1201	B	Acetato de 4-pentenila	4466,8	2312,5	1383,4	110,4	d	2025,0	136,4	c	2971,9	134,1	a	2383,5	86,9	b	3150,6	148,0	a
1215	A	Álcool isoamílico	15,8	2,3	20,5	1,4	a	15,0	2,1	a	21,2	3,4	a	17,3	0,5	a	18,2	6,0	a
1232	B	2-Pentilfurano	178,9	34,2	26,2	4,2	a	26,5	14,6	a	2,6	0,7	b	6,5	1,5	b	1,6	0,2	b
1249	A	Hexanoato de etila	51460,1	1582,3	31656	1572	ab	34799,0	1867	a	29283,7	939,9	b	33429,4	481,9	a	28173,4	1408	b
1261	B	(Z)- β -Ocimene	10603,4	761,4	12174	621,1	a	9757,1	1028	b	8639,3	585,2	b	9763,2	195,3	b	8666,4	189,3	b
1263	B	Acetato de prenila	606,8	8,9	211,6	6,1	d	385,7	51,9	cd	576,9	18,1	ab	472,0	4,0	bc	708,6	137,8	a
1272	B	3-Butanol-3-metil	49,2	3,2	21,2	1,1	a	21,4	2,2	a	23,3	3,9	a	20,8	5,2	a	27,1	2,0	a
1278	B	Acetato de hexila	133,2	3,4	91,9	3,9	c	131,5	8,4	b	159,2	4,7	a	158,2	4,4	a	151,4	9,4	a
1283	B	Acetoína			62,9	3,1	a	51,0	5,1	b	48,3	2,1	b	64,5	2,9	a	42,7	2,3	b
1288	B	Octanal	40,3	2,7	22,8	1,2	a	23,8	3,8	a	27,8	0,9	a	26,0	2,2	a	24,8	3,4	a
1310	B	3Z-Hexenoato de etila	133,2	4,2	64,6	3,6	a	60,6	0,8	ab	56,4	3,2	b	63,7	2,8	a	49,2	2,0	c
1322	B	Hexanoato de propila	29,7	1,2	25,0	2,9	b	33,2	3,6	a	27,3	2,0	ab	27,7	2,5	ab	21,9	2,7	b
1339	B	6-Metil-5-hepten-2-ona	59,5	1,9	37,7	1,0	ab	41,0	2,0	a	34,7	0,3	b	39,3	2,9	a	27,7	0,8	c
1345	B	Lactato de etila	160,9	5,4	213,7	5,7	d	309,0	8,4	c	362,5	9,1	b	312,3	7,3	c	394,0	8,4	a

IR FID ¹	Composto	Polpa <i>in natura</i>		Controle		US 25KHz 10min		US 25KHz 20min		US 45KHz 10min		US 45KHz 20min	
		Área ²	Dp ³	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp	Área	dp
1371 B	Hexanol	47,9	3,0	27,6	0,9 a	27,7	3,5 a	26,3	2,8 a	27,4	1,5 a	21,8	7,5 a
1390 B	Octanoato de metila	464,5	4,2	628,0	21,9 a	563,3	45,1 a	602,5	47,9 a	647,8	11,2 a	15,6	0,3 b
1414 B	2(E)-Hexen-1-ol	1091,3	98,9	1111,0	43,2 a	963,3	2,4 b	1010,6	65,4 b	1129,3	19,2 a	511,0	15,9 c
1450 A	Octanoato de etila	7881,7	987,6	8767,2	358,0 a	8165,5	6,7 a	6978,4	434,1 b	8649,5	257,8 a	4569,6	358,3 c
1461 A	Ácido acético	61,4	32,1	552,6	21,9 b	772,4	43,5 a	698,2	85,6 a	695,1	34,6 a	681,3	13,0 a
1469 B	Hexanoato de isopentila	517,3	20,3	482,8	18,9 a	474,8	165,2 a	463,3	33,8 a	514,8	67,2 a	622,4	217,9 a
1475 B	Furfural			3,0	0,2 a	3,9	0,1 a	4,0	1,1 a	3,8	0,0 a	3,4	0,4 a
1505 B	3-Hidroxibutanoato de etila	2,9	0,9	7,1	1,7 bc	14,6	1,9 a	10,8	0,7 ab	7,3	0,6 bc	5,2	2,6 c
1528 B	ácido propanoico	14,2	3,0	39,4	4,1 a	35,3	2,3 a	33,1	3,3 a	51,3	18,7 a	25,2	1,4 a
1535 B	Nonanoato de etila	5,3	1,0	10,1	1,1 a	8,3	0,2 a	9,9	1,9 a	9,9	0,1 a	11,2	3,6 a
1545 B	2-Nonanol	1373,4	76,9	2005,8	136,7 b	1897,5	159,7 b	2440,3	163,6 a	2445,8	74,0 a	2230,1	205,2 ab
1575 A	1-Octanol	5,1	0,7	8,4	0,4 a	9,8	1,4 a	10,1	0,2 a	9,1	0,7 a	8,9	0,5 a
1593 B	2,3-Butanediol	224,4	12,1	170,8	10,1 bc	155,0	4,7 c	195,2	8,0 ab	211,0	21,4 a	176,6	13,3 abc
1618 A	Ácido butanoico	66,8	2,9	68,0	4,8 a	62,3	1,0 a	54,3	2,4 a	81,5	25,5 a	14,9	1,5 b
1647 B	Decanoato de etila	364,9	5,8	288,0	26,0 ab	244,7	23,5 b	223,1	25,6 bc	336,7	47,2 a	161,8	16,4 c
1690 B	Succinato de dietila	42,2	5,9	25,9	0,3 a	25,2	1,7 a	27,2	1,5 a	28,0	3,3 a	20,1	0,5 b
1696 B	γ-Caprolactone	19,3	6,3	81,2	5,2 a	86,1	4,2 a	100,2	4,4 a	108,6	29,6 a	94,2	5,4 a
1808 B	Dodecanoato de metila	8,5	1,0	311,4	22,7 a	350,3	25,8 ab	403,4	3,6 b	356,3	35,4 ab	370,4	32,1 ab
1816 B	Ácido 3-metil-2-butanoico	17,3	21,5	30,1	1,6 b	34,8	3,5 ab	43,2	3,6 a	40,7	0,5 a	39,5	2,5 a
1842 A	Ácido hexanoico	6370,4	578,9	8334,9	377,8 b	8815,2	495,7 ab	9252,5	171,2 a	9498,1	138,8 a	9059,7	343,4 ab
1848 B	Hidrocínato de etila	2,0	0,3	2,2	0,8 a	1,8	0,1 a	1,6	0,1 a	2,5	1,3 a	1,3	0,1 a
1945 B	Ácido octanoico	780,7	123,9	972,1	142,7 ab	918,1	190,5 b	1068,2	107,3 ab	1333,4	47,0 a	1083,9	193,1 ab
>2200 B	Cinamato de etila	39,1	4,2	24,6	4,0 a	12,0	1,5 b	17,6	6,5 ab	19,6	1,7 ab	14,1	0,4 ab

¹ IR = Índice de retenção linear experimental por GC-FID. ² Confiabilidade da identificação – A = espectro de massas e IR iguais ao padrão (positivamente identificado), B = espectro de massas e IR em concordância com os dados da literatura. ³ Média das unidades de área arbitrária integrada nos cromatogramas ($\times 10^{-3}$). ⁴ dp = Desvio padrão da média de três repetições. ⁵ Letras iguais na mesma linha indicam que a amostra não difere estatisticamente (Teste de Tukey; $p < 0,05$).

Figura 1 – Curva de secagem de polpa de butiá por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).

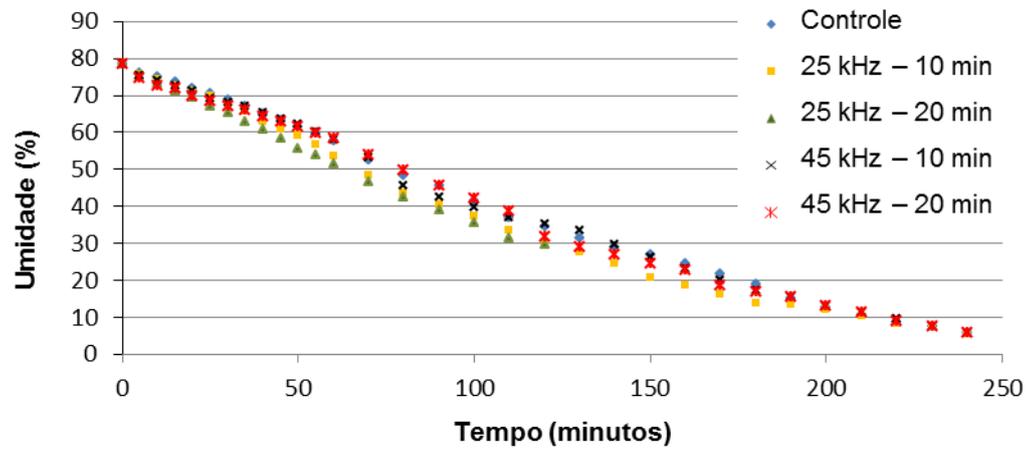
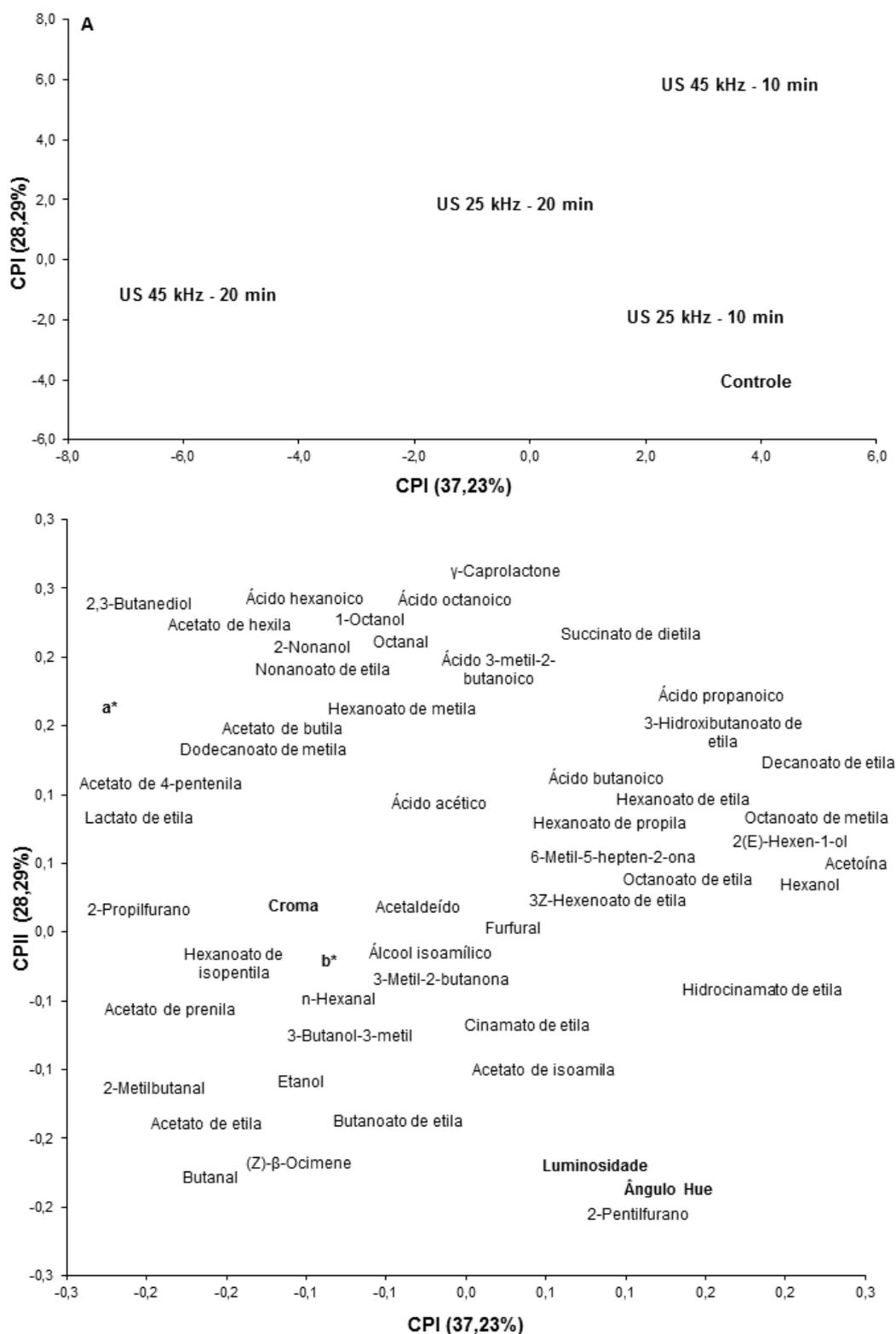


