

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

PAULO SERGIO SANTOS JUNIOR

**SECAGEM DE FOLHAS DE AROEIRA (*Schinus terebinthifolius* RADDI.)  
COM AQUECIMENTO POR MICRO-ONDAS: AVALIAÇÃO DA RETENÇÃO DE  
COR E QUALIDADE DOS EXTRATOS ETANÓLICOS**

São Carlos – SP  
2023

PAULO SERGIO SANTOS JUNIOR

**SECAGEM DE FOLHAS DE AROEIRA (*Schinus terebinthifolius* RADDI.)  
COM AQUECIMENTO POR MICRO-ONDAS: AVALIAÇÃO DA RETENÇÃO DE  
COR E QUALIDADE DOS EXTRATOS ETANÓLICOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos, Campus São Carlos – SP, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química na área de Desenvolvimento de Processos Químicos.

**Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dra<sup>a</sup>. Maria do Carmo  
Ferreira**

São Carlos – SP  
2023



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química

---

**Folha de Aprovação**

---

Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Paulo Sérgio Santos Júnior, realizada em 08/03/2023.

**Comissão Julgadora:**

Profa. Dra. Maria do Carmo Ferreira (UFSCar)

Profa. Dra. Audirene Amorim Santana (UFMA)

Prof. Dr. Jose Teixeira Freire (UFSCar)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

*Dedico este trabalho a Deus e a toda  
minha família, em especial a minha avó  
Maria dos Santos e a minha mãe Júlia  
Andrade, por tudo que representam para  
mim.*

*“Não fui eu que ordenei a você? Seja forte e corajoso! Não se apavore nem desanime, pois o Senhor, o seu Deus, estará com você por onde você andar”.*

Josué 1:9

## AGRADECIMENTOS

Quão grande é o meu Deus, cantarei quão grande é o meu Deus, e todos verão quão grande é o meu Deus. Agradeço a Deus por ser a rocha e âncora da minha vida. Obrigado pela tua fidelidade, bondade e misericórdia. Toda honra e glória seja dada a Ele!

A minha avó Maria dos Santos e a minha mãe Júlia Andrade pela excelente criação que me deram, para que eu pudesse me tornar um homem de caráter. Obrigado pelo amor incondicional de vocês, por apoiarem os meus sonhos e acreditarem no meu potencial.

As minhas irmãs, Tamirys Santos e Kayllanny Fernanda pela amizade, companheirismo e apoio. Sempre estaremos juntos!

Aos meus amigos, Éverton Holanda, Nilton Mafra e Aline Medeiro que embarcaram comigo nessa grande aventura de fazer mestrado na UFSCar, vocês foram minha família em São Carlos e que felicidade é compartilhar a vida ao lado de vocês!

Aos meus amigos de São Luís – MA, em especial ao Arlyndo Neto, Gilvana Aragão, Keice Araújo, Paulyenne Meneses e Raquel Cristina por sempre me incentivarem e apoiarem, vocês são muito especiais para mim.

A minha orientadora, Profa. Dra. Maria do Carmo Ferreira pelo apoio, dedicação e paciência. Você é uma inspiração pela sua competência e excelência como profissional. Obrigado por acreditar no potencial do meu trabalho!

Ao Prof Dr. José Freire pelas suas contribuições para melhoria deste trabalho. Muito obrigado por todo apoio e pelos conselhos!

Ao Prof Dr. Gustavo Maia por ter participado da banca de qualificação e ter contribuído com sugestões que agregaram para esta dissertação.

A Profa. Dra. Audirene Amorim por aceitar o convite em participar da banca de defesa deste trabalho. Fico imensamente feliz por dividir mais esse momento da minha trajetória acadêmica com uma pessoa tão dedicada à ciência e aos seus alunos.

A Profa. Dra. Jaciene Cardoso, minha primeira orientadora de iniciação científica, por ter sido uma grande influência para mim. Obrigado pela sua amizade, carinho e generosidade!

Aos colegas do Centro de Secagem por todo apoio, companheirismo e alegrias vividas! Ao técnico Edilson Milaré por todo auxílio prestado na realização dos experimentos.

Ao PPGEQ/UFSCar e a CAPES, pela oportunidade e suporte financeiro disponibilizado para a realização deste trabalho.

A todos o meu muito obrigado!

## RESUMO

Neste trabalho foi avaliada a secagem de folhas de aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) com aquecimento por micro-ondas visando a redução de umidade, retenção de cor e concentração de clorofila, bem como a preservação dos compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA) em extratos obtidos a partir das folhas secas. Inicialmente as folhas foram caracterizadas quanto às suas propriedades morfológicas e físicas. Os ensaios de secagem foram realizados em micro-ondas White-Westinghouse, modelo EM 3500B, com potências específicas variando de 0,56 W/g a 4,35 W/g. Para averiguar as condições de secagem realizou-se um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR)  $2^2$  com 4 ensaios nas condições axiais e 3 repetições no ponto central, totalizando 11 ensaios. A intensidade de cor foi determinada pelo método colorimétrico do sistema de cores CIE  $L^*a^*b^*$ . Os compostos bioativos foram extraídos por maceração em extratos etanólicos durante 7 dias. A concentração de compostos fenólicos totais (CFT) foi avaliada pelo método Folin-Ciocalteu que quantifica os fenóis presentes nas amostras de extratos vegetais. A determinação da atividade antioxidante (AA) foi realizada pelo método DPPH que mede a atividade de eliminação de radicais. Por meio da análise dos coeficientes de regressão múltipla foram avaliados os efeitos da potência específica e tempo de secagem nos parâmetros de qualidade: umidade final, CFT e AA e consumo energético efetivo. Foi observado que o aumento da potência aplicada reduziu os tempos de secagem pois a taxa de aquecimento aumenta para maiores potências de irradiação. Pela análise estatística, a potência e o tempo de secagem possuem efeitos significativos nas respostas umidade final, teor de CFT, AA e consumo energético efetivo. Os parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E^*$  não apresentaram diferenças significativas com o aumento da potência e tempo de secagem. Também não foram observadas diferenças estatisticamente significativas nas concentrações de clorofila das folhas secas, independente da potência aplicada e tempo de secagem. Com base nas superfícies de resposta geradas a partir dos modelos de regressão, foi efetuado um procedimento de otimização baseado na função desejabilidade para identificar a condição de operação que resultaria em maior preservação dos compostos bioativos e menor consumo energético efetivo, tendo sido identificado que a condição ótima de secagem seria obtida na potência de 1,5 W/g e tempo de 275 min.

**Palavras-chave:** Aquecimento volumétrico. Razão de umidade. Compostos Bioativos. Extratos etanólicos. Fitoterápicos.

## ABSTRACT

In this study, the drying of aroeira leaves (*Schinus terebinthifolius* Raddi) with microwave heating was evaluated in order to reduce moisture, color retention and chlorophyll concentration, as well as preserving total phenolic compounds (TPC) and antioxidant activity (AA) in the dried leaf extracts. The leaves were first characterized for their morphological and physical properties. Drying tests were performed in a White-Westinghouse microwave, model EM 3500B, with specific powers ranging from 0.56 W/g to 4.35 W/g. To verify the drying conditions, a Central Rotational Composite Design (CCRD) 22 was performed with 4 tests under axial conditions and 3 repetitions at the central point, totaling 11 tests. The color intensity was determined by the colorimetric method based on the CIE  $L^*a^*b^*$  color system. The bioactive compounds were extracted through maceration in ethanol for 7 days. The concentration of total phenolic compounds (TPC) was determined evaluated by the Folin-Ciocalteu method and antioxidant activity was determined by the DPPH method. Through the analysis of multiple regression coefficients, the effects of specific power and drying time on quality parameters final moisture, TPC, AA, and effective energy consumption. The results showed that higher power levels reduced drying times as they resulted in higher heating rates. Statistical analysis showed that the power and drying time have significant effects on the responses final moisture, TPC content, AA and effective energy consumption. Based on by the Tukey test the color parameters  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  and  $\Delta E^*$  showed no significant differences as applied power and drying timewere increased. There was no statistically significant differences in the chlorophyll contents of dried leaves, regardless of the applied power and drying time. Based on the response surfaces generated by the regression models, an optimization procedure was performed based on the desirability function to identify the operating condition that would best preserve the bioactive compounds with lower effective energy consumption. It was identified that the optimum drying condition would be obtained at the power of 1.5 W/g and time of 275 min.