Figura 2 – Análise de Componente Principal (PCA) dos compostos voláteis e parâmetros de cor da polpa de butiá seca por micro-ondas com pré-tratamento de ultrassom em diferentes frequências (25 e 45 kHz) e tempo de sonicação (10 e 20 min).



Nota: (A) Tratamentos (B) Compostos voláteis.

7 ARTIGO 4:

**EFFECT OF THE INCLUSION OF DRIED JELLY PALM PULP ON THE CHEMICAL
COMPOSITION AND TECHNOLOGICAL AND SENSORY PROPERTIES OF
MUFFINS**

Artigo submetido para o periódico **Journal of Food Science and Technology**

Effect of the inclusion of dried jelly palm pulp on the chemical composition and technological and sensory properties of muffins

Tassiane S. Ferrão^a, Ana B. B. Bender^a, Caroline S. Speroni^a, Jossiê Z. Donadel^a, Michelle M. X. Facchi^a, Leila P. Silva^b, Alexandre J. Cichoski^a, Juliano S. Barin^a & Roger Wagner^{a*}

^a *Department of Technology and Food Science, Federal University of Santa Maria, Santa Maria, RS, Brazil.*

^b *Department of Animal Science, Federal University of Santa Maria, Santa Maria, RS, Brazil.*

***Corresponding author:**

Telephone: +55 55 3220 8822

Fax: +55 55 3220 8353

E-mail: rogerwag@gmail.com

Acknowledgments

The authors would like to thank the Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel CAPES for the doctorate scholarship and the PIBIC/CNPq-UFSM for the scientific initiation fellowship.

Research highlights

- This is the first work that studied the use of dried jelly palm pulp (DJPP) in food products.
- The formulations of muffins including DJPP (5, 10 and 15%) could be classified as "high-in-fiber".
- The inclusion of DJPP increased the color parameters a^* , b^* and Chroma, and ethyl hexanoate tenor.
- The DJPP increased color intensity sensory and the characteristic fruit odor and flavor.
- Texture, height, weight reduction and sensory acceptability of the muffins were not affected.

Abstract

This study is the first work that used the dried jelly palm (*Butia odorata*) pulp (DJPP) in food products. This study evaluated the influence of the inclusion of 5, 10 and 15% of DJPP on the chemical composition, physical characteristics, sensory quality and the presence of ethyl hexanoate in muffin formulations. The gradual inclusion of DJPP increased the dietary fiber content and the color parameters a^* , b^* and Chroma. The formulations of muffins including DJPP could be classified as "high-in-fiber". The use of DJPP increased the concentration of ethyl hexanoate, compound responsible for the characteristic aroma of the jelly palm fruit. The results of the sensorial analysis demonstrated an increase of the attributes color intensity and the characteristic fruit odor and flavor with the increase of the concentration of DJPP. The technological characteristics of texture, height, weight reduction and the sensory acceptability of the muffins were not affected by DJPP inclusion. Thus, the DJPP proved to be an adequate ingredient to improve the nutritional value of muffins. In addition, DJPP can be used as a natural flavoring in food manufactures.

Keywords: *Butia odorata*; color analysis; ethyl hexanoate; alimentary fiber.

Introduction

The jelly palm (*Butia odorata*) belongs to the Arecaceae family; it is a plant of moderate height which is native to the southern parts of South America (Henderson et al. 1995). Jelly palm fruits are small (1.2 to 4.2 cm) and their coloring varies from yellow to red (Ferrão et al. 2013; Lorenzi et al. 2004). Fruit maturation usually occurs from November to May, with a peak during the month of February (Rosa et al. 1998). According to Buttow (2009), the fruits are sensorially described as succulent, with an intense aroma and a sweet-acidulated taste.

The fruits are mainly consumed in the local growing area because they rapidly become senescent after maturation and only a small portion of the production is transformed into processed products (Zaccari et al. 2012). However, studies of this fruit have shown that it has a large nutritional potential and pulp yield (Ferrão et al. 2013; Hoffmann et al. 2014), which are attractive characteristics in terms of fruit processing. From the point of view of bioactivity, the pulp presents antioxidant and antiproliferative actions (Hoffmann et al. 2014), which have been associated with the presence of carotenoids, such as beta-carotene, beta-cryptoxanthin, 9-cis-beta-carotene and lutein, as well as phenolic compounds, which are mainly gallic acid, ferric acid and epicatechin (Beskow et al. 2015; Denardin et al. 2015; Hoffmann et al. 2014; Pereira et al. 2013). In addition to the aforementioned mentioned compounds, the jelly palm has a high fiber content (Ferrão et al. 2013; Hoffmann et al. 2014), which means that it is a raw material with great potential to be used as an ingredient in processed products.

Fruit and vegetable products that are high in fiber content are recommended to maintain a healthy diet, which attracts consumers who are seeking a healthy lifestyle (O'Shea et al. 2012). There has been rising consumer demand for fruits, especially exotic fruits, and

this has been due to increased consumption of fresh fruit, as well as the potential use of these fruits as ingredients and/or additives in processed products (Ayala-Zavala et al. 2011; O'Shea et al. 2012). The use of fruit, or parts of fruit, to increase the dietary fiber content in processed products is a practice that has been arousing increasing interest among consumers, producers and researchers (Bender et al. 2016; Foschia et al. 2013; O'Shea et al.). This fraction has the ability to improve the functioning of the intestine, as well as reducing cholesterol, diabetes and coronary diseases (Ayala-Zavala et al. 2011; Foschia et al. 2013; O'Shea et al. 2012; Santos et al. 2016).

Of the various types of processed foods that exist, it is easy to include dietary fiber in baked products, and muffin are rapidly gaining more market share by meeting the demands of people looking for ready, individual and fast snacks. Muffins also have good sensory acceptance due to their sweet taste and soft texture (Baixauli et al. 2008; Bender et al. 2016; Foschia et al. 2013; Martínez-Cervera et al. 2011).

In view of the above, the jelly palm fruit represents an alternative to be used to increase fiber in processed products. The jelly palm has been studied in relation to the characterization of its fruit (Aguiar et al. 2014; Faria et al. 2008; Ferrão et al. 2013; Schwartz et al. 2010), as well as its use in the preparation of products such as wine (Bernardi et al. 2014), frozen pulp (Dal Magro et al. 2006), jam (Fonseca 2012) and ice cream (Cruxen et al. 2017). However, there are still few studies regarding the processing of this fruit, and none which have reported processes using the dried fruit. Thus, the aim of this study was to prepare muffins with added dried jelly palm pulp (DJPP) and to evaluate the influence of the DJPP on the chemical composition, physical characteristics (height, weight reduction, color and texture), sensory quality and a volatile compound responsible for flavor/aroma of jelly palm in the muffins.

Materials and methods

Drying of jelly palm pulp

Fresh, healthy, and ripe jelly palm (*Butia odorata*) fruits were harvested in the city of Tuparendi (Rio Grande do Sul state, Brazil; latitude $-27^{\circ} 45' 8.52''$ S, longitude $-54^{\circ} 29' 17.04''$ W) in January-March 2015 and frozen at -20°C . To perform the drying, the fruits were defrosted, cleaned with tap water and then separated into peel, pits, and pulp.

The jelly palm pulp (100 g) was weighed in a perforated polypropylene container (20 cm^2) for microwave drying in modified domestic equipment (Perfect model, Panasonic, Brazil, 32 L, 800 W, 2450 MHz), using a fan to remove moisture during drying and an infrared pyrometer (Raytek) that allows the control of heating by programmed temperatures. The power delivered inside the cavity was experimentally determined in accordance with Bizzi et al. (2011), which reached 604 W. The pulp was dried at a temperature of 60°C for 4.5 hours until it reached 5% of moisture. After drying, the pulp was ground in a knife mill (Marconi MA-630, Brazil) for two minutes to obtain DJPP powder, which was used to prepare the muffins.

Muffin preparation

Different levels of DJPP were used substituting the wheat flour to prepare four muffin formulations. Formulation F1 was prepared with 5 g of DJPP and 95 g of wheat flour (Maria Inês, Brazil); formulation F2 with 10 g of DJPP and 90 g of wheat flour; and formulation F3 with 15 g of DJPP and 85 g of wheat flour. A control formulation (CF) was also prepared without addition of DJPP. The other ingredients that comprised the dough were not altered in

the different formulations (Table 1) and were as follows: sugar (Açúcar Caravelas, Brazil); margarine (Deline, Brazil); eggs; milk (Cooperativa Santa Clara, Brazil); and chemical yeast (Royal, Brazil).