**Keywords:** Volumetric heating. Moisture radio. Bioactive compounds. Ethanol extracts. Phytotherapy.

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 3. 1. Vegetação típica do Cerrado .....   | 19 |
| Figura 3. 2. Árvore de <i>Schinus terebinthifolius</i> R. ....   | 20 |
| Figura 3. 3. Folhas e frutos de aroeira ( <i>Schinus terebinthifolius</i> R.).....   | 21 |
| Figura 3. 4. Representação da resposta molecular a um campo eletromagnético (a) moléculas alinhadas ao campo elétrico; (b) desordem induzida quando o campo elétrico é alterado..... | 24 |
| Figura 3. 5. Funcionamento de um forno de micro-ondas.....   | 26 |
| Figura 3. 6. Espaço de cor CIE $L^*a^*b^*$ .....   | 30 |
| Figura 4. 1. Ramos com folhas de aroeira.....  | 39 |
| Figura 4. 2. Pontos de medidas dos Diâmetros máximo (Dmáx), mínimo (Dmin) e médio (Dm).<br>.....   | 40 |
| Figura 4. 3. Ilustração dos pontos aferidos para medida da espessura das folhas de aroeira. .  | 40 |
| Figura 4. 4. Secador micro-ondas doméstico White-Whestinghouse.....  | 43 |
| Figura 4. 5. Amostras de folhas de aroeira dispostas em bandeja de plástico para secagem em micro-ondas .....  | 44 |
| Figura 4. 6. Pontos aferidos na superfície foliar para avaliação da cor.....   | 45 |
| Figura 4. 7. Procedimento de preparação dos extratos vegetais .....  | 46 |
| Figura 5. 1. Energia absorvida em função da potência aplicada.....   | 53 |
| Figura 5. 2. Adimensional de umidade em função do tempo para os ensaios com diferentes potências. ....   | 54 |
| Figura 5. 3. Taxa de secagem em função da umidade adimensional para secagem das folhas de aroeira em diferentes potências. ....  | 56 |
| Figura 5. 4. Temperatura das folhas de aroeira em função da umidade. ....  | 57 |
| Figura 5. 5. Diagrama de Pareto para umidade final .....   | 60 |
| Figura 5. 6. Valores de umidade final (% em b.u.) preditos do modelo versus valores experimentais.....   | 62 |
| Figura 5. 7. Superfície de resposta da umidade em função da potência e tempo de secagem no secador micro-ondas. ....   | 62 |
| Figura 5. 8. Curva de contorno da umidade em função da potência e do tempo de secagem no secador de micro-ondas. ....  | 63 |
| Figura 5. 9. Diagrama de Pareto para o CFT.....  | 65 |
| Figura 5. 10. Valores de CFT preditos pelo modelo versus valores experimentais. ....   | 67 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 5. 11. Superfície de resposta para o CFT. ....   | 67 |
| Figura 5. 12. Curva de contorno para o CFT.....   | 68 |
| Figura 5. 13. Diagrama de Pareto para atividade antioxidante (AA). ....   | 70 |
| Figura 5. 14. Valores de AA preditos pelo modelo versus valores experimentais.....  | 71 |
| Figura 5. 15. Superfície de resposta para atividade antioxidante .....  | 72 |
| Figura 5. 16. Curva de contorno para atividade antioxidante.....  | 72 |
| Figura 5. 17. Valores do parâmetro $L^*$ para as folhas in natura e secas para o planejamento experimental. ....  | 75 |
| Figura 5. 18. Valores do parâmetro $a^*$ para as folhas in natura e secas para o planejamento experimental. ....  | 76 |
| Figura 5. 19. Valores do parâmetro $b^*$ para as folhas in natura e secas para o planejamento experimental. ....  | 77 |
| Figura 5. 20. Valores do parâmetro $\Delta E^*$ para as folhas secas. ....  | 78 |
| Figura 5. 21. Amostras de folhas de aroeira após secagem, ensaios (a) folhas de aroeira in natura, (b) Ensaio ECS3 [ $\Delta E^*=4,00$ ], (c) Ensaio ECS5 [ $\Delta E^*=4,01$ ], (d) Ensaio ECS6 [ $\Delta E^*=4,10$ ], (e) Ensaio ECS7 [ $\Delta E^*=3,50$ ] e (f) Ensaio ECS8 [ $\Delta E^*=3,84$ ]. .... | 79 |
| Figura 5. 22. Diagrama de Pareto para a retenção de cor. ....   | 81 |
| Figura 5. 23. Clorofila a e b das folhas de aroeira secas e in natura .....   | 83 |
| Figura 5. 24. Clorofilas totais das folhas de aroeira secas e in natura. ....   | 84 |
| Figura 5. 25. Diagrama de Pareto para clorofilas totais .....   | 85 |
| Figura 5. 26. Diagrama de Pareto para o consumo efetivo de energia .....  | 87 |
| Figura 5. 27. Superfície de resposta para o consumo efetivo energético .....  | 89 |
| Figura 5. 28. Curva de contorno para o consumo efetivo de energia. ....   | 89 |
| Figura 5. 29. Consumo energético específico em função da umidade final (b.u%) .....   | 90 |
| Figura 5. 30. Resultados da otimização por função desejabilidade.....   | 92 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 3. 1. Propriedades biológicas e farmacológicas da aroeira.....   | 22 |
| Tabela 4. 1. Variáveis independentes e níveis do planejamento DCCR 2 <sup>2</sup> .....   | 49 |
| Tabela 5. 1. Propriedades morfológicas e físico-químicas das folhas de aroeira in natura.....   | 51 |
| Tabela 5. 2. Potências utilizadas nos ensaios iniciais de secagem via micro-ondas .....   | 53 |
| Tabela 5. 3. Resultados do planejamento fatorial para a umidade final (b.u %).....  | 58 |
| Tabela 5. 4. Significância dos coeficientes de regressão para umidade final de secagem do secador micro-ondas (R <sup>2</sup> =93,94%).....                         | 59 |
| Tabela 5. 5. Coeficientes de regressão estatisticamente significativos para umidade final no secador micro-ondas (R <sup>2</sup> =88,83%).....                      | 60 |
| Tabela 5. 6. Efeitos da potência e tempo de secagem na concentração de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante dos extratos das folhas de aroeira. .... | 64 |
| Tabela 5. 7. Significância dos coeficientes de regressão para o teor de compostos fenólicos totais (CFT) (R <sup>2</sup> =97,14%) .....                             | 65 |
| Tabela 5. 8. Coeficientes de regressão significativos das variáveis independentes nos CFT (R <sup>2</sup> =95,54%).....   | 66 |
| Tabela 5. 9. Significância dos coeficientes de regressão das variáveis independentes na AA (R <sup>2</sup> =84,75%).....  | 69 |
| Tabela 5. 10. Coeficientes de regressão significantes na AA (R <sup>2</sup> =80,04%) .....  | 71 |
| Tabela 5. 11. Parâmetros cromáticos para os ensaios do planejamento fatorial .....  | 74 |
| Tabela 5. 12. Significância dos coeficientes de regressão para a retenção de cor ( $\Delta E^*$ ) (R <sup>2</sup> =37,60%).....                                     | 81 |
| Tabela 5. 13. ANOVA para retenção de cor.....   | 82 |
| Tabela 5. 14. Concentração de clorilas a, b, e total obtidos nos experimentos do planejamento experimental. ....  | 82 |
| Tabela 5. 15. Significância dos coeficientes de regressão para a clorofila total (R <sup>2</sup> =73,42%).....  | 85 |
| Tabela 5. 16. ANOVA para clorofilas totais. ....  | 86 |
| Tabela 5. 17. Consumo efetivo de energia para os ensaios do planejamento fatorial. ....   | 86 |
| Tabela 5. 18. Significância dos coeficientes de regressão para o consumo efetivo de energia (R <sup>2</sup> = 99,98%) .....   | 87 |
| Tabela 5. 19. Coeficientes de regressão significativos para o consumo efetivo de energia....  | 88 |
| Tabela 5. 20. Parâmetros utilizados na otimização das variáveis respostas. ....   | 91 |

## NOMECLATURA

|                                   |   |
|-----------------------------------|---|
| <b>A<sub>0</sub></b>              | Absorbância da amostra  |
| <b>A<sub>1</sub></b>              | Absorbância da solução  |
| <b>AA</b>                         | Atividade antioxidante (% de inibição de oxidação)                    |
| <b>CFT</b>                        | Compostos fenólicos totais  |
| <b>DPPH</b>                       | Absorbância da solução de DPPH  |
| <b>OMS</b>                        | Organização Mundial da Saúde  |
| <b>SUS</b>                        | Sistema Único de Saúde  |
| <b>EAG</b>                        | Equivalente a ácido gálico  |
| <b>a*</b>                         | Parâmetro cromático na escala de cores CIE L*a*b* (verde ao vermelho) |
| <b>b*</b>                         | Parâmetro cromático da escala de cores CIE L*a*b* (azul ao amarelo)   |
| <b>ΔE*</b>                        | Variação de cor CIE L*a*b*  |
| <b>L*</b>                         | Parâmetro da escala de cores CIE L*a*b* (luminosidade)                |
| <b>M<sub>H<sub>2</sub>O</sub></b> | Massa de água presente na folha                                       |
| <b>M<sub>i</sub></b>              | Massa úmida inicial presente na folha                                 |
| <b>M<sub>s</sub></b>              | Massa seca presente na folha  |
| <b>T</b>                          | Tempo   |
| <b>X</b>                          | Umidade da folha  |
| <b>f</b>                          | Subscrito f indica o final  |
| <b>i</b>                          | Subscrito i indica o inicial  |

## SUMÁRIO

|         |   |    |
|---------|---|----|
| 1       | INTRODUÇÃO .....  | 15 |
| 2       | OBJETIVOS .....   | 17 |
| 3       | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....   | 18 |
| 3.1     | Plantas medicinais e produção de fitoterápicos .....                      | 18 |
| 3.2     | <i>Schinus terebinthifolius</i> Raddi .....                               | 20 |
| 3.3     | Secagem de plantas medicinais .....                                       | 22 |
| 3.4     | Secagem em micro-ondas .....  | 23 |
| 3.5     | Atributos de qualidade do produto seco .....                              | 29 |
| 3.5.1   | Retenção de cor .....   | 29 |
| 3.5.2   | Clorofila .....   | 30 |
| 3.5.3   | Compostos bioativos .....   | 31 |
| 3.5.3.1 | Atividade antioxidante .....  | 31 |
| 3.5.3.2 | Compostos Fenólicos .....   | 32 |
| 3.6     | Extração .....  | 33 |
| 3.7     | Planejamento Experimental .....   | 34 |
| 3.7.1   | Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) e Função Desejabilidade ..... | 35 |
| 4       | MATERIAIS E MÉTODOS .....   | 39 |
| 4.1     | Matéria-prima .....   | 39 |
| 4.2     | Caracterização do Material .....  | 39 |
| 4.2.1   | Propriedades morfológicas e físico-químicas .....                         | 39 |
| 4.2.2   | Diâmetros de Feret .....  | 39 |
| 4.2.3   | Espessura média .....   | 40 |
| 4.2.4   | Área Superficial .....  | 40 |
| 4.2.5   | Esfericidade .....  | 41 |
| 4.2.6   | Massa específica aparente .....   | 41 |
| 4.2.7   | Umidade .....   | 41 |
| 4.3     | Aferição da potência de secagem do micro-ondas .....                      | 42 |
| 4.4     | Secagem via micro-ondas .....   | 43 |
| 4.5     | Retenção da cor .....   | 44 |
| 4.6     | Análise de Clorofila .....  | 45 |
| 4.7     | Extração e compostos bioativos .....                                      | 46 |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 4.7.1 | Preparação dos extratos .....  | 46 |
| 4.7.2 | Determinação da atividade antioxidante .....                                 | 47 |
| 4.7.3 | Determinação do teor de compostos fenólicos .....                            | 47 |
| 4.8   | Planejamento Experimental .....  | 48 |
| 4.9   | Função desejabilidade .....  | 49 |
| 4.10  | Consumo efetivo de energia.....  | 50 |
| 5     | RESULTADOS .....   | 51 |
| 5.1   | Caracterização.....  | 51 |
| 5.1.1 | Propriedades morfológicas e físico-químicas da folhas de aroeira.....        | 51 |
| 5.2   | Secagem das folhas de aroeira em micro-ondas .....                           | 52 |
| 5.2.1 | Aferição da potência do micro-ondas .....                                    | 52 |
| 5.2.2 | Secagem via micro-ondas .....  | 53 |
| 5.3   | Planejamento Fatorial DCCR 2 <sup>2</sup> .....                              | 58 |
| 5.3.1 | Umidade final das folhas de aroeira .....                                    | 58 |
| 5.4   | Avaliação dos Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante (AA) ..... | 63 |
| 5.5   | Análise de retenção de cor .....   | 74 |
| 5.6   | Análise de Clorofila .....   | 82 |
| 5.7   | Consumo Efetivo de Energia .....   | 86 |
| 6     | CONCLUSÕES .....   | 93 |
| 7     | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....                                       | 95 |
| 8     | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....  | 96 |