To prepare the dough, the sugar, egg yolk and margarine were mixed for one minute in a domestic mixer at high speed. Then, the milk, wheat flour and/or DJPP were gradually added and mixed for three minutes, also at high speed. Subsequently, the chemical yeast was blended for 30 seconds at low speed. The last ingredient to be mixed (30 seconds) into the dough was the egg white, which had been beaten separately in the blender at high speed. The finished dough (70 g) was placed in a paper mold (5 cm in diameter and 4 cm in height) on top of an aluminum mold and taken to a preheated conventional oven (10 min, 220 °C), where it was heated for 25 minutes at 200 °C. The muffins were cooled to room temperature for one hour and stored in polypropylene packages until analysis.

Muffin composition

For the determination of the proximal composition of the muffins, the samples were pre-dried in a forced-air oven (Deo Leo, Brazil) for four hours at 50 °C, milled in a knife mill (Marconi MA-630, Brazil) and stored in a freezer at -20 °C until analysis.

The proximate composition of the muffin formulations and DJPP were determined according to the AOAC (1995) methods. Moisture was determined in an oven at 105 °C for 12 h (method 925.09/17); ash content was determined at 550 °C (method 923.03); protein content ($N \times 6.25$) was determined by the micro-Kjeldahl procedure (method 960.2). Total dietary fiber content was determined using the enzymatic-gravimetric approach (method 991.43). Total lipid determination was performed in accordance with Bligh and Dyer (1959).

Carbohydrates were calculated by difference. All the determinations were performed in triplicate.

Physical properties of muffins

The physical analyses were carried out for each formulation in two replicates and four muffins were analyzed from each batch.

The height of the muffins was taken from the highest part of the muffin to the bottom using a calliper, after cooling the muffins for 1 h at room temperature, in accordance with Martínez-Cervera et al. (2015).

The muffins were weighed before (W1) and after baking and 1 h cooling (W2), according to the method described by Martínez-Cervera et al. (2015). The weight loss during baking was calculated according to Equation 1:

$$\text{Weight loss} = (W1 - W2) \times 100/W1 \quad (1)$$

The muffin was cut in half on a plane parallel to its base, and the color of the crumb was measured at three points. The color of the muffin and of the dry pulps was measured with a CR-300 Konica Minolta colorimeter (Minolta Corp, Osaka, Japan) using the CIE Lab color system and 10° observation angle. The parameters measured were L*, a*, b* and Hue angle. The color intensity was calculated as Chroma (C^*_{ab}) by using the following Equation 1:

$$C^*_{ab} = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (2)$$

Texture profile analysis was performed in a TA-XTPlus texture analyzer (Stable Microsystems Ltd., Surrey, UK), in accordance with Bender et al. (2016), with some modifications. The parameters quantified from the curves were hardness, chewiness, and resilience. The muffin (55 mm diameter, 10 mm height) was compressed with an aluminum cylinder probe 75 mm in diameter (P/75) under the following conditions: pre-test speed 5 mm/s, speed 1 mm/s, and post-test speed 5 mm/s.

Ethyl hexanoate analysis

For the determination of ethyl hexanoate in the muffin treatments and DJPP, a solid phase micro-extraction (HS-SPME) technique was used. For the extraction, an aliquot of 2 g of the muffin was placed inside a 20 mL vial which was hermetically sealed with a PTFE-coated silicone lid. A DVB/Car/PDMS (Divinylbenzene/carboxen/polydimethylsiloxane) fiber (Supelco, Bellefonte, PA, USA; 50/30 $\mu\text{m} \times 20$ mm) was preconditioned following the manufacturer's protocol. After 5 min of equilibrium, the fiber was exposed to the headspace of each sample for 45 min at 35 °C. The volatile compounds were analyzed in a Shimadzu QP2010 Plus gas chromatograph coupled to a mass spectrometer (GC/MS; Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan). The fiber was thermally desorbed into the injection port at a temperature of 250 °C for 10 min, in a splitless mode for 1 min. The compounds were separated in a polar fused-silica capillary column ZB-WAX *plus* (Phenomenex, USA; 60 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm). Helium was used as carrier gas at a constant flow rate 1.4 mL min⁻¹. The oven of the GC was programmed to start at 35 °C for 5 min. Subsequently, the temperature was increased by 2 °C/min up to 80 °C, then 4 °C/min up to 150 °C, and 8 °C/min up to 230 °C. The temperature was then maintained in isotherm for 5 min. The detector was operated in the electron impact ionization mode with an ionization energy of +70

eV and a scan mass range from 35 to 350 m/z, at a temperature of 230 °C. Ethyl hexanoate was positively identified by a comparison with authentic standards and was expressed quantitatively by total area value. This compound was chosen because it was related as the main impact odor volatile compound of the jelly palm fruit (Bernardi et al. 2014).

Sensory analysis

Samples (10 g) of the different muffin formulations were individually served in polypropylene cups, identified with three-digit codes, to 50 male and female untrained individuals' consumers, from 16 to 45 years old, in individual booths. They were recruited by personal contact based on their availability to participate in the test, the regular consumption of muffins and the familiarity to jelly palm flavour. The muffins were sensorially evaluated for color, odor, flavor, texture, and overall acceptance using a seven-point hedonic scale (1 = "disliked very much"; 7 = "liked very much"). The consumers also indicated their intent to purchase the muffins using a five-point hedonic scale (1 = "definitely would not buy"; 3 = "might buy/might not buy"; 5 = "would definitely buy"). At another time, the muffins were submitted to a ranking test, where the testers ranked the formulations according to preference, color intensity, characteristic jelly palm odor and characteristic jelly palm flavor. The present study was approved by the Research Ethics Committee of the Federal University of Santa Maria (UFSM) in its ethical and methodological aspects, under protocol no. 39902414.4.0000.5346.

Statistical analysis

The experimental data were evaluated by analysis of variance (ANOVA) and Tukey's test ($p < 0.05$) using Statistica 7.0 software (Tulsa, USA, 2004). The statistical analysis of data obtained in the sensory analysis was performed by the Friedman test using the MacFarlane (1987) table.

Results and discussion

Muffin composition

The proximal composition of the DJPP and the different formulations of the muffins are shown in Table 2. The ash and lipid contents increased with the inclusion of DJPP; they were significantly higher in the F3 formulation, which contained the highest concentration of DJPP. This increase was due to the higher content of total minerals (4.41 g of ash in 100 g dry matter basis (DM) and lipids (15.11 g/100 g DM) that were present in the DJPP compared with the wheat flour, which contain 0.92 g/100 g DM of ash and 1.61 g/100 g DM of lipids (TACO, 2011). However, the protein content was significantly higher in the standard formulation in comparison with the formulations containing DJPP due to the high protein content of wheat flour (11.26 g/100 g DM) (TACO, 2011), an ingredient which was more present in the standard formulation.

The DJPP had a high total dietary fiber content (37.60 g/100 g DM), which allows it to be used as an ingredient to include fiber in the diet. Gouw et al. (2017) reported that, on average, 40 g of dried fruits provide 9% or more of the amount of dietary fiber recommended in the reference daily intake (RDI) for adults (25-38 g/day, Foschia et al. 2013). However, this

same amount (40 g) of DJPP supplies up to 57% of the recommended daily amount for an adult, demonstrating above-average dietary fiber content for dried fruits. Consequently, the progressive inclusion of 5%, 10% and 15% of DJPP resulted in a significant increase in the dietary fiber content of the F1 (25% RDI in 100 g), F2 (27% RDI in 100 g), and F3 (34% RDI in 100 g) formulations, relative to the standard formulation. The three formulations of muffins including DJPP could be classified as "high-in-fiber" foods because they had a dietary fiber content of more than 6 g per 100 g portion (European Commission 2006). Therefore, the muffins had a higher nutritional value because they provide the benefits of dietary fiber for consumers, such as helping to avoid functional bowel disorders, reduction of blood cholesterol and glucose levels (Foschia et al. 2013; O'Shea et al. 2012).

Although a reduction in protein content was observed, the increased fiber, lipid and ash content triggered a reduction in the carbohydrate fraction with the inclusion of DJPP.

Physical properties of muffins

The different muffin formulations showed no significant difference in terms of height, weight loss, and in the different texture parameters evaluated (hardness, chewiness and resilience) (Table 2). These results demonstrate that the increase in dietary fiber caused by the inclusion of DJPP did not affect the physical properties of the formulations, except for color. Bender et al. (2016) showed that the addition of fiber by including flour made from grape hulls affected the parameters of hardness, chewiness and resilience of muffins, especially hardness, which increased as the fiber concentration increased.

Regarding the color of the samples, the instrumental analysis detected an increase in color intensity in line with an increase in the concentration of DJPP in the formulation (Table 2), which was evidenced by the gradual and significant increase of the Chroma and the a^* and

b* parameters. However, the luminosity (L*) was inversely affected and it reduced in line with increases in the concentration of DJPP. Consequently, the DJPP resulted in a darkening of the color of the muffins, possibly due to the inclusion of pigments present in the DJPP, or possibly due to increasing the concentration of reducing sugars, which are important precursors of the chemical reactions associated with darkening. The pigments of jelly palm have an orange coloration (Ferrão et al. 2013), which contributed to increasing the a* and b* parameters of the formulations with added DJPP.

Ethyl hexanoate analysis

The chromatographic analysis revealed an increase in the peak area of ethyl hexanoate as the inclusion of DJPP in the muffins increased (Figure 1), and this compound was not detected in the control sample. The high concentration of ethyl hexanoate detected in the DJPP showed that the increase of ethyl hexanoate in the muffins occurred due to the addition of DJPP. This ester is the major and typical compound of the volatile fraction of the pulp of mature jelly palm (Aguiar et al. 2014) and it is the compound responsible for the aroma/flavor that is characteristic of this fruit (Bernardi et al. 2014).

Sensory analysis

The average scores attributed by the consumers in relation to the sensory characteristics of the muffins in the hedonic scale acceptance test are shown in Figure 2. The muffins did not differ sensorially regarding the acceptance of color, odor, texture, taste and overall acceptability. The average values were between five (“liked moderately”) and six (“liked”) for the four samples in all the evaluated attributes. Although there was no significant

difference in terms of color acceptance, the orange coloration was mentioned positively in the comments by some consumers, who related the orange color to the inclusion of fruits in the muffins.

The formulation that received the highest score for purchase intent was the control formulation (Figure 3); however, the muffins prepared with DJPP also obtained favorable scores in relation to purchase intent, and the majority of responses were scores of five (“would definitely buy”) for all the samples. The sum of the responses that were positive (“would definitely buy” and “would probably buy”) was highest in relation to the control formulation (80%), followed by formulation F1 (72%), F2 (70%) and F3 (64%). Thus, the inclusion of DJPP in the muffins received a good level of acceptance in terms of the sensorial attributes when compared to the control formulation, as well as a high level of purchase intent.

The results of the sensory ranking test (Table 3) correlated with the data obtained regarding the physical and chemical determinations of the muffins, as already discussed. Regarding the color of the muffins, the increasing intensity of color in line with the inclusion of DJPP was significantly perceptible because the consumers ranked the control formulation as the formulation with the least intensity of color and the formulation F3 with the greatest intensity of color, followed by F2 and F1, respectively. These data positively correlated with the results of the instrumental determination of color. In the same test, the consumers ranked the F3 sample as the sample with the highest odor intensity and characteristic fruit flavor, and the control sample as the muffin with the least intense fruit flavor and odor. This demonstrated that the increase in the amount of DJPP (and, consequently, the increased concentration of ethyl hexanoate) contributed sensorially to the discrimination among treatments. Thus, both the instrumental analysis and the sensorial analysis showed that the inclusion of jelly palm pulp in the preparation of the muffins added flavor and aroma that

were characteristic of the fruit to the product. This intensification of color, odor and flavor positively influenced the consumers because they ranked the formulation F3, which contained the highest level of added DJPP, as the most preferred sample, differing significantly from the control sample and the F1 formulation.

Conclusions

The inclusion of dried jelly palm pulp (DJPP) significantly increased the dietary fiber content of the muffins. The substitution of 5% or more of wheat flour by DJPP resulted in the muffins being a high-in-fiber food. In addition, increased concentrations of DJPP in the muffins resulted in increases in the concentration of ethyl hexanoate, the color intensity, and the intensity of the odor and flavor characteristic of jelly palm, without altering the texture, height and weight reduction of the muffins. Thus, the DJPP proved to be an adequate ingredient to improve the nutritional value of muffins without affecting the technological properties and the sensory acceptability, as well as adding odor and flavor characteristic of jelly palm fruit. Consequently, DJPP can be used as a natural flavoring in food manufactures.

References

- Aguiar MCS, Silvério FO, Pinho GP, Lopes PSN, Fidêncio PH, Ventura S J (2014) Volatile compounds from fruits of *Butia capitata* at different stages of maturity and storage. *Food Res Int* 62:1095–1099. doi: [10.1016/j.foodres.2014.05.039](https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.05.039)
- AOAC (1995) Association of official analytical chemists. *Official Methods of Analysis*, 16th edn, Arlington
- Ayala-Zavala JF, Vega-Vega V, Rosas-Domínguez C, Palafox-Carlos H, Villa-Rodríguez JA, Siddiqui MW, Dávila-Aviña JE, González-Aguilar GA (2011) Agro-industrial potential of exotic fruit byproducts as a source of food additives. *Food Res Int* 44:1866–1874. doi: [10.1016/j.foodres.2011.02.021](https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.02.021)

- Bender AB, Speroni CS, Salvador PR, Loureiro BB, Lovatto NM, Goulart FR, Lovatto MT, Miranda MZ, Silva LP, Penna NG (2016) Grape Pomace Skins and the Effects of Its Inclusion in the Technological Properties of Muffins. *J Culinary Sci Technol* 5:1-15. doi: 10.1080/15428052.2016.1225535
- Beskow GT, Hoffmann JF, Teixeira AM, Fachinello JC, Chaves FC, Rombaldi CF (2015) Bioactive and yield potential of jelly palms (*Butia odorata* Barb. Rodr.). *Food Chem* 172:699-704. doi:10.1016/j.foodchem.2014.09.111
- Bernardi G, Vendruscolo RG, Ferrão TS, Barin JS, Cichoski AJ, Wagner R (2014) Jelly Palm (*Butia odorata*) Wine: Characterization of Volatile Compounds Responsible for Aroma. *Food Anal Methods* 7:1982-1991. doi:10.1007/s12161-014-9835-5
- Baixauli R, Sanz T, Salvador A, Fiszman SM (2008) Muffins with resistant starch: Baking performance in relation to the rheological properties of the batter. *J Cereal Sci* 47:502–509. doi:10.1016/j.jcs.2007.06.015
- Bizzi CA, Barin JS, Hermes AL, Mortaric SR, Floresa EMM (2011) A fast microwave-assisted procedure for loss on drying determination in saccharides. *J braz chem soc* 22:376-381
- Bligh EG, Dyer WJ (1959) A rapid method of total lipid extraction and purification. *Canad J Biochem Physiol* 37:911–917.
- Büttow MV, Barbieri RL, Neitzke RS, Heiden G (2009) Conhecimento tradicional associado ao uso de butiás (*Butia* spp., *Arecaceae*) no sul do Brasil. *Rev Bras Frut* 31:1069–1075
- Cruxen CES, Hoffmann JF, Zandon JP, Fiorentini AM, Rombaldi CV, Chaves FC (2017) Probiotic butia (*Butia odorata*) ice cream: Development, characterization, stability of bioactive compounds, and viability of *Bifidobacterium lactis* during storage. *LWT - Food Sci Technol* 75:379-385. doi: 10.1016/j.lwt.2016.09.011
- Dal Magro NG, Coelho RO, Haida KS, Berté SD, Moraes SS (2006) Comparação físico-química de frutos congelados de *Butiá eriospatha* (mart.) becc. do Paraná e Santa Catarina – Brasil. *Rev Varia Sci* 06:33-42
- Denardin CC, Hirsch GE, Rocha RF, Vizzotto M, Henriques AT, Moreira JCF, Guma TCR, Emanuelli T (2015) Antioxidant capacity and bioactive compounds of four Brazilian native fruits. *J food drug anal* 23:387-398. doi:10.1016/j.jfda.2015.01.006
- European Commission (2006) Regulation (EC) No 1924/2006 of the European Parliament and of the Council of 20 December 2006 on nutrition and health claims made on foods. *Official Journal of the European Union*, L404, 9-25
- Faria JV, Almeida F, Silva LC, Vieira RF, Agostini-Costa TS (2008) Caracterização da polpa do coquinho-azedo (*Butia capitata* var *capitata*). *Rev Bras Frut* 30:827-829
- Ferrão TS, Ferreira DF, Flores, DW, Bernardi G, Link D, Barin JS, Wagner R (2013) Evaluation of composition and quality parameters of jelly palm (*Butia odorata*) fruits

from different regions of Southern Brazil. *Food Res Int* 54:57-62.
doi:10.1016/j.foodres.2013.06.002

Foschia M, Peressini D, Sensidoni A, Brennan CH (2013) The effects of dietary fibre addition on the quality of common cereal products. *J Cereal Sci* 58:216–227.
doi:10.1016/j.jcs.2013.05.010

Gouw VP, Jung J, Zhao Y (2017) Functional properties, bioactive compounds, and in vitro gastrointestinal digestion study of dried fruit pomace powders as functional food ingredients. *LWT - Food Sci Technol*. doi: 10.1016/j.lwt.2017.02.015

Henderson A, Galeano G, Bernal R (1995) *A field guide to the palms of the Americas*. Princeton, Princeton University Press

Hoffmann JF, Barbieri RL, Rombaldi CV, Chaves FC (2014) *Butia* spp. (Arecaceae): An overview. *Sci Hort* 179:122-131. doi:10.1016/j.scienta.2014.08.011

Lorenzi H, Souza HM, Costa JTM, Cerqueira LSC, Ferreira E (2004) *Palmeiras brasileiras e exóticas cultivadas*. Nova Odessa, Instituto Plantarum

Martínez-Cervera S, Salvador A, Muguerza B, Moulay L, Fiszman SM (2011) Cocoa fibre and its application as a fat replacer in chocolate muffins. *LWT - Food Sci Technol* 44:729–736. doi:10.1016/j.lwt.2010.06.035

Martínez-Cervera S, Salvador A, Sanz T (2015) Cellulose ether emulsions as fat replacers in muffins: Rheological, thermal and textural properties. *LWT - Food Sci Technol* 63:1083–1090. doi:10.1016/j.lwt.2015.04.067

Newell GJ, MacFarlane JD (1987) Expanded tables for multiple comparison procedures in the analysis of ranked data. *J Food Sci* 52:1721–1725

O'Shea, N, Arendt EK, Gallagher E (2012) Dietary fibre and phytochemical characteristics of fruit and vegetable by-products and their recent applications as novel ingredients in food products. *Innov Food Sci Emerg Technol* 16:1-10. doi: 10.1016/j.ifset.2012.06.002

Pereira MC, Steffens, RS, Jablonski A, Hertz PF, Rios AO, Vizzotto M, Flôres SH (2013) Characterization, bioactive compounds and antioxidant potential of three Brazilian fruits. *J Food Comp Anal* 29:19-24. doi:10.1016/j.jfca.2012.07.013

Rosa L, Castellani TT, Reis A (1998) *Biologia reprodutiva de Butia capitata (Martius) Beccari var. odorata (Palmae) na restinga do município de Laguna, SC*. *Rev Bras Bot* 21:281–287

Santos SS, Melo DM, Silva LA, Zago TAS, Pontes AR, Pinedo RA (2016) Technological Use of Cassava and Passion Fruit Flours in Preparing Cookies. *J Culinary Sci Technol*. doi: 10.1080/15428052.2016.1204971

Schwartz E, Fachinello JC, Barbieri RL, Silva JB (2010) Avaliação da população de *Butia capitata* de Santa Vitória do Palmar. *Rev Bras Frut* 32:736–745

Zaccari F, Crosa MJ, Irisity M (2012) Evolución de la calidad de frutos de butiá (*Butia capitata*, Mart. Becc.) en almacenamiento refrigerado. Rev lab tecnol Uru 7:31-37

TACO (2011) Tabela brasileira de composição de alimentos. 4rd edn, NEPA – UNICAMP, Campinas

Table 1 Muffin formulations prepared with inclusion of dry jelly palm pulp.

Ingredients (g/100 g flour)	Control	F1	F2	F3
Wheat flour	100	95	90	85
Dry pulp jelly palm	-	5	10	15
Egg	50	50	50	50
Milk	50	50	50	50
Sugar	80	80	80	80
Margarine	25	25	25	25
Baking powder	1.5	1.5	1.5	1.5

Table 2 Chemical composition, physical proprieties and color values of muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp (DJPP).