## 1 INTRODUÇÃO

Plantas medicinais é a denominação usada para descrever certas espécies vegetais que possuem ação farmacológica, ou seja, plantas que auxiliam na cura ou tratamento de enfermidades. No cenário global, o uso de plantas medicinais tem aumentado de forma significativa. Dados da Organização Mundial da Saúde (OMS) indicam que 80% da população mundial não tem acesso ao atendimento primário de saúde e recorre às plantas medicinais como fonte de intervenção de patologias (BADKE, 2014; BRASIL, 2010; PONTES et al., 2012; WHO, 2013). Além disso, as plantas são importantes fontes de matérias-primas não apenas para indústrias farmacêuticas mas também para a fabricação de alimentos, cosméticos e produtos de higiene pessoal, entre outros.

A rica biodiversidade do Brasil abriga aproximadamente 55 mil espécies de plantas catalogadas de um total variando entre 350 e 550 mil espécies em todo mundo, porém apenas cerca de 8% foram estudadas para pesquisas de compostos bioativos e 1.100 espécies foram avaliadas em relação às suas propriedades medicinais (CARNEIRO et al., 2014; BATALHA et al., 2003; GUERRA et al., 2001).

É importante preservar a qualidade dos compostos bioativos e evitar perdas dos constituintes voláteis no processamento, já que devido à sua elevada umidade inicial, após a colheita as plantas iniciam um processo de degradação rápido e irreversível. O processamento imediato sob condições adequadas visa evitar a deterioração e possibilita a preservação da qualidade do material. A redução de umidade via secagem térmica é uma das etapas mais importantes do processamento das plantas medicinais, visto que agrega valor ao produto, aumenta o tempo de prateleira e reduz o desperdício, uma vez que neutraliza ou impede ações enzimáticas que contribuem para a sua deterioração. Além desses benefícios, a secagem facilita o manuseio, transporte e armazenamento do material. Entretanto, a secagem térmica de folhas oferece vários desafios porque trata-se de um material biológico com características morfológicas variadas e composição sensível à temperatura. Assim, a secagem precisa ser realizada em condições operacionais adequadas para preservar a qualidade do material (SCHIFFMANN, 1995; CANABARRO, 2019).

Pesquisas têm sido conduzidas na busca por alternativas para melhores condições de secagem de folhas medicinais. A secagem com aquecimento via micro-ondas se mostra uma alternativa promissora para a redução da umidade de materiais vegetais (CHUA et al., 2019; TORKI-HARCHEGANI et al., 2018; DEMIRHAN; ÖZBEK, 2008). Diferentemente dos

métodos de secagem convencionais em que a energia é transferida por condução, convecção ou radiação térmica, no secador à micro-ondas, a energia é fornecida diretamente ao material por ondas eletromagnéticas emitidas na faixa de frequências entre 300 MHz e 300 GHz (SCHIFFMANN, 1995), que provocam o aquecimento dielétrico do produto. Neste mecanismo, a radiação eletromagnética emitida pelo *magnéton* é absorvida pelo material e se propaga em seu interior. Sob a ação da radiação eletromagnética as moléculas de água contidas no produto são agitadas por rotação dipolar, dissipando energia na forma de calor (OLIVEIRA; FRANCA, 2002). Através dessa técnica, o material vegetal é rapidamente aquecido, possibilitando a remoção da umidade.

No processo, as micro-ondas promovem um fluxo de calor na mesma direção do fluxo de umidade (do interior para a superfície do material), aumentando a taxa de secagem e reduzindo o tempo de processamento, com menor modificação na estrutura do material em comparação à secagem com ar aquecido (XU et al., 2017). Outra vantagem desse método é a elevada eficiência energética em comparação aos métodos de aquecimento convectivos, já que a maior parte da energia eletromagnética é convertida em calor. No entanto, a aplicação das micro-ondas pode resultar em aquecimento não uniforme de certos produtos, dependendo de suas propriedades dielétricas e termofísicas. A secagem via micro-ondas também pode ser combinada com processos convencionais, contribuindo para melhorias na qualidade dos produtos secos, com alta qualidade nutricional e sensorial (MONTEIRO et al., 2015; ZHANG et al., 2006).

Dentre as diversas espécies vegetais presentes no Brasil com potencial fitoterápico, a aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) é uma planta pertencente à família *Anacardiaceae*, presente no Cerrado cujas folhas são utilizadas para o tratamento de diversas patologias humanas por apresentarem propriedades biológicas e farmacológicas comprovadas, tais como: atividade bactericida, anti-inflamatória e antioxidante (DEGÁSPARI et al., 2005; CARVALHO et al., 2013). As propriedades presentes nesta espécie são creditadas aos compostos bioativos da planta, que exercem a função de auxiliar nas atividades fisiológicas e bioquímicas do corpo humano. As folhas de aroeira são ricas nesses compostos, que podem ser recuperados em extratos obtidos a partir das folhas *in natura* ou secas (ULIANA et al., 2016; PINHO et al. 2012).

O presente estudo teve como objetivo avaliar a redução de umidade das folhas de aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi.) via secagem em micro-ondas e identificar as condições operacionais que melhor preservem os parâmetros de qualidade: cor das folhas, concentração de clorofila, o teor de compostos fenólicos e atividade antioxidante dos extratos.

## 2 OBJETIVOS

As folhas de aroeira possuem um amplo potencial de aplicações para usos medicinais devido às suas propriedades farmacológicas comprovadas. Porém, até a presente data, as pesquisas encontradas na literatura sobre esta espécie visam principalmente à avaliação fitoquímica e análises da composição química dos extratos vegetais. Estudos na literatura sobre a secagem de folhas de aroeira, seja em micro-ondas ou via outros métodos, e de sua influência na qualidade dos extratos ainda são limitados ou pouco divulgados, apesar do alto potencial fitoterápico desta planta.

### 2.1. Objetivo geral

Avaliar a secagem de folhas de aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi.) com aquecimento por micro-ondas visando a redução de umidade e a preservação dos parâmetros de qualidade: cor, clorofila, teor de compostos fenólicos e atividade antioxidante recuperados em extratos etanólicos das folhas secas.

### 2.2. Objetivos específicos

- ✓ Caracterizar as propriedades morfológicas e físico-químicas das folhas de aroeira *in natura*;
- ✓ Obter curvas de secagem variando a potência aplicada;
- ✓ Obter extratos etanólicos via maceração;
- ✓ Através de um planejamento experimental, avaliar o efeito da potência aplicada e do tempo de secagem na redução de umidade, consumo energético, e atributos de qualidade das folhas de aroeira secas via micro-ondas (umidade final, retenção de cor, teor de clorofila, teor de compostos fenólicos e atividade antioxidante de extratos etanólicos);
- ✓ Aplicar análise de regressão e, a partir dos modelos ajustados, obter superfícies de resposta que permitam identificar as condições operacionais e prever respostas como a retenção de cor, umidade, teor de compostos fenólicos e atividade antioxidante dos extratos;
- ✓ Utilizar a técnica baseada na função desejabilidade para identificar condições ótimas de operação visando obter os melhores atributos de qualidade.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Plantas medicinais e produção de fitoterápicos

As plantas medicinais são aquelas que possuem, em um ou mais órgãos, substâncias com potenciais usos terapêuticos, que podem ser usados para a síntese de produtos químicos e farmacêuticos. Os constituintes quimicamente ativos responsáveis pela ação terapêutica são denominados “princípios ativos” (MARTINS et al., 2003). Outra perspectiva é considerar como planta medicinal aquela que, administrada sob qualquer forma ou via ao homem, exerce funções com algum tipo de ação farmacológica (FOGLIO et al., 2006).

Para a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), as plantas medicinais possuem a capacidade de diminuir sintomas ou curar doenças e tem como enfoque o uso como remédio para a população. Por meio dos hábitos populares sobre o uso e a eficácia de plantas medicinais preserva-se a prática do seu consumo por ser uma opção de baixo custo e eficaz, ademais de manter as identidades culturais das comunidades (SANTOS et al., 2018).

A Organização Mundial da Saúde (OMS) relata que 80% da população dos países em desenvolvimento utilizam as plantas medicinais como única forma de acesso aos cuidados básicos de saúde. Além disso, sugere que os produtos naturais, em especial os oriundos de plantas, podem conduzir à descoberta de novas substâncias terapêuticas que auxiliam na produção de medicamentos fitoterápicos (ROSA et al., 2011).