	DJPP	Control	F1	F2	F3
<i>Chemical composition (g/100 g DM)</i>					
Ash	4.41 ± 0.12	1.78 ± 0.04 ^{b*}	1.75 ± 0.02 ^b	1.79 ± 0.03 ^b	1.92 ± 0.03 ^a
Lipid	15.11 ± 0.88	8.98 ± 0.31 ^b	9.57 ± 0.64 ^{ab}	9.08 ± 0.22 ^b	10.38 ± 0.17 ^a
Protein	2.42 ± 0.29	4.62 ± 0.05 ^a	4.33 ± 0.05 ^b	4.22 ± 0.03 ^b	3.93 ± 0.08 ^b
TDF	37.60 ± 0.31	3.71 ± 0.47 ^c	6.15 ± 0.05 ^b	6.68 ± 0.54 ^{ab}	8.56 ± 0.67 ^a
CARB	40.45	80.90	78.30	78.12	75.22
<i>Physical proprieties</i>					
Hardness (N)	-	1.33 ± 0.16 ^{ns}	1.18 ± 0.23 ^{ns}	0.88 ± 0.00 ^{ns}	1.11 ± 0.16 ^{ns}
Chewiness (N)	-	1.33 ± 0.16 ^{ns}	1.02 ± 0.37 ^{ns}	0.74 ± 0.26 ^{ns}	0.92 ± 0.34 ^{ns}
Resilience	-	0.114 ± 0.002 ^{ns}	0.111 ± 0.006 ^{ns}	0.107 ± 0.006 ^{ns}	0.106 ± 0.002 ^{ns}
Height (cm)	-	6.2 ± 0.1 ^{ns}	6.1 ± 0.2 ^{ns}	6.2 ± 0.1 ^{ns}	6.1 ± 0.1 ^{ns}
Weight loss (g)	-	2.8 ± 0.1 ^{ns}	2.7 ± 0.2 ^{ns}	2.7 ± 0.1 ^{ns}	2.9 ± 0.2 ^{ns}
<i>Color</i>					
L*	-	73.60 ± 0.29 ^a	66.05 ± 0.16 ^b	65.82 ± 0.26 ^b	62.87 ± 0.38 ^c
a*	-	-1.63 ± 0.04 ^d	0.59 ± 0.03 ^c	1.30 ± 0.01 ^b	3.04 ± 0.03 ^a
b*	-	28.06 ± 0.16 ^d	29.58 ± 0.05 ^c	31.07 ± 0.15 ^b	35.11 ± 0.17 ^a
Chroma	-	28.10 ± 0.16 ^d	29.58 ± 0.05 ^c	31.09 ± 0.15 ^b	35.24 ± 0.17 ^a
Hue angle (h°)	-	93.30 ± 0.10 ^a	88.77 ± 0.12 ^b	87.70 ± 0.00 ^c	85.07 ± 0.06 ^d

TDF: Total dietary fiber; CARB: Carbohydrate,

*Means followed by same letters in the line are not statistically different according Tukey test ($p < 0.05$). DJPP not included in the statistic.

^{ns}Means in the line are not statistically different according ANOVA ($p < 0.05$).

Values are expressed as mean ± SD

Table 3 Results of the ranking test for muffin the jelly palm fruit.

Sample	Color				Flavor				Taste				Preference			
	F1	F2	F3	C	F1	F2	F3	C	F1	F2	F3	C	F1	F2	F3	C
Σ	100	161	188	51	100	147	198	55	103	158	189	50	115	134	143	105
F1	-	61	88	49	-	47	98	45	-	55	86	53	-	19 ^{ns}	28	10 ^{ns}
F2	-	-	27	110	-	-	51	92	-	-	31	108	-	-	9 ^{ns}	29
F3	-	-	-	137	-	-	-	143	-	-	-	139	-	-	-	38

ns = Not significant critical difference (5%) = minimum of 24 for the 50 untrained assessor, according to the Newell and MacFarlane tables. Σ = Sum of scores.

Fig 1 Sensory acceptability to consumers of muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp.

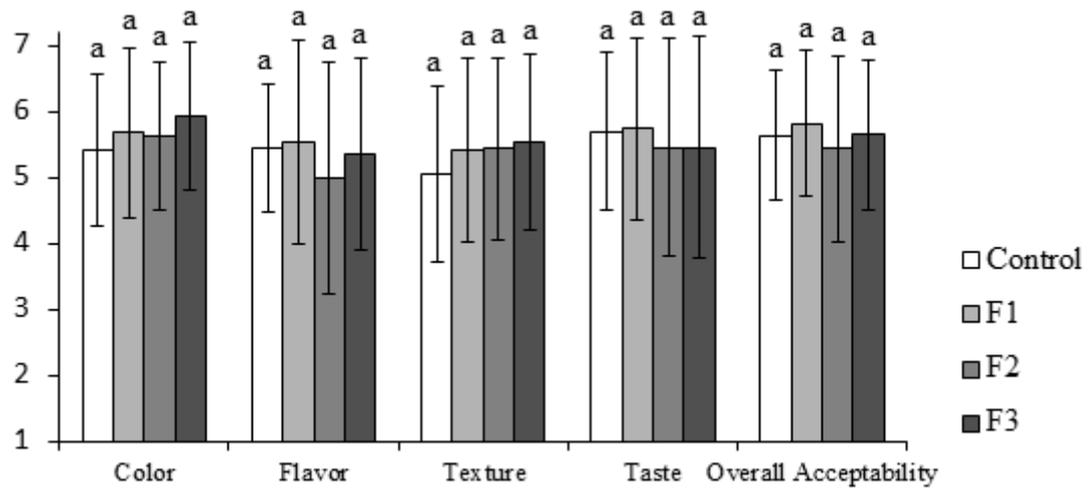


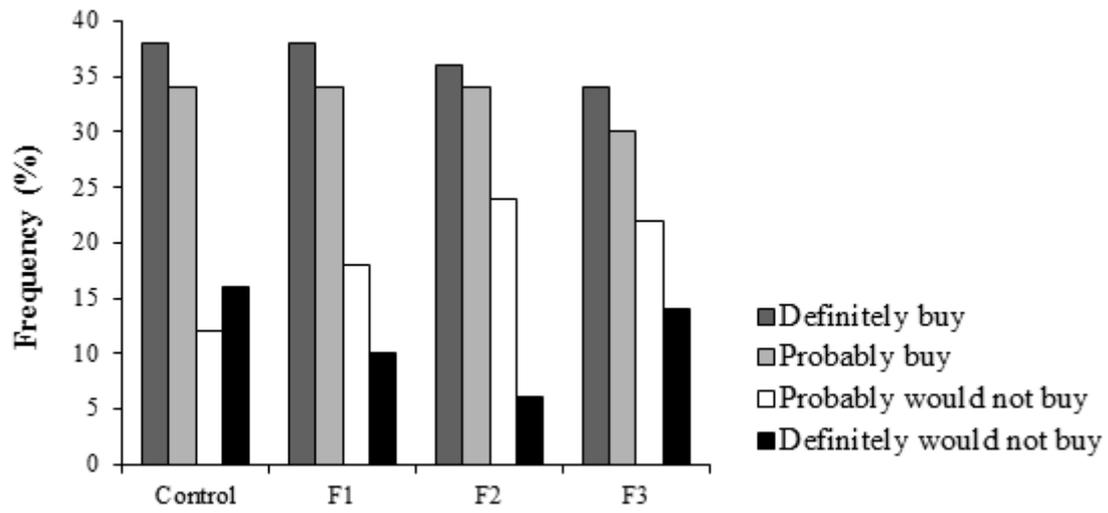
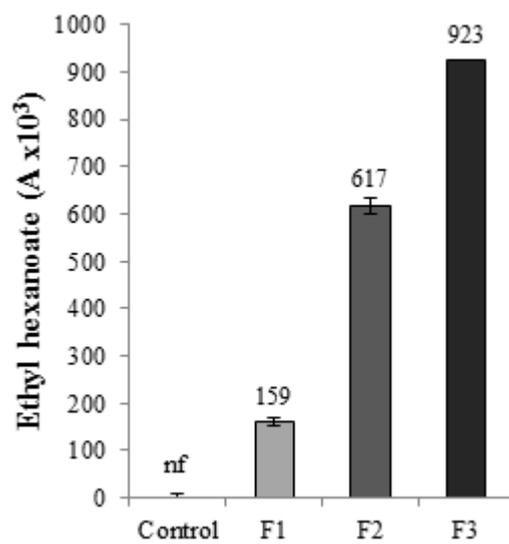
Fig 2 Purchase intent of muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp.

Fig 3 Chromatographic arbitrary area (A) of ethyl hexanoate evaluated in muffins prepared with inclusion of dry jelly palm pulp. *nf = not found



8 DISCUSSÃO GERAL

Os resultados obtidos até o momento abordados nos quatro artigos apresentados nesta tese avaliaram a influência de métodos de secagem de polpa de butiá (*Butia odorata*) empregando ar quente (AQ) e radiação micro-ondas (MO), bem como métodos com pré-tratamento por ultrassom, nas características físico-químicas, qualidade sensorial e composição volátil, além de aplicar a polpa seca na elaboração de *muffins*.

A influência da secagem por ar quente e micro-ondas em diferentes temperaturas (50, 60 e 70 °C) na cinética de secagem e nas características físico-químicas e sensoriais da polpa de butiá foi relatada e discutida no Artigo 1. Os resultados mostraram que a aplicação de radiação micro-ondas aumentou significativamente a taxa de secagem da polpa de butiá quando comparada com a secagem convencional com uso de ar quente, ocasionando uma redução no tempo de processo de até 3 vezes (70 °C). A maior facilidade das micro-ondas em remover água dos alimentos ocorre pelo aumento da pressão interna dos alimentos devido aos fenômenos de aquecimento por rotação de dipolos e migração iônica gerados pela interação da radiação micro-ondas com as moléculas dipolares do alimento (CHANDRASEKARAN et al., 2013; VADIVAMBAL e JAYAS, 2007; ZHANG et al., 2010). O aumento da temperatura de secagem também reduziu consideravelmente o tempo de secagem. Quanto às características físico-químicas, a secagem a 70 °C ocasionou um maior escurecimento da polpa, percebido sensorialmente, em comparação com as polpas secas a 50 e 60 °C por ambas as técnicas. Nas duas técnicas de secagem, as polpas secas a 50 °C apresentaram uma menor alteração de cor na análise instrumental em comparação com a secagem a 60 °C, no entanto, essas alterações não foram percebidas na análise sensorial. Dessa forma, os dados desse primeiro artigo demonstraram que o melhor método de secagem foi o processo com uso de micro-ondas a uma temperatura de 60 °C por apresentar características sensoriais semelhantes à secagem a 50 °C, porém em um tempo significativamente menor.

Devido à eficiência do sistema com micro-ondas em reduzir o tempo de secagem e preservar as características sensoriais da polpa seca de butiá, a mesma amostra de butiá (safra 2014) foi submetida aos mesmos tratamentos para avaliar a influência da técnica e temperatura de secagem na composição volátil da polpa de

butiá ao longo do processo. Os resultados deste estudo foram apresentados no Artigo 2. Os dados demonstraram que os métodos utilizando ar quente apresentaram maior somatório de área em relação ao MO. Foram detectados 56 compostos voláteis na polpa seca de butiá, dos quais 40 compostos apresentaram propriedade odorífera na GC-O. Além destes, vinte e um compostos apresentaram atividade odorífera, porém não foram detectados por GC-FID e GC/MS. No entanto, a maior parte dos compostos significativamente maiores em área na secagem por ar quente não são compostos que contribuem positivamente para o odor característico de butiá. A concentração de hexanoato de etila, considerado na GC-O o composto com maior contribuição odorífera para o odor característico de butiá, não apresentou diferença significativa entre os tratamentos, com exceção do MO a 50 °C que apresentou um menor conteúdo deste éster.

Comparando a análise sensorial das amostras realizada no Artigo 1 com a composição volátil elucidada no Artigo 2 é possível discutir quais compostos exercem maior influência na qualidade sensorial do fruto seco. Quando compararam as polpas secas por ar quente a 50, 60 e 70 °C, os julgadores ordenaram a amostra seca por ar quente a 50 °C como a polpa com menor odor característico de butiá. Essa mesma amostra também foi considerada com menor odor característico de butiá quando comparada com a polpa seca em micro-ondas a 60 °C. Possivelmente, os compostos considerados *off-flavor* pela análise olfatométrica exerceram maior influência sobre as características sensoriais de odor do fruto seco, o que explicaria a depreciação das características sensoriais de odor dessa polpa. A amostra seca por ar quente a 50 °C apresentou as maiores áreas de compostos considerados marcadores de degradação térmica como o 2-propilfurano (queimado) e a acetoína (gordura, pútrido). Tais compostos são formados por reações de escurecimento e degradação de lipídeos promovidas pela degradação térmica ocorrida durante as 14 horas de secagem por este método, o qual necessitou maior tempo de processo entre os demais tratamentos (DENG et al., 2015; GOGUS et al., 2007; PEINADO et al., 2013). Dessa forma, nota-se que uma maior concentração de voláteis totais não sinaliza uma maior qualidade sensorial da polpa seca, devendo-se levar em consideração a abundância desses compostos para avaliar a qualidade do produto.

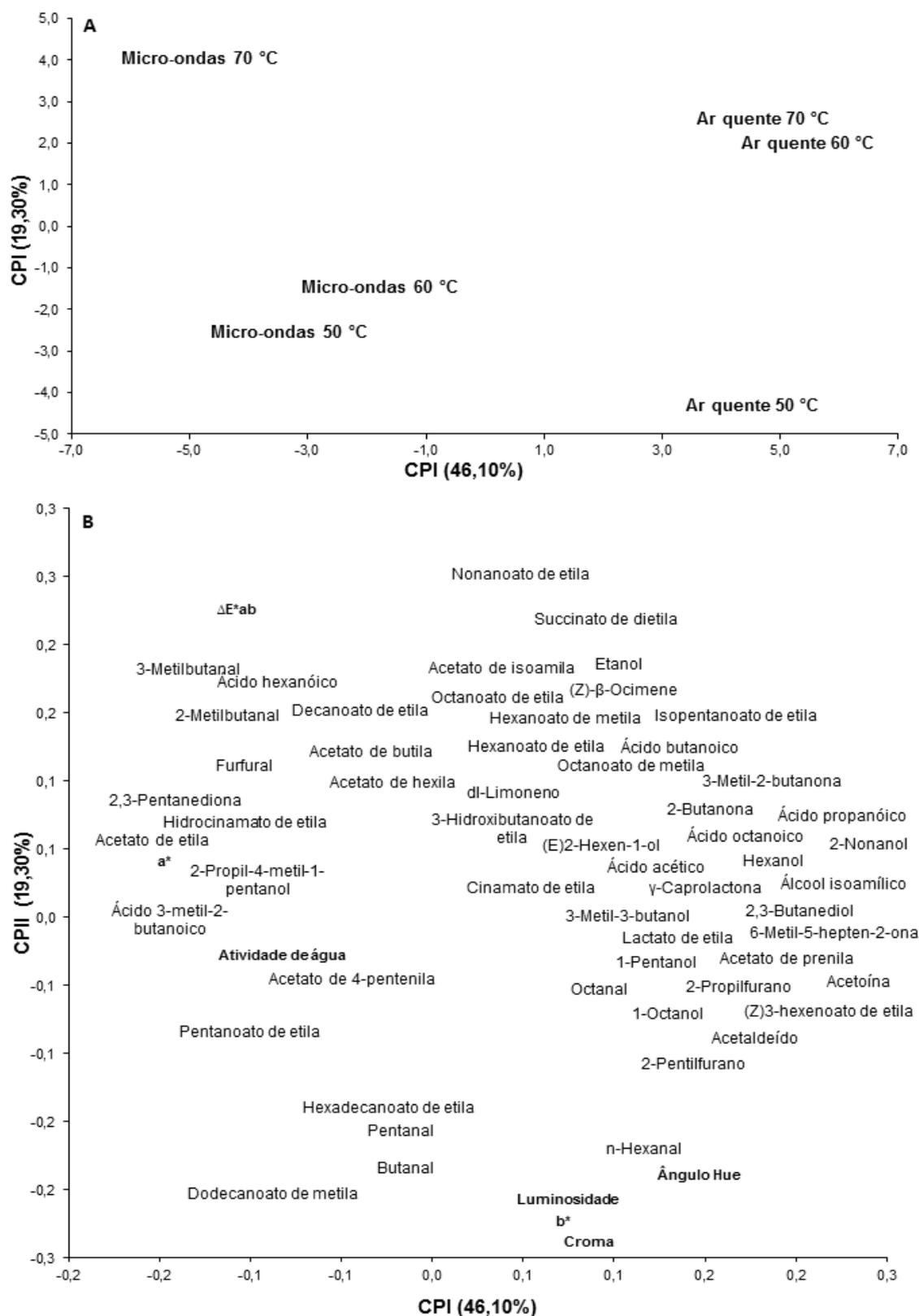
Uma Análise de Componentes Principais (ACP) foi realizada para visualizar a correlação entre as características físico-químicas dos tratamentos (Artigo 1; cor e atividade de água) e a composição volátil (Artigo 2). A matriz de dados consistiu 6

amostras (tratamentos) e 61 variáveis independentes (compostos voláteis e características físico-químicas). Os dados foram autoescalados para cada variável para assumir importância durante a análise. A Figura 3 a e b ilustra os gráficos dos escores (amostras) e pesos (variáveis), respectivamente dos dois primeiros componentes (CP) principais resultantes da ACP, os quais acumularam 65,4% da variância total dos dados. Os gráficos da ACP possibilitaram a separação das amostras quanto a técnica de secagem (CPI) e quanto a temperatura do processo (CPII).

Quanto à técnica de secagem, as amostras secas por ar quente apresentaram menor atividade de água e maior somatório da área total da maior parte dos compostos voláteis determinados, principalmente os seguintes compostos: ácido propanoico (verde), 2-nonanol (verde), 3-butenodiol (doce, medicamento), 1-pentanol (torrado), acetoína (gordura, pútrido), álcool isoamílico, 2-butanona, acetato de prenila, (Z)3-hexenoato de etila e 6-metil-5-hepten-2-ona.

A temperatura de secagem influenciou principalmente a luminosidade da polpa, que foi menor nas secagens em temperaturas de 70 °C. A polpa seca por micro-ondas a 70 °C obteve maior valor de ΔE^*_{ab} ocasionado pelo maior escurecimento da polpa, o qual foi percebido pelos julgadores na análise sensorial. Essa maior alteração de cor teve correlação com o maior conteúdo de compostos voláteis formados por reações de escurecimento como o furfural. O furfural foi descrito com odor de queimado na GC-O, sendo um produto da Reação de Maillard promovida pelo aquecimento dos alimentos (PEINADO et al., 2013). Além do furfural, outros compostos furânicos oriundos de reações de escurecimento foram detectados e identificados (GC/MS) na polpa seca por micro-ondas a 70 °C são eles: hidroximetilfurfural (HMF), 2-2-dihidroxiacetilfurano e álcool benzílico. Estes compostos não foram incluídos na ACP, pois não foi possível determinar sua intensidade no GC-FID.

Figura 3 – Análise de Componente Principal (PCA) das características físico-químicas e dos compostos voláteis na secagem de butiá por diferentes técnicas e temperaturas.



Onde: (A) Tratamentos; (B) Compostos voláteis, atividade de água e parâmetros de cor (Luminosidade, a^* , b^* , Croma e índice relativo de diferença de cor- ΔE^{*ab}).

A realização dos estudos sobre a influência do método de secagem nas características físico-químicas, sensoriais e na composição de volátil da polpa seca de butiá possibilitou a escolha do melhor método de secagem. O método de secagem por micro-ondas a 60 °C foi considerado o mais adequado para a secagem de polpa de butiá por ser o método que necessitou de menor tempo de secagem para originar uma polpa com qualidade sensorial com boa aceitação sensorial. Já que amostras secas a 70 °C obtida por ambas as técnicas apresentaram maior alteração de cor, enquanto as polpas secas a 50 °C apresentaram alteração nos compostos voláteis, principalmente na secagem por ar quente, e necessitaram de um maior tempo de secagem.

Sabendo que o uso de micro-ondas foi eficiente na secagem de butiá, surgiu o interesse de estudar o uso dessas condições associada à outra tecnologia com o objetivo de melhorar a secagem por micro-ondas. Dessa forma, foi estudado o uso de ultrassom como pré-tratamento na secagem de butiá por micro-ondas conforme reportado no Artigo 3. O trabalho testou a aplicação de banho de ultrassom em duas frequências (25 e 45 kHz) por 10 e 20 minutos antes da secagem por micro-ondas. Os resultados demonstraram que o pré-tratamento com ultrassom em todos os tratamentos testados não influenciou o tempo de secagem da polpa de butiá. A amostra controle, que não foi submetida a um pré-tratamento com ultrassom, distinguiu-se dos demais tratamentos com uso de pré-tratamento com ultrassom em relação aos parâmetros de cor e composição volátil. A aplicação de ultrassom aumentou o índice relativo de diferença de cor quando comparado com a polpa seca sem aplicação de ultrassom, demonstrando que o uso de ultrassom aumentou o escurecimento de polpa, no entanto o uso de ultrassom intensificou os parâmetros de cor a^* e b^* . Quanto aos tratamentos, o uso de US 25 kHz por 10 min e US 45 kHz por 20 min obtiveram a menor alteração de cor (menor valor de ΔE^*_{ab}). Foram identificados e quantificados 49 compostos voláteis nas polpas secas de butiá da safra de 2015 avaliadas no Artigo 3, número menor que os compostos detectados na polpa da safra de 2014 analisada no Artigo 2. A composição volátil indicou que a amostra sem aplicação de ultrassom apresentou aumento do composto β -ocimeno e concentração significativamente menor de hexanal, acetato de hexila, lactato de etila, ácido acético, hexanoato de metila, acetato de 4-pentenila. O tratamento com maior somatório total da área dos picos cromatográficos foi o tratamento com US 45

kHz por 10 min, seguido do US 25 kHz por 10 min. O aumento do tempo de sonicação nas duas frequências testadas reduziu o conteúdo total de voláteis, como a área de hexanoato de etila que obteve maior redução na sonicação por 20 min.