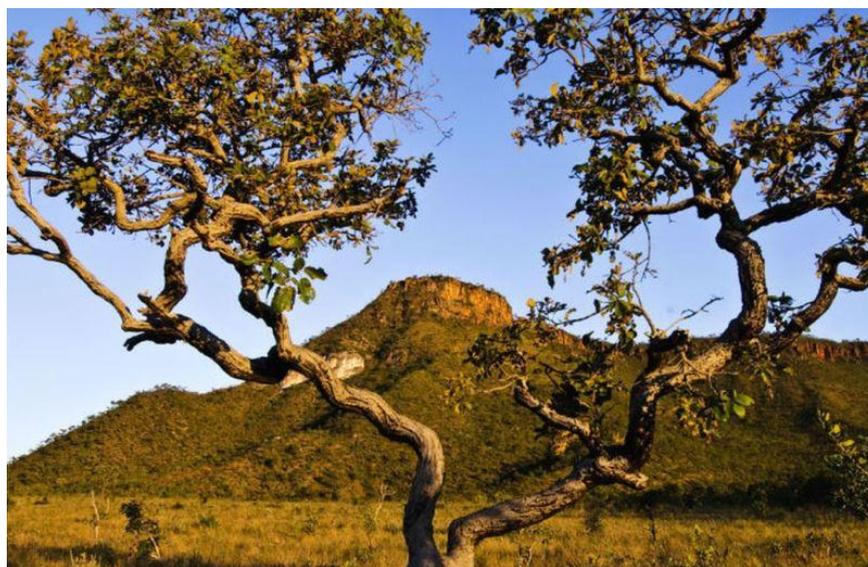
Mediante o enfoque e a popularidade que as plantas com fins medicinais vêm recebendo nos últimos anos, sobretudo em países em desenvolvimento, a OMS promoveu medidas com o intuito de valorizar a medicina tradicional e popular. O Ministério da Saúde (MS), em conjunto com outras organizações, desenvolveu políticas para as plantas medicinais e fitoterápicas: Política Nacional de Práticas Integrativas e Complementares (PNPIC) no Sistema Único de Saúde (SUS) (2003/05) e em 2005, determinou a criação da Política Nacional de Plantas Medicinais e Fitoterápicos (PNPMF), para ampliar o acesso e o uso de forma racional das plantas medicinais e dos fitoterápicos, garantindo a segurança e eficácia da sua utilização entre os usuários do SUS (BRASIL, 2008).

O Brasil abriga a maior diversidade biológica do mundo, com aproximadamente 55 mil espécies de plantas catalogadas de um total variado entre 350 e 550 mil espécies em todo mundo (GUERRA; NODARI, 2001). Dentre as áreas de vegetação no País, destaca-se o Cerrado, considerado como o segundo maior bioma brasileiro. Neste bioma estão presentes mais de onze mil espécies vegetais, onde cerca de quatro mil e quatrocentas são aptas à sobrevivência apenas

no Cerrado, sendo consideradas espécies endêmicas. A vegetação do Cerrado é caracterizada pela presença de árvores com troncos tortuosos, pequeno porte, cascas grossas e folhas rígidas, conforme pode ser observado na Figura 3.1. As árvores presentes no Cerrado desenvolvem-se em solo ácido, com baixa fertilidade e alta concentração de ferro e alumínio (DIAS; LAUREANO, 2010).

O mercado de fitoterápicos para produtos oriundos de plantas medicinais é considerado pequeno no Brasil, embora exista um grande número de espécies vegetais no país. Mundialmente a produção de medicamentos fitoterápicos gira em torno de US\$ 22 bilhões, considerando que 75% da população global utiliza as plantas medicinais como fonte de tratamento. Nos Estados Unidos cerca de 2/3 dos medicamentos lançados nos últimos anos foram criados direta ou indiretamente a partir de plantas medicinais. No Brasil, a produção de fitoterápicos em 2014 foi de aproximadamente US\$ 261 milhões, representando 5% do mercado de medicamentos (CARVALHO et al., 2018; DUTRA et al., 2016).

Figura 3. 1. Vegetação típica do Cerrado



Fonte: [www.thegreenestpost.com/cerrado-brasileiro-bioma](http://www.thegreenestpost.com/cerrado-brasileiro-bioma)

Segundo a literatura, as dificuldades para a produção de fitoterápicos no Brasil estão relacionadas à ausência de conhecimento dos métodos adequados de colheita, secagem e armazenagem das plantas medicinais, falta de regulamentação de leis de acesso ao patrimônio genético vegetal, escassez de incentivos governamental e privado para o desenvolvimento de novos fármacos e medicamentos (DUTRA et al., 2016; HASENCLEVER et al., 2017).

### 3.2. *Schinus terebinthifolius* Raddi

A espécie *Schinus terebinthifolius* Raddi, conhecida popularmente como aroeira-vermelha, aroeira-pimenteira, pimenta-rosa, aroerinha, aroeira, entre outros, pertence à família *Anacardiaceae*, é uma planta nativa da América do Sul, sendo encontrada principalmente no Brasil, Paraguai e Argentina. No território brasileiro é encontrada em grande parte no litoral do nordeste ao sul do país, em áreas de mata atlântica, cerrado ou outros tipos de formações vegetais, devido à facilidade de adaptação em diferentes zonas de vegetações, característica atribuída à plasticidade ecológica da espécie (LORENZI; MATOS, 2008; DEGÁSPARI; WASZCZYNSKYJ; SANTOS, 2004; LENZI; ORTH, 2004).

A *S. terebinthifolius* é uma árvore de crescimento rápido com porte pequeno, possui altura entre 5 a 10 metros na idade adulta (Figura 3.2), com tronco de 30 a 60 cm de espessura de diâmetros, lenhoso e de casca rugosa, com estrias longitudinais e cor marrom acinzentada. A sua propagação pode ser através de sementes ou por estaquia a partir do caule (AZEVEDO; QUIRINO; BRUNO, 2015; LORENZI; MATOS, 2008).

Figura 3. 2. Árvore de *Schinus terebinthifolius* R.



Fonte: [www.agroecologia/aroeira-vermelha](http://www.agroecologia/aroeira-vermelha) (2022).

As folhas de aroeira são perenes (Figura 3.3) possuem coloração esverdeada e formas de oblongas à elípticas; na parte superior do limbo contém nervuras do tipo imparipenada que

exalam aroma. São compostas com 3 a 10 pares de folíolos aromáticos medindo de 3 a 5 cm de comprimento por 2 a 3 cm de largura. Do pecíolo até o último folíolo, têm-se de 11 a 15 centímetros, já o folíolo apresenta de 4 a 8 cm. As flores são melíferas, masculinas e femininas, em panículas piramidais. O florescimento ocorre nos meses de setembro a janeiro. Os frutos são numerosos, pequenos, em forma de drupas, constituídos por uma casca verde passando a vermelho vivo quando maduros, possuem de 4 a 5 mm de diâmetro e são aromáticos (CARNEIRO, 2017; SALVI JUNIOR, 2013).

A *Schinus terebinthifolius* Raddi é uma espécie vegetal de destaque para diversos segmentos industriais, por apresentar compostos úteis em aplicações medicinais, cosméticas e alimentícias. O potencial bioativo da aroeira é atribuído aos compostos fitoquímicos em sua constituição, dentre os quais destacam-se os terpenos, antocianinas, compostos fenólicos, flavonoides, saponinas e esteroides, que estão presentes na estrutura da planta e podem ser encontrados nas folhas, flores, frutos e cascas, evidenciando diversas ações, a exemplo da atividade antioxidante e bactericida (OLIVEIRA et al., 2020; SCHEIBE et al., 2016; SCHEID et al., 2018).

Figura 3. 3. Folhas e frutos de aroeira (*Schinus terebinthifolius* R.)



Fonte: Gilbert e Favoreto, 2011.

Seu uso é comumente propagado na medicina popular brasileira na forma de chás ou infusões, por apresentar indicações de ações cicatrizante, anti-inflamatória, analgésica, diurética, e antisséptica para uso ginecológico (CARVALHO et al., 2013). As referidas propriedades medicinais foram listadas desde a 1ª edição da Farmacopeia Brasileira publicada

em 1929 pelo uso das cascas secas do caule como droga vegetal (BRANDÃO et al., 2008; CARVALHO et al., 2013).

Estudos farmacológicos obtidos a partir dos extratos das folhas de aroeira relatam propriedades antialérgica, antioxidante, antifúngica, anticâncer, antiúlcera e bactericida (GOMES et al., 2020; SCHIMITBERGER et al., 2018; ULIANA et al., 2016). As diversas propriedades biológicas e farmacológicas das folhas, frutos e cascas de aroeira são listadas na Tabela 3.1.

Tabela 3. 1. Propriedades biológicas e farmacológicas da aroeira

| <b>Parte da planta</b> | <b>Substância</b> | <b>Propriedades</b>      | <b>Autor</b>             |
|------------------------|-------------------|--------------------------|--------------------------|
| Cascas                 | Extrato           | Atividade Antifúngica    | (MAIA et al., 2021)      |
| Cascas                 | Extrato           | Efeito Neuroprotetor     | (SERENIK et al., 2016)   |
| Folhas                 | Extrato           | Atividade Antioxidante   | (DEGÁSPARI et al., 2004) |
| Folhas                 | Extrato           | Antitérmico              | (CARVALHO et al., 2013)  |
| Folhas                 | Extrato           | Cicatrizante             | (SANTOS et al., 2006)    |
| Folhas                 | Extrato           | Atividade Antioxidante   | (ULIANA et al., 2016)    |
| Folhas                 | Extrato           | Atividade Inseticida     | (CAMAROTI et al., 2018)  |
| Folhas                 | Extrato           | Hepatoprotetora          | (ABDOU et al., 2015)     |
| Folhas                 | Óleo essencial    | Anti-inflamatória        | (MEDEIROS et al., 2007)  |
| Frutos                 | Extrato           | Atividade Antimicrobiana | (SANTOS et al., 2019)    |
| Frutos                 | Óleo essencial    | Larvicida e Inseticida   | (PROCÓPIO, 2015)         |
| Frutos                 | Extrato           | Compostos Fenólicos      | (SALDANHA et al., 2018)  |

Fonte: Acervo pessoal.