Após comparação dos métodos testados, a polpa seca por micro-ondas a 60 °C foi escolhida para ser testada quanto ao seu potencial de uso como ingrediente em produto alimentício. Para isso, foram elaborados e analisados muffins com diferentes níveis de substituição de farinha de trigo por polpa seca de butiá (0, 5, 10 e 15%). Os resultados deste trabalho foram mostrados no Artigo 4, os quais demonstraram que a polpa seca de butiá é um ingrediente adequado para melhorar o valor nutricional de *muffins* sem afetar as propriedades tecnológicas e a aceitabilidade sensorial, além de adicionar odor e sabor característicos de butiá.

9 CONCLUSÃO

Considerando que o menor tempo de secagem e a qualidade sensorial são parâmetros relevantes na avaliação de um método de secagem de polpa de butiá, pode-se constatar as seguintes conclusões:

- A aplicação de radiação micro-ondas aumentou a taxa de secagem reduzindo consideravelmente o tempo de secagem de polpa de butiá em comparação com a secagem por ar quente;
- O aumento da temperatura de secagem reduziu o tempo do processo, porém a qualidade sensorial também foi reduzida nos sistemas de secagem a 70 °C;
- O método de secagem por micro-ondas a 60 °C foi considerado o mais adequado para a secagem de polpa de butiá por ser o método que necessitou menor tempo de secagem para originar uma polpa com qualidade sensorial desejável;
- A determinação do perfil volátil das amostras e a realização da análise olfatométrica possibilitou a elucidação de quais compostos possuem importância odorífera na polpa seca de butiá;
- Durante a secagem ocorre formação de compostos voláteis marcadores de degradação térmica como a acetoína e os furanos furfural e 2-propilfurano;
- A preservação dos ésteres responsáveis pelo odor frutal da polpa de butiá é prejudicada com o aumento do tempo de secagem. Já a temperatura de secagem é a principal responsável pela formação de compostos voláteis considerados *off-flavors*;
- O pré-tratamento com ultrassom na frequência de 25 e 45 kHz por 10 e 20 min não alterou o tempo de secagem da polpa de butiá;
- O uso de pré-tratamento com ultrassom intensifica os parâmetros de cor a^* e b^* ;
- A sonicação por 20 min nas duas frequências testadas reduziu o composto com odor característico de butiá, o hexanoato de etila;
- O produto desenvolvido apresentou potencial de uso em formulações de produtos de panificação por melhorar o valor nutricional de *muffins* sem afetar as propriedades tecnológicas e a aceitabilidade sensorial, além de adicionar odor e sabor característicos de butiá.
- A inclusão de polpa seca de butiá aumentou significativamente o teor de fibra alimentar de *muffins*, os quais puderam ser classificados como um alimento “rico em fibras”;

- A polpa seca de butiá demonstrou ser um ingrediente adequado para melhorar o valor nutricional de *muffins* sem afetar as propriedades tecnológicas e a aceitabilidade sensorial, além de adicionar odor e sabor característicos de butiá.

Dessa forma, conclui-se que métodos utilizando micro-ondas a 60 °C são eficientes para a secagem de polpa de butiá, originando um produto com qualidade sensorial que pode ser utilizado futuramente como ingrediente natural em produtos alimentícios. Adicionalmente, estudos futuros são necessários para avaliar novas metodologias de uso do ultrassom para obter resultados favoráveis na secagem de butiá.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGUIAR, M.C.S. et al. Volatile compounds from fruits of *Butia capitata* at different stages of maturity and storage. **Food Research International**. V.62, p.1095–1099. 2014.
- AMMAR, N. M. et al. Phytochemical and biological studies of *Butia capitata* Becc. Leaves cultivated in Egypt. **Asian Pacific Journal Tropical Biomedicine**, v. 4, p. 456-462, 2014.
- ARSLAN, D.; ÖZCAN, M. M. et al. Dehydration of red bell-pepper (*Capsicum annuum* L.): Change in drying behavior, colour and antioxidant content. **Food and Bioproducts Processing**. v. 89, p. 504–513, 2011.
- ARIKAN, M.F.; AYHAN, Z.; SOYSAL, Y.; ESTURK, O. Drying Characteristics and Quality Parameters of Microwave-Dried Grated Carrots. **Food Bioprocess Technology**, v. 5, p. 3217–3229, 2012.
- ASCARI G. R. et al. Heat and mass transfer in apple cubes in a microwave-assisted fluidized bed drier. **Food and Bioproducts Processing**. v.91, p. 207–215, 2013.
- AZOUBEL, P. M. et al. Effect of ultrasound on banana Pacovan drying kinetics. **Journal of Food Engineering**. v. 97, P. 194–198, 2010.
- AWAD, T.S. et al. Applications of ultrasound in analysis, processing and quality control of food: A review. **Food Research International**. v. 48, p. 410-427, 2012.
- AUGUSTO, F.; VALENTE, A. L. P. Applications of solid-phase microextraction to chemical analysis of live biological samples. **Analytical Chemistry**, v.21, p.428-438, 2002.
- BAIXAULI R, S. T, SALVADOR, A. FISZMAN, S. M. Muffins with resistant starch: Baking performance in relation to the rheological properties of the batter. **Journal of Cereal Science**, v. 47, p. 502–509, 2008.
- BLANK, I. Gas chromatography-olfactometry in food aroma analysis. In: Techniques for analyzing food aroma. Marsili, R., Ed.; Marcel Dekker: New York, p. 293-329, 1996.
- BARBOZA, A. C. R. N. Aquecimento em forno de microondas / desenvolvimento de alguns conceitos fundamentais. **Química Nova**. V. 24, p. 901-904, 2001.
- BENDER A. B, et al. Grape Pomace Skins and the Effects of Its Inclusion in the Technological Properties of Muffins. **Journal of Culinary Science Technology**, v. 5, p.1-15, 2016.
- BESKOW G. T. et al. Bioactive and yield potential of jelly palms (*Butia odorata* Barb. Rodr.). **Food Chem**, V172, p. 699-704, 2015.

BERNARDI, G. et al. Jelly Palm (*Butia odorata*) Wine: Characterization of Volatile Compounds Responsible for Aroma. **Food Analytical Methods**. v.7, p.10 - , 2014.

BÜTTOW, M. et al. Conhecimento tradicional associado ao uso de butiás (*Butia* spp., *Areaceae*) no sul do Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v.31, n.4, p.1069-1075, 2009.

CALIN-SANCHEZ, A. et al. Effects of vacuum level and microwave power on rosemary volatile composition during vacuum–microwave drying. **Journal of Food Engineering**. V. 103, p. 219–227, 2011.

CELESTINO, S. M. C. **Princípios de secagem de alimentos**. Planaltina, Documentos/ Embrapa Cerrados, ISSN on line 2176-5081:276, 51p, 2010.

CHANDRASEKARAN, S.; RAMANATHAN, S.; BASAK, T. Microwave food processing - A review. **Food Research International**, v. 52, p. 243-261, 2013.

CHIN, S. T.; NAZIMAH, S. A. H.; QUEK, S. Y.; MAN, Y. B. C.; RAHMAN, R. A.; HASHIM, D. M. Changes of volatiles attribute in durian pulp during freeze- and spray-drying process. **LWT - Food Science and Technology**, v. 41, p. 1899-1905, 2008.

CHONG, C. H. et al. Colour, phenolic content and antioxidant capacity of some fruits dehydrated by a combination of different methods. **Food Chemistry**. v. 141, p. 3889–3896, 2013.

CONTRERAS, C. et al. Influence of microwave application on convective drying: Effects on drying kinetics, and optical and mechanical properties of apple and strawberry. **Journal of Food Engineering**. v. 88, p. 55–64, 2008.

CRUXEN C. E. S. et al. Probiotic butia (*Butia odorata*) ice cream: development, characterization, stability of bioactive compounds, and viability of *Bifidobacterium lactis* during storage. **LWT - Food Science and Technology**, v. 75, p. 379-385, 2017.

CUCCURULLO, G. et al. Infrared thermography assisted control for apples microwave drying. **Journal of Food Engineering**. V. 112, p. 319–325, 2012.

DAL MAGRO, N.G. et al. Comparação físico-química de frutos congelados de *Butiá eriospatha* (mart.) becc. do Paraná e Santa Catarina – Brasil. **Revista Varia Scientia**, v. 06, n. 11, p. 33-42, 2006.

DAMIANI, C. et al. Volatile compounds profile of fresh-cut peki fruit stored under different temperatures. **Ciência e Tecnologia dos Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 2, p. 435-439, abr.-jun, 2009.

DENARDIN, C. C. et al. Antioxidant capacity and bioactive compounds of four Brazilian native fruits. **Journal of food and drug analysis**, v. 23, p. 387-398, 2015.

DENG, Y. t al. Effect of Different Drying Methods on the Myosin Structure, Amino Acid Composition, Protein Digestibility and Volatile Profile of Squid Fillets. **Food Chemistry**, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.002>

DING, S. H. et al. Effect of drying methods on volatiles of Chinese ginger (*Zingiber officinale* Roscoe). **Food and Bioproducts Processing**. v. 9 0, p. 515–524, 2012.

^bFARIA, J.V. et al. Caracterização da polpa do coquinho-azedo (*Butia capitata* var *capitata*). **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v.30, n.3, p.827-829. 2008.

^aFARIA, J. P. et al. Caracterização química da amêndoa de coquinho-azedo (*Butia capitata* var *capitata*). **Revista Brasileira de Fruticultura**. Jaboticabal - SP, v. 30, n. 2, p. 549-552. 2008.

FERNANDES, F.A.N. et al. Use of ultrasound for dehydration of papayas. **Food bioprocess Technology**, v. 1, p. 339–345, 2008.

FERNANDES, F. A. N.; RODRIGUES, S. Ultrasound as pre-treatment for drying of fruits: Dehydration of banana. **Journal of Food Engineering**, v. 82, p. 261–267, 2007.

FELLOWS, P.J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**. 2. Ed, Porto Alegre, Artmed, 322f, 2006.

FERRÃO, T.S. **Compostos voláteis e parâmetros de qualidade de frutos de diferentes genótipos de *Butia odorata***. 2012. 91f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria.