### 3.3. Secagem de plantas medicinais

Secagem é uma operação unitária que pode ser definida como o processo de remoção térmica de substâncias voláteis, comumente sendo água, para obter um produto sólido. Quando um sólido úmido é exposto à secagem térmica convectiva, dois processos ocorrem simultaneamente: a transferência de calor das redondezas para o sólido, que é aquecido, e a transferência de massa, inicialmente com a evaporação da umidade superficial, e depois com a migração da umidade contida no interior do sólido para a sua superfície, a partir da qual é evaporada (MUJUMDAR, 2006).

A transferência de calor pode ocorrer por diferentes mecanismos físicos, convecção, condução, radiação ou por uma combinação destes. O processo mais utilizado na secagem de folhas é o convectivo, no qual o calor é transferido para a superfície do sólido úmido por meio

de uma corrente de gás aquecido (geralmente ar), que remove a umidade evaporada. Já os mecanismos de transferência de massa no interior do sólido podem ser vários, dependendo da natureza física do sólido, temperatura e umidade (ONWUDE et al., 2017).

O parâmetro usado para o monitoramento do processo de secagem é a umidade do sólido, que pode estar presente em diferentes estados, como umidade superficial, umidade não ligada e umidade ligada (STRUMILLO; KUDRA, 1986). Segundo a ANVISA (2005) a faixa de umidade recomendada para o armazenamento de produtos vegetais secos ou desidratados situa-se entre 8 a 14% (b.u), já que umidades elevadas favorecem a atividade hidrolítica de diversas enzimas que podem comprometer os princípios ativos das folhas medicinais (SIMÕES et al., 1999).

Segundo MARTINAZO et al. (2006) a principal vantagem da secagem térmica comparada à outros métodos de preservação é a simplicidade da operação. No caso do processamento de plantas medicinais, a secagem é uma etapa de suma importância, uma vez que as indústrias em geral não possuem estrutura para o uso de plantas frescas em quantidades regulamentadas para a produção industrial (LORENZI; MATOS, 2002).

### **3.4. Secagem em micro-ondas**

As micro-ondas são ondas eletromagnéticas com frequências que podem variar de 0,3 a 300 GHz e comprimentos de onda entre 1 mm e 1 m. Em fornos domésticos, a frequência permitida é de 2,45 GHz, equivalente à 12,2 cm de comprimento de onda no vácuo (DOUGLAS; SCHUBERT, 1996; DATTA; ANANTHESWARAN, 2000).

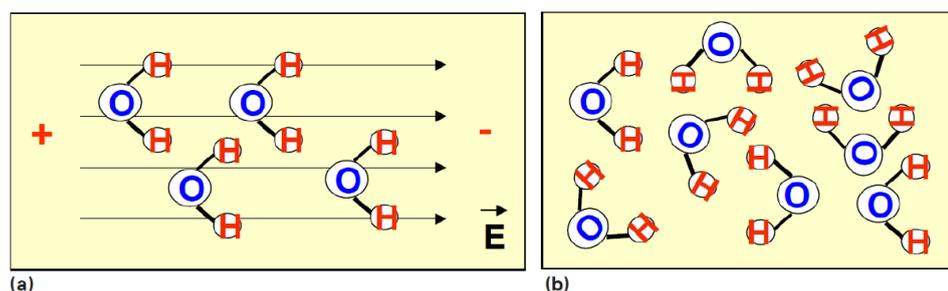
O aquecimento por micro-ondas ocorre mediante as oscilações do campo elétrico e magnético, ocasionando a movimentação de íons, átomos e moléculas, consequentemente, aumentando a energia cinética dos componentes, e por fim, convertendo-os em energia interna (MEREDITY, 1998). Segundo METAXAS e MEREDITY (1993) os mecanismos predominantes no aquecimento dielétrico são a condução iônica, rotação dipolar, polarização, histerese ferroelétrica, etc. No entanto, a rotação dipolar geralmente é o efeito mais importante de todos, seguido pela condução iônica.

A condução iônica é verificada quando os íons presentes no material são submetidos a um campo elétrico. Quando isso ocorre os íons adquirem movimento, energia cinética, e colidem com outros íons que estão ou não em movimento. Essas colisões liberam calor, que por sua vez aquecem o material (PEREIRA, 2007).

A rotação de dipolos é o mecanismo referente ao efeito que o campo elétrico oscilante

das micro-ondas causa nas moléculas da amostra, que possuem momento dipolar induzido ou permanente. Quando o campo elétrico é aplicado, as moléculas de dipolo elétrico tendem a se alinhar com o campo, conforme ilustrado na Figura 3.4. A polaridade do campo se alterna rapidamente, cerca de 5 bilhões de vezes por segundo para a frequência de 2450MHz. No entanto, quando o campo é removido, ocorre a relaxação dielétrica, isto é, as moléculas tendem a retornar ao estado anterior (menos alinhado) (SOUZA et al., 2002).

Figura 3. 4. Representação da resposta molecular a um campo eletromagnético (a) moléculas alinhadas ao campo elétrico; (b) desordem induzida quando o campo elétrico é alterado.



Fonte: Souza et al. (2002).

O aumento no número de choques entre as moléculas e a fricção gerada, com base no alinhamento e desalinhamento provoca a dissipação de calor que resulta no aquecimento volumétrico da amostra. Desta forma, o calor dissipado no aquecimento por micro-ondas é resultante da conversão de energia cinética associada à movimentação molecular (MEREDITH, 1998; FORTUNY et al., 2008; SOUZA et al., 2002; ROSSI, 2017).

Nos métodos de aquecimento convencionais, o gradiente de temperatura interna de um material é limitado por sua condutividade térmica. No entanto, para o aquecimento via micro-ondas, a energia fornecida está associada ao material por interação molecular com o campo eletromagnético gerado. Desta forma, os componentes presentes no material são aquecidos individual e instataneamente, sem as limitações impostas pelas características de condutividade térmica do material (METAXAS, MEREDITY, 1993; PEREIRA et al., 2014).

O aquecimento do material por radiação provenientes das micro-ondas ocorre somente em moléculas que possuem dipolos, onde o meio de rotação esteja em ressonância com a radiação incidente. Deste modo, o processo de aquecimento por micro-ondas é considerado seletivo pois só ocorre onde existem moléculas capazes de converter a radiação em aumento da temperatura. Sendo assim, o atrito produzido pela movimentação das moléculas dissipa energia na forma de calor diretamente sobre o material aquecido, o aumento da temperatura é mais pronunciado quando comparado a métodos de aquecimento indireto (PANISSET, 2014;

ROSSI, 2017).

Um material submetido ao aquecimento por micro-ondas depende fortemente da propagação das ondas eletromagnéticas e pode ser caracterizado mediante as suas propriedades dielétricas. As duas principais propriedades são: constante dielétrica e o fator de perda dielétrica. A constante dielétrica mede a quantidade de energia armazenada no material, enquanto que o fator de perda é uma medida da dissipação de energia na forma de calor (METAXAS, MEREDITH, 1993; MEREDITH, 1998; MUJUMDAR, 2006).

Segundo SHANG et al. (2006) o desempenho de materiais submetidos ao aquecimento por micro-ondas podem ser classificados por:

- 1 – Materiais transparentes: a radiação passa pelo material com pouca ou nenhuma absorção devido à baixa constante dielétrica, como exemplos temos os vidros e hidrocarbonetos.
- 2 – Materiais opacos (condutores): a radiação é refletida e não absorvida, como ocorre nos metais.
- 3 – Materiais absorventes (substâncias com alta constante dielétrica): as micro-ondas são absorvidas através da intensidade do campo eletromagnético e o fator de perda dielétrica, o campo gerado eleva as vibrações moleculares desse tipo de material e aumenta sua temperatura, um exemplo é a água.

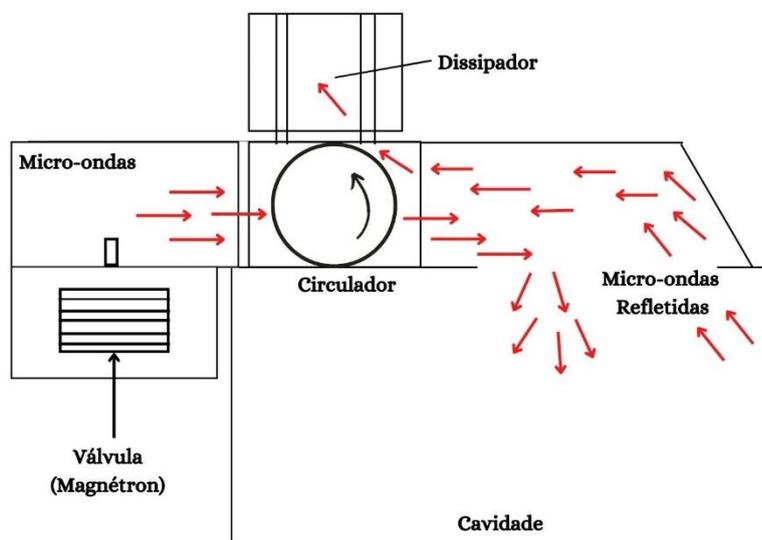
As propriedades dielétricas de um determinado material definem sua cinética de aquecimento quando expostas as micro-ondas (ROSSI,2017). Segundo CHANDRASEKARAN et al. (2013), as propriedades dielétricas de produtos alimentícios são determinadas principalmente pela sua composição, e em menor grau, pela sua estrutura física e podem variar com o tamanho da partícula, estrutura e densidade do material, sendo que para materiais particulados elas são afetadas pela densidade aparente.