FERRÃO, T. S. et al. Evaluation of composition and quality parameters of jelly palm (*Butia odorata*) fruits from different regions of Southern Brazil. **Food Research International**, v. 54, p. 57–62, 2013.

FOSCHIA, M.; PERESSINI, D.; SENSIDONI A, B. C. H.The effects of dietary fibre addition on the quality of common cereal products. **Journal of Cereal Science**, v. 58, p. 216–227, 2013.

FUENTE-BLANCO, S.L; SARABIA, E.R.F.; ACOSTA-APARICIO, V.M. et al. Drying process by power ultrasound. **Ultrasonics**,v. 44, p. 523–e527, 2006.

FRANCO, M. R. B.; JANZANTTI, N. S. Avanços na metodologia instrumental da pesquisa do sabor. In: FRANCO, M. R. B. **Aroma e sabor de alimentos: temas atuais**. São Paulo: Livraria Varela, 2004, p. 17-28.

GÖĞÜŞ, F.; ÖZEL, M. Z.; LEWIS, A. C. The effect of various drying techniques on apricot volatiles analysed using direct thermal desorption-GC–TOF/MS. **Talanta**, v. 73, p. 321–325, 2007.

HENDERSON A. et al. **A field guide to the palms of the Americas**. Princenton: Princeton University Press, 1995, 363p.

^bHOFFMANN, J. F. et al. *Butia* spp. (Arecaceae) LC-MS-based metabolomics for species and geographical origin discrimination. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2017. doi:10.1021/acs.jafc.6b03203

^aHOFFMANN, J. F. et al. Stability of bioactive compounds in butiá (*Butia odorata*) fruit pulp and nectar, **Food Chemistry**, 2017. doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.154

HOFFMANN, J. F. et al. *Butia* spp. (Arecaceae): An overview. **Scientia Horticulturae**, v. 179, p. 122-131, 2014.

HUANG, L. L. et al. Influence of combination drying methods on composition, texture, aroma and microstructure of apple slices. **LWT - Food Science and Technology**. v. 47, p. 183-188, 2012.

IBRAF - INSTITUTO BRASILEIRO DE FRUTICULTURA. **Comparativo das Exportações Brasileiras de Frutas Frescas 2008**. Disponível em: <http://www.ibraf.org.br/estatisticas/Exportação/ComparativoExportacoesBrasileiras2008-2007.pdf>. Acessado em 10 de março de 2015.

IBRAF – INSTITUTO BRASILEIRO DE FRUTICULTURA. Disponível em: www.ibraf.gov.br. Acessado em 15 de julho de 2016.

JANZANTTI, N. S.; FRANCO, M. R. B.; WOSIACKI, G. Efeito do processamento na composição de voláteis de suco clarificado de maçã Fuji. **Ciência e Tecnologia de Alimentos. Campinas**, v. 23, n. 3, p. 523-528, set/dez,2003.

JIANG, H.; ZHANG, M.; MUJUMDAR, A.S. Microwave Freeze-Drying Characteristics of Banana Crisps. **Drying Technology**. v. 28, p. 1377–1384, 2010.

KEAST, D.R.; O'NEIL, C.E.; JONES, J.M. Dried fruit consumption is associated with improved diet quality and reduced obesity in US adults: National Health and Nutrition Examination Survey, 1999-2004. **Nutrition Research**. v. 31, p. 460–467, 2011.

KOMES, D. et al. Content of saccharides, antioxidant and sensory properties of pear cultivar “Abate Fetel” affected by ultrasound pre-treatment and air drying duration. **Journal of Food and Nutrition Research**, v. 52,p. 239–250, 2013.

KUMAR, C. et al. Intermittent drying of food products: A critical review. **Journal of Food Engineering**. v. 121, p. 48–57, 2014.

LI, Z. et al. Drying rate control in the middle stage of microwave drying. **Journal of food engineering**. v. 104, p. 234-238, 2011.

LORENZI, H. et al. **Palmeiras brasileiras e exóticas cultivadas**. Nova Odessa: Instituto Plantarum, 2004.

MANICKAVASAGAN, A. et al. Disinfestation of stored dates using microwave energy. **Journal of Stored Products Research**. V. 55, p. 1-5, 2013.

MARQUES, L. G.; SILVEIRA, A. M.; FREIRE, J. T. Freeze-drying characteristics of tropical fruits. **Drying technology**. v. 24, n. 1, p. 457-463. 2006.

MARTÍNEZ-CERVERA, S. et al Cocoa fibre and its application as a fat replacer in chocolate muffins. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, p. 729–736, 2011.

MARTÍNEZ-CERVERA, S.; SALVADOR, A.; SANZ, T. Cellulose ether emulsions as fat replacers in muffins: Rheological, thermal and textural properties. **LWT - Food Science and Technology**, v. 63, p. 1083–1090, 2015.

MATHIBE, K.J.; ZHANG, M.; NSOR-ATINDANA, J.; WANG, Y. Use of Ultrasound Pretreatment in Drying of Fruits: Drying Rates, Quality Attributes, and Shelf Life Extension. **Drying Technology**. v. 29, p. 1611–1621, 2011.

MOTEVALI, A. et al. Comparison of energy parameters in various dryers. **Energy Conversion and Management**. v. 87, p. 711–725, 2014.

NGUYEN, L. T. et al. Exploring the heating patterns of multiphase foods in a continuous flow, simultaneous microwave and ohmic combination heater. **Journal of Food Engineering**. v. 116, p.65–71, 2013.

ORSAT, V. et al. Microwave-assisted drying of biomaterials. **Food and Bioproducts Processing**. v.85(C3), p. 255–263, 2007.

PEINADO I. et al. Influence of processing on the volatile profile of strawberry spreads made with isomaltulose. **Food Chemistry**, v. 138, p. 621–629, 2013.

PEREIRA, B. Processamento agrega valor. **Frutas e Derivados**. Ed 3^a, p.19-26, 2006.

PEREIRA, N. R. et al. Effect of microwave power, air velocity and temperature on the final drying of osmotically dehydrated bananas. **Journal of Food Engineering**. V.81, p.79–87. 2007.

PEREIRA, M. C. et al. Characterization, bioactive compounds and antioxidant potential of three Brazilian fruits. **Journal of Food Composition and Analysis**. V. 29, p.19–24. 2013.

PINGRET, D. et al. Degradation of Edible Oil during Food Processing by Ultrasound: Electron Paramagnetic Resonance, Physicochemical, and Sensory Appreciation. **J. Agricultural and Food Chemistry**, v. 60, p. 7761–7768, 2012.

RATTI, C. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review. **Journal os Food Engineering**. v.40, p.311-319. 2001.

RIBEIRO C. R. **Tomates semi desidratados obtidos por secagem micro-ondas convectiva precedida por desidratação osmótica**. 2013. 92f. Dissertação (Mestrado) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, Universidade Federal de Lavras.

ROMERO, C. A.; YÉPEZ, D. V. Ultrasound as pretreatment to convective drying of Andean blackberry (*Rubus glaucus* Benth). **Ultrasonics Sonochemistry**. v.22, P.205–210. 2015.

ROSA, L.; CASTELLANI, T. T., REIS, A. Biologia reprodutiva de *Butia capitata* (Martius) Beccari var. *odorata* (Palmae) na restinga do município de Laguna, SC. **Revista Brasileira de Botânica**. São Paulo, v. 21, n. 3, p.281-287. 1998.

ROSSATO, M. BARBIERI, R.L.; SCHÄFER, A.; ZACARIA, J. Caracterização molecular de populações de palmeiras do gênero *Butia* do Rio Grande do Sul através de marcadores ISSR. **Magistra**, Cruz das Almas-BA, v. 19, n. 4, p. 311-318. 2007.

SANSEVERINO, A. M. Microondas em síntese orgânica. **Química Nova**. V. 25, p. 660-667, 2002.

SCHWARTZ, E. et al. Avaliação da população de *Butia capitata* de Santa Vitória do Palmar. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v. 32, n. 3, p. 736-745, set, 2010.

SCHÖSSLER, K.; JÄGER, H.; KNORR, D. Effect of continuous and intermittent ultrasound on drying time and effective diffusivity during convective drying of apple and red bell pepper. **Journal of Food Engineering**. V. 108, p. 103–110, 2012.

SIMUNEK, M. et al. Ultrasound Treatment of Apple Juice and Nectar. **Food Technol. Biotechnol.**, v. 51, n. 1, p. 101–111, 2013.

SORIA, A. C.; VILLAMIEL, M. **Trends in Food Science & Technology**. v. 21, p. 323-331, 2010.

SOUZA GALVÃO, M. et al., Volatile compounds and descriptive odor attributes in umbu (*Spondias tuberosa*) fruits during maturation. **Food Research International**., 2011. doi:[10.1016/j.foodres.2011.01.020](https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.01.020)

SUNG, H. J.; KANG, D. H. Effect of a 915 MHz microwave system on inactivation of *Escherichia coli* O157:H7, *Salmonella* Typhimurium, and *Listeria monocytogenes* in salsa. **LWT - Food Science and Technology**. V. 59, p. 754-759, 2014.

VADIVAMBAL, R.; JAYAS, D. S. Changes in quality of microwave-treated agricultural. **Biosystems Engineering**. V. 98, p. 1-16, 2007.

VITTI, A. Exportações avançam. **Revista Hortifruti Brasil**. v.63. p.6-7. 2007.

ZACCARI, F.; CROSA, M. J.; IRISITY, M. Evolución de la calidad de frutos de butiá (*Butia 466 capitata*, Mart. Becc.) en almacenamiento refrigerado. **Revista del laboratorio tecnológico del Uruguay**, v. 7, p. 31-37, 2012.

ZHANG, M. et al. Trends in microwave related drying of fruits and vegetables. **Trends in Food Science & Technology**. v. 17, p. 524-534, 2006.

ZHANG, M.; JIANG, H.; LIM., R. Recent Developments in Microwave-Assisted Drying of Vegetables, Fruits, and Aquatic Products - Drying Kinetics and Quality Considerations. **Drying Technology**. v. 28, p. 1307–1316, 2010.

ZIELINSKA, M. et al. A multi-stage combined heat pump and microwave vacuum drying of green peãs. **Journal of Food Engineering**. V. 115, p. 347–356, 2013.

ZIELINSKA, M. et al. Freezing/thawing and microwave-assisted drying of blueberries (*Vaccinium corymbosum* L.). **LWT - Food Science and Technology**. v. xx, p.1-9, 2014. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2014.08.002>.

WARDENCKI, W., PLUTOWSKA, B. Application of gas chromatography-olfactometry in analysis and quality assessment of alcoholic beverages – A review. **Food Chemistry**. v. 107.p. 449-463, 2008.