Para converter a energia elétrica em ondas eletromagnéticas, o forno de micro-ondas possui em seu interior um válvula denominada *magnétron*, considerado o “coração” do equipamento. Este dispositivo é uma válvula eletrônica que possui uma haste de cobre no centro, nomeado por cátodo, e ao seu redor possui várias cavidades, denominadas ânodo. O cátodo e o ânodo são separados por um espaço de interação onde o campo elétrico e magnético interagem. Quando aplicada uma determinada tensão elétrica, os elétrons fluem do cátodo para o ânodo em trajetórias cicloidais, visto que no magnétron há presença de ímãs que produzem um campo magnético paralelo ao tubo do cátodo (RADOIU, 2020; JONES et al., 2002). Um esquema de um forno de micro-ondas está apresentado na Figura 3.5.

As ondas eletromagnéticas geradas a partir do magnétron se propagam através da

cavidade metálica do forno devido a presença do circulador situado na região superior do forno, conforme ilustrado na Figura 3.5. As ondas são refletidas pelas paredes metálicas até alcançar o produto a ser aquecido e conseqüentemente, as moléculas de água contidas nas amostras.

Figura 3. 5. Funcionamento de um forno de micro-ondas



Fonte: Adaptado de Barbosa et al. (2001).

Pelo fato de serem moléculas polares, as moléculas de água presentes em uma amostra úmida, ao serem expostas às micro-ondas, tem sua temperatura aumentada. Quando as condições de pressão e temperatura de saturação são alcançadas, tem início o processo de evaporação da água. Diferente do aquecimento por ar aquecido, onde o fluxo de calor é direcionado das bordas para o centro do material, a absorção das micro-ondas gera um aquecimento a partir do interior do material, que se propaga rapidamente por todo o seu volume provocando um aumento da pressão de vapor da água, a umidade passa para a fase vapor e difunde do interior para a superfície da amostra (SONG et al., 2017; MONTEIRO et al., 2015).

A secagem por micro-ondas é uma técnica que tem ganhado visibilidade no processamento de materiais biológicos por apresentar um mecanismo de aquecimento rápido e volumétrico, que resulta em elevadas taxas de secagem, podendo conferir atributos únicos aos produtos obtidos, como alta porosidade, boa capacidade de reidratação e aumento do volume (MONTEIRO et al., 2018; TIAN et al., 2016). Porém, WANG e XI (2005) relataram que se o aquecimento por micro-ondas for realizado de forma incorreta, pode ocasionar produtos de baixa qualidade. Outra desvantagem dessa técnica de secagem é que a energia de micro-ondas é considerada onerosa para investimentos e custos energéticos (HEINDL e MÜLLER, 2007).

A secagem de plantas medicinais usando o aquecimento por micro-ondas vem sendo

investigada pela comunidade científica visando preservar a qualidade dos constituintes bioativos após o processo de secagem. Com intuito de mostrar como os trabalhos da literatura tratam a secagem de plantas medicinais em micro-ondas, alguns trabalhos serão descritos a seguir.

SOYSAL (2004) realizou a secagem das folhas de salsa (*Petroselinum crispum* M.) em secador micro-ondas. O autor avaliou a influência da potência de saída do micro-ondas no tempo de secagem, taxa de secagem e na qualidade do produto seco em termos de cor. Foram avaliadas potências variando de 360 W a 900 W e 25 g de folhas de salsa. As curvas de secagem mostraram que ocorreu uma redução de 64% no tempo de secagem ao utilizar a maior potência (900 W) quando comparada à menor potência (360 W). Para as diferentes potências utilizadas o período a taxa decrescente nas curvas de secagem foi o predominante. A deterioração da cor das folhas foi verificada com base no espaço de cores CIE  $L^*a^*b^*$  e não foram observadas diferenças significativas entre os parâmetros de cor das folhas secas, inferindo-se que a retenção de cor não depende da potência do micro-ondas.

SARIMESELI (2011) estudou o efeito da potência de micro-ondas na difusividade de umidade efetiva, parâmetros de cor e características de reidratação de folhas de coentro (*Coriandrum sativum* L.) utilizando o secador micro-ondas. As potências empregadas foram de 180 W e 360 W e massa de 25 g de folha *in natura*. A difusividade efetiva foi equivalente a  $6,3 \times 10^{-11}$  e  $2,19 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$  para 180 W – 360 W, respectivamente. A equação empírica sugerida por Midilli (LAHSASNI et al., 2004) foi a que melhor se ajustou para descrever a cinética de remoção de umidade das folhas de coentro. A capacidade de reidratação das folhas secas diminuiu à medida que a potência de micro-ondas aumentou, segundo o autor esse fato pode ser atribuído à quebra celular das folhas durante o processo de secagem. Não foram identificadas diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) entre os valores de cor das amostras secas em comparação com as folhas *in natura*. Inferiu-se que a potência do micro-ondas não afeta a retenção de cor das folhas de *C. sativum*.

OLADELE e JIMOH (2017) investigaram o processo de secagem em micro-ondas das folhas de *Ocimum gratissimum*, um fitoterápico popular na região da Nigéria. Foram utilizadas 20 g de folhas *in natura* e o efeito da potência foi avaliado (90 W a 900 W). A potência produziu efeito significativo no tempo de secagem, que foi finalizado quando o conteúdo de umidade das folhas reduziu de 86,61% (b.u) para 4,47% (b.u). A secagem ocorreu a taxas decrescentes, a taxa diminuiu com o tempo e, conseqüentemente, com a umidade presente no material. A equação de Midilli descreveu a cinética de secagem das folhas de *O. gratissimum*.

AHMED (2018) avaliou o comportamento da secagem em micro-ondas das folhas de

*Matricaria chamomilla*, *Metha peperita* L., *Ocimum basiculicum* L. e *Salvia officinalis*. A influência do aquecimento por micro-ondas foi investigado utilizando-se potência iguais a 6,7 W/g, 10 W/g e 20 W/g. Constatou-se que houve diminuição da umidade e tempo de secagem com o aumento da potência específica aplicada, sendo que o uso das maiores potências ocasionou reduções significativas do tempo gasto no processo. As taxas de secagem apresentaram comportamento decrescente, indicando que a difusão é o mecanismo físico predominante na remoção de umidade nas amostras.

O efeito da potência sobre a secagem, composição química e potencial antioxidante foi estudado para as folhas de hortelã (*Mentha piperita* L.) em um secador micro-ondas (TORKI-HARCHEGANI et al., 2018). Para análise experimental foram utilizadas 150 g de folhas *in natura*, sendo três potências avaliadas (200 W, 400 W e 800 W). O aumento da potência de irradiação afetou significativamente ( $p < 0,05$ ) a duração do processo de secagem reduzindo o tempo de 14 min para 4 min, respectivamente. A extração foi realizada pela técnica de hidrodestilação e a atividade antioxidante pelo método DPPH. A secagem aumentou os percentuais de compostos bioativos presentes no óleo essencial, tais como: mentol, acetato de metila,  $\beta$ -cariofileno, germacreno-D e outros. A atividade antioxidante do óleo essencial das folhas secas com potências de 200 W e 400 W apresentaram bons resultados com IC50 de 201  $\mu\text{g/mL}$  e 291  $\mu\text{g/mL}$ , respectivamente.

KHODJA et al (2020) realizou uma comparação entre a secagem por micro-ondas e os métodos convencionais (ao ar livre e secagem em estufa) das folhas de *Laurus nobilis*, averiguando a influência da secagem nos compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA). A secagem por micro-ondas foi considerada vantajosa quando comparada à secagem convectiva e ao ar livre, pois ocorreu a redução no tempo de secagem de 25% a 90% e o aumento na taxa de secagem de 4 a 8 vezes. O teor de CFT foi melhor preservado na secagem por micro-ondas do que ao ar livre e em estufa. Os autores afirmaram, com base nos resultados, que existe uma correlação significativa entre os CFT e a redução de umidade. A conservação da atividade antioxidante das folhas de louro apresentou resultados similares aos observados para o CFT. O estudo obteve uma condição eficiente do processo de secagem em micro-ondas com 300 W durante 130 segundos no qual foram identificados o maior teor de CFT e melhor AA.

Conforme a revisão apresentada foi possível constatar que vários autores investigaram a influência de variáveis do processo, como a potência e tempo de secagem, na cinética de secagem, retenção de cor das folhas e teor de compostos bioativos em óleos essenciais e extratos obtidos para diferentes espécies de folhas aromáticas e medicinais. Na literatura consultada,

não foram encontrados trabalhos referentes a secagem em micro-ondas das folhas de aroeira (*Schinus terebinthifolius* R.) e tampouco sobre sua influência nos parâmetros de qualidade do material vegetal.

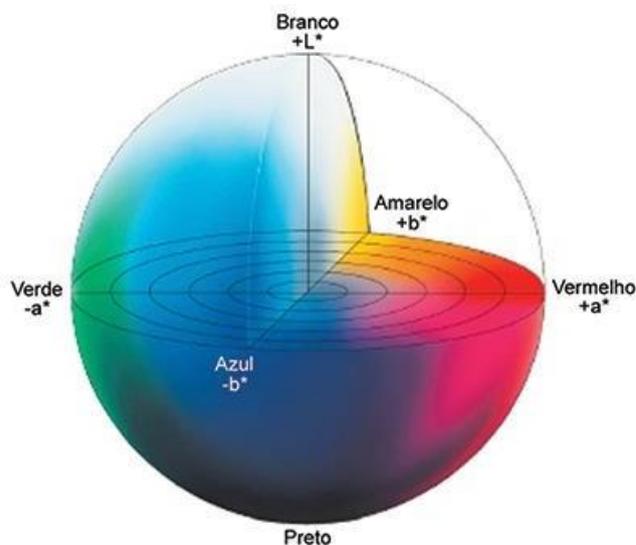
### 3.5 Atributos de qualidade do produto seco

#### 3.5.1. Retenção de cor

A cor das folhas antes e após o processo de secagem podem ser avaliados mediante a quantificação dos parâmetros cromáticos de tonalidade, luminosidade e saturação. O espaço de cor CIE  $L^*a^*b^*$  tem como base a teoria das cores opostas, em que duas cores não podem ser amarelas e azuis, ou verdes e vermelhas simultaneamente. O parâmetro  $L^*$  caracteriza a luminosidade (valores menores indicam amostras mais escuras),  $a^*$  caracteriza as cores vermelho ( $a^* > 0$ ) e verde ( $a^* < 0$ ) e  $b^*$  as cores amarelo ( $b^* > 0$ ) e azul ( $b^* < 0$ ), conforme ilustrado na Figura 3.6. A preservação da cor, aroma e aparência das folhas secas são considerados indicativos da qualidade do processo de secagem, pois influenciam na aceitação do produto pelo consumidor (BARITAUX et al., 1992). Assim, mudanças na coloração das folhas durante a secagem podem ser quantificadas através de medidas em espectrofotômetro e usadas como um critério de avaliação da qualidade do produto seco.

Diversos autores (ARSLAN; OZCAN, 2008; RAHIMMALEK; GOLI, 2013; LIMA, 2013; ARABHOSSEINI et al., 2011; BUSIC et al., 2014) afirmam que a degradação da cor durante a secagem deve-se à deterioração dos pigmentos de cor verde, tais como clorofila e antocianinas, em processos que envolvem reações químicas enzimáticas de mecanismos complexos. De acordo com SARIMESELI (2011), a secagem via micro-ondas de folhas de coentro preservou a coloração das folhas secas e resultou em um produto de cor verde intensa, com leve escurecimento se comparado às folhas *in natura*. SOYSAL (2004) também não observou diferenças significativas entre a coloração de folhas de salsa *in-natura* e secas por micro-ondas.

Figura 3. 6. Espaço de cor CIE L\*a\*b\*.



Fonte: <https://sensing.konicaminolta.asia/what-is-cie-1976-lab-color-space/>

### 3.5.2 Clorofila

Clorofila é a designação de pigmentos naturais verdes mais abundantes na natureza, são encontrados em plantas, bactérias fotossintéticas e algas. Nas plantas está presente nos cloroplastos das folhas e em outros tecidos vegetais ou partes deles, possuindo uma coloração verde oliva. Quimicamente, os pigmentos são considerados instáveis, sensíveis a luz, ao oxigênio, a altas temperaturas e a deterioração química, características que podem alterar a qualidade dos produtos (DOWNHAM e COLLINS, 2000; SCHOEFS, 2002).

As clorofilas mais abundantes na natureza, são as clorofilas *a* e *b* encontradas em todos os vegetais e plantas (BEZERRA NETO e BARRETO, 2004). A clorofila *a* é a mais frequentemente encontrada, correspondendo a aproximadamente 75% da quantidade total dos pigmentos verdes encontrados nos vegetais, além disso, tem a capacidade de ser doadora de elétrons nas reações fotoquímicas. Enquanto que a clorofila *b*, junto com os demais pigmentos, auxilia na captação de energia radiante. As clorofilas totais são a soma das clorofilas *a* e *b* (TAIS e ZEIGER, 2004; XU et al., 2001).

A modificação na coloração dos vegetais está associada à decomposição da clorofila associada a outros pigmentos, como os carotenoides, que acompanham as reações químicas junto a clorofila (VON ELBE, 2000). Esse processo é causado por fatores que atuam em conjunto ou isoladamente. São eles: alteração no pH, atividade de enzimas (clorofilase) e sistemas oxidantes. A qualidade do conteúdo de clorofilas nas folhas é influenciada por fatores bióticos e abióticos, sendo associado ao potencial de atividade fotossintética das plantas (TAIZ

e ZEIGER, 2002).

Atualmente, os pigmentos de clorofila são de grande importância para diversos seguimentos industriais, pois podem ser utilizados tanto como pigmentos quanto como antioxidantes naturais. A preservação da clorofila não é relevante apenas pelo aspecto visual, mas também pelo fato de possuírem propriedades medicinais tais como ação anticarcinogênica, antimutagênica e antitumoral (MORITA; OGATA; HASEGAWA, 2001). Esses fatores fazem com que os pigmentos de clorofila sejam frequentemente estudados pelas comunidades científica e acadêmica.

### **3.5.3 Compostos bioativos**

Os compostos bioativos são moléculas orgânicas de baixa massa molecular que apresentam uma ampla diversidade química e efeitos diversos sobre organismos vivos, sendo associadas às mudanças em seu comportamento fisiológico ou metabólico. Essas substâncias desempenham um papel fundamental na preservação de doenças ocasionadas pelo estresse oxidativo. Os bioativos são amplamente encontrados em fontes naturais como plantas, frutas, vegetais e grãos (OLIVEIRA et al., 2020).

Nas plantas medicinais, os compostos bioativos são oriundos do metabolismo secundário do material vegetal e possuem propriedades específicas para proteção dos constituintes com princípios ativos presentes nas plantas. Os metabólitos secundários apresentam estruturas químicas complexas e podem ter ampla aplicação em atividades farmacológicas e biológicas.

#### **3.5.3.1 Atividade antioxidante**

Os antioxidantes são substâncias originadas pelos processos associados aos metabolismo secundário das plantas e podem ser classificados como naturais ou sintéticos. Tais substâncias possuem a capacidade de retardar ou inibir a oxidação de um substrato. As características dos antioxidantes estão ligadas à sua capacidade de neutralizar a ação dos radicais livres, que são subprodutos naturais do metabolismo celular. Portanto, o consumo de substâncias com propriedades antioxidantes pode contribuir para o fortalecimento do sistema imunológico, reduzindo os riscos de doenças degenerativas e colaborando com o fortalecimento do sistema cardiovascular (ALAM; BRISTI; RAFIQUZZAM, 2013).

Os compostos antioxidantes podem ser classificados em dois grupos: os antioxidantes primários e os secundários. Os antioxidantes que doam hidrogênio a um radical livre, tornando-

o estável, ou seja, possuem a habilidade de impedir a cadeia de radicais, são denominados primários. Já os antioxidantes secundários são capazes de reduzir o processo de iniciação, utilizando agentes quelantes de metais como, por exemplo, o ácido etilenodiaminotetracético e o ácido cítrico (PONTES, 2014).

A análise da atividade antioxidante pode ser realizada por métodos *in vitro* medindo-se a capacidade de eliminação de radicais livres usando diferentes reagentes, tais como: 2,2'-azinobis-ácido-3-etilbenzotiazolína-6-sulfônico (ABTS), 1,1'-difenil-2-picrilhidrazil (DPPH). Essas técnicas são úteis para quantificar os antioxidantes presentes nas plantas, além de serem bons indicadores de valores nutricionais. Uma das formas usuais para expressar o potencial antioxidante é em relação à concentração inibitória necessária para reduzir em 50% o radical (IC<sub>50</sub>), além da forma tradicional, em porcentagem de inibição do radical DPPH (VILLAÑO et al., 2007; PONTES, 2014).

### 3.5.3.2 Compostos Fenólicos

Os compostos fenólicos são caracterizados pela presença de um ou mais anéis aromáticos ligados ao grupo hidroxila (-OH). A atividade antioxidante dos fenóis está associada à sua capacidade de doar elétrons ou átomos de hidrogênio. Sua configuração química pode variar, e incluem desde moléculas simples até compostos altamente polares, como taninos, polifenóis e ácidos fenólicos, que podem ser encontrados em diferentes espécies de vegetais (MICKYMARAY, 2019; BALASUNDRAM et al., 2006).

Os compostos fenólicos são um grupo grande e diverso de moléculas, sendo encontradas em grande quantidade em plantas e incluem diferentes famílias de metabólitos secundários aromáticos, que são substâncias naturais de defesa do vegetal. Em frutas e vegetais estes compostos influenciam nas propriedades sensoriais, como sabor e cor, contribuindo na amargura e adstringência. A composição fenólica é determinada por fatores genéticos e ambientais, porém podem ocorrer modificações por intermédio de reações de oxidação durante o processamento e armazenamento (RISPAIL et al., 2005; FIGUEIREDO et al., 2008).

O método Folin-Ciocalteu é muito utilizado para determinar o teor de compostos fenólicos presentes nas plantas medicinais. Este ensaio é um método colorimétrico padronizado considerado simples, reprodutível e confiável para a quantificação de fenóis em uma amostra e permite relacionar o teor de fenólicos e a capacidade antioxidante de produtos naturais (SINGLETON et al., 1999). O complexo metálico formado pela reação de tungstênio e molibdênio com os compostos fenólicos é monitorada no comprimento de onda  $\lambda=725$  nm, após

reação conduzida em meio de pH básico (MARGRAF, 2015). Os resultados são expressos em termos de mg equivalentes de ácido gálico, permitindo a comparação de valores obtidos em diferentes amostras.

### 3.6 Extração

Os métodos extrativos são conceituados como operações físico-químicas de transferência de massa nos quais os componentes químicos presentes no material vegetal são extraídos com a utilização de solventes adequados. A extração pode ocorrer a partir de plantas *in natura* ou secas. A escolha do método de extração depende de diversos fatores, tais como a natureza do material vegetal, constituintes a serem extraídos, interesse em efetuar extração completa ou parcial e custos dos processos realizados (SONAGLIO et al., 2010).

De forma geral as variáveis que influenciam nos processos de extração são o tempo, temperatura, pressão, tamanho das partículas, proporção soluto-solvente, polaridade e estrutura da matriz vegetal. O tempo de extração permite a saturação da solução obtendo-se maiores rendimentos nos compostos extraídos. Quanto menor o tamanho das partículas e maior sua homogeneidade, maiores serão as taxas de extração devido ao aumento da área de contato (PAGLIOSA et al., 2010; ZLOTEK et al., 2016). A eficácia da extração de substratos vegetais também depende de outros fatores associados a matriz vegetal, resistência dos macronutrientes e propriedades químicas dos fenólicos (LUCCI, SAURINA; NÚNEZ, 2017).

O processo de extração é uma das etapas mais importantes para recuperação de substâncias bioativas. Para tal processo a escolha do solvente utilizado para extração é um fator primordial, principalmente por questões químicas relacionadas à solubilidade dos metabólitos desejados e parâmetros físicos como viscosidade, tensão superficial e pressão de vapor do solvente (CHEMAT et al., 2017). Geralmente, os solventes mais utilizados para a extração vegetal são: acetona, água, etanol, metanol ou a combinação da água e acetato de etila.

Os solventes alcoólicos são comumente usados para extração de compostos bioativos provenientes de materiais naturais, pois proporcionam um rendimento elevado de extrato vegetal. Outra técnica eficaz na extração de compostos bioativos é a mistura de álcoois e água que fornecem o aumento na polaridade do solvente, com isso maiores teores de compostos bioativos podem ser extraídos (WIJEKOON et al., 2011). Outro solvente frequentemente utilizado é a própria água, que em certas condições de pressão e temperatura adquire propriedades semelhantes à de solventes orgânicos, a exemplo do metanol (KO; CHEIGH; CHUNG, 2014).

Existem diversos métodos voltados para extração de compostos bioativos oriundos de plantas medicinais, tanto os métodos a frio, que não utilizam calor para extrair as substâncias de interesse. Exemplos desses métodos são a maceração, percolação e tuvo-extração. Já para os métodos a quente são indicados quando o calor aumenta a solubilidade e, conseqüentemente, a extração dos constituintes presentes no material vegetal. Como exemplos temos a infusão, ultrassom, decocção e Soxhlet (SONAGLIO et al., 2010; SIMÕES et al., 2010). Um aspecto importante que deve ser considerado para escolha no método de extração é a variabilidade econômica, rendimento da extração e a matriz vegetal utilizada (JIN et al., 2017; KOBUS-CISOWSKA et al., 2019).

A maceração é uma técnica de extração não-exaustiva onde a extração dos componentes ocorre de forma parcial. O mecanismo de funcionamento consiste em colocar a planta que contém o princípio ativo de interesse em contato com o solvente orgânico, por um período que varia de três horas até três semanas com ou sem agitação e sem a renovação do líquido do solvente, em temperatura ambiente. Este processo é caracterizado como não seletivo, lento e inviável para extração de todo o princípio ativo presente na planta (HANDA, 2008).

Devido à sua simplicidade e baixo custo, a maceração é uma das técnicas extrativas mais usuais (COELHO, 2015). Ademais, na maceração a polaridade do líquido extrator e a natureza da matéria-prima (solubilidade dos compostos presentes na matriz, tamanho dos fragmentos sólidos, entre outros) possuem impacto na eficiência dos compostos desejados (DE OLIVEIRA, 2015). No entanto, apesar de não ser uma técnica considerada onerosa e de poder ser repetido várias vezes utilizando diferentes solventes, a maceração possui desvantagens como a lentidão no processo, extração parcial dos princípios ativos e uso de elevadas quantidade de solventes (MELECHI, 2005).

### **3.7 Planejamento Experimental**

O planejamento experimental, também conhecido por delineamento experimental, representa um conjunto de ensaios estabelecidos com critérios científicos e estatísticos, com objetivo de determinar a influência dos efeitos de diversas variáveis nos resultados de um dado sistema ou processo, promovendo o desenvolvimento da formulação de produtos dentre as necessidades esperadas, além de otimizar as condições operacionais (RODRIGUES; IEMMA, 2009; BUTTON, 2005). Segundo GUTIERREZ e VARA (2008) o planejamento de experimentos consiste em determinar quais testes devem ser realizados e de que forma, para obter dados que forneçam evidências objetivas que possam responder às questões colocadas, e assim esclarecer os aspectos incertos de um processo, propondo soluções para a problemática.

A realização do planejamento experimental deve seguir algumas etapas recomendadas, tais como: definir as variáveis dependentes e independentes do processo e seus níveis de estudo; escolher o planejamento adequado para cada experimento; determinar o efeito das variáveis independentes sobre as variáveis de respostas desejadas no processo; ajustar as equações empíricas aos valores experimentais; avaliar de forma estatística os ajustes com base na Análise de Variância (ANOVA) e determinar as condições ótimas para o processo (RODRIGUES; IEMMA, 2009; SILVA, 2021).

Segundo RODRIGUES e IEMMA (2009) a escolha do planejamento é uma função direta do número de variáveis independentes envolvidas no estudo. No caso de duas ou três variáveis recomenda-se o uso do planejamento fatorial ou do delineamento composto central rotacional (DCCR) que consiste em um grupo de procedimentos, estatísticos e matemáticos que podem ser usados no estudo das inter-relações entre uma ou mais respostas (variáveis dependentes) com inúmeros fatores (variáveis independentes) para construir superfícies de resposta, possibilitando investigar um grande conjunto amostral por meio de um número relativamente pequeno de experimentos, além de obter condições ótimas para o processo.

### 3.7.1 Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) e Função Desejabilidade

A Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) baseia-se em ajustes de equações polinomiais de segunda ordem aos dados de experimentos obtidos através do planejamento fatorial, com o objetivo de obter modelos que relacionem as respostas e variáveis independentes. A análise das superfícies de resposta permite avaliar, simultaneamente, como as respostas são afetadas pelos fatores e seus diferentes níveis. Além disso, é utilizada com o objetivo de encontrar condições ótimas ou melhorar as condições ótimas já utilizadas, apontar problemas ou pontos fracos no processo, aprimorar a robustez do processo em relação às influências externas ou não controláveis (BUENOS et al., 2010; KARIMINI et al., 2012).

Estatisticamente, a ferramenta MSR relaciona as variáveis independentes com as variáveis respostas e podem ser expressas por uma equação de 2ª ordem, que pode estimar qualquer valor de resposta (y), correspondendo ao intervalo de variação da variável  $x_i$ . A expressão que representa um modelo polinomial de segunda ordem é apresentada pela Equação 3.1 (PAIVA, 2008).

$$y_{ijr} = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1, i < j}^k \sum_{j=1}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (3.1)$$

Onde:

$x_i$  e  $x_j$  são as variáveis independentes,  $\beta_0$ ,  $\beta_i$ ,  $\beta_{ii}$ , e  $\beta_{ij}$  são os coeficientes de regressão, estimados pelo método de mínimos quadrados.

Para o ajuste da Equação (3.1), cada fator precisa ser avaliado em no mínimo 3 diferentes níveis, sendo que os planejamentos do tipo composto central satisfazem essa condição. A partir das equações ajustadas são construídas as superfícies de respostas, ou seja, gráficos que mostram o comportamento de uma determinada resposta frente à variação das variáveis independentes.

A função desejabilidade é uma técnica utilizada para otimizar experimentos multivariáveis. Este método descreve uma otimização simultânea de várias respostas, baseado na construção de uma função de desejabilidade para cada resposta individual ( $d$ ), estabelecendo ao final uma função de desejabilidade global ( $D$ ), ou seja, depois da obtenção dos valores de respostas, estas são relacionadas a um único número. Cada resposta tem associado um valor de desejabilidade parcial, que varia de 0 a 1, mediante a proximidade da resposta desejada. O valor 0 (zero) caracteriza uma resposta inaceitável, enquanto que o valor igual 1 representa uma resposta mais aceitável (FERREIRA, 2007; BREITKREITZ, 2007).

A desejabilidade calculada na região experimental é determinada através de equações adequadas para cada situação, com intuito de maximizar ou minimizar uma determinada resposta. Desta forma, os valores individuais de desejabilidade ( $d_i$ ) são usados para obter uma função de desejabilidade global ( $D$ ), em uma medida ponderada, segundo a Equação 3.2. Dependendo se uma determinada resposta deve ser maximizada, minimizada, ou atingir um valor especificado, diferentes definições de funções desejabilidade podem ser empregadas média em outros valores, realiza-se a maximização segundo demonstrando nas Equações 3.3 e 3.4 para diferentes situações do processo (BREITKREITZ, 2007).

$$D = \sqrt{d_1 \cdot d_2 \dots d_n} \quad (3.2)$$

Onde;

$D$  = desejabilidade global

$d_1$  = desejabilidade individual

Quando o valor alvo  $T$  é o mais desejável dentro de uma faixa de valores de resposta dados por  $LI$  e  $LS$ , limites inferior e superior, respectivamente, a função pode ser definida conforme as equações:

$$d_1 = \left( \frac{y-LI}{T-LI} \right)^s, \text{ para } LI \leq y \leq T \quad (3.3)$$

$$d_1 = \left( \frac{LS-y}{T-LI} \right)^t, \text{ para } LI \leq y \leq T \quad (3.4)$$

$$d_1 = 1, \text{ para } y = T \quad (3.5)$$

$$d_1 = 0, \text{ para } y \text{ fora do intervalo } T \quad (3.6)$$

Onde:  $y$  é o valor da resposta,  $LI$  limite inferior,  $LS$  limite superior,  $s$  e  $t$  são os parâmetros denominados "pesos", definidos para determinar quão importante é a desejabilidade individual de uma determinada resposta na desejabilidade global.

A literatura reporta diversos autores que utilizaram a metodologia de superfície de resposta (MSR) e a função desejabilidade em estudos de secagem de folhas medicinais e otimização de condições operacionais de processos de extração.

ERBAY e ICIER (2009) utilizaram a MSR e a função desejabilidade para avaliar a secagem convectiva das folhas de oliveira (*Olea europaea* L.) em secador de bandejas. Para o experimento foram utilizadas temperaturas entre 40°C a 60°C, velocidade do ar de secagem de 0,5 a 1,5 m/s e tempo de secagem de 240 min a 480 min. A MSR identificou uma região que favoreceu o conteúdo de fenólicos totais, atividade antioxidante, umidade final e eficiência exergética. A partir disso, as condições foram otimizadas buscando a preservação dos compostos bioativos e a maior eficiência exergética para umidade inferior a 6% em base úmida. Desta forma, os autores encontraram as seguintes condições ótimas experimentais: velocidade do ar de 1,0 m/s, tempo de secagem de 298,7 min e temperatura de 51,2°C. Para essas condições, a perda de fenólicos totais, atividade antioxidante, teor de umidade final e eficiência exergética foram iguais a 10,25%, 41,48%, 6,0% e 65,60%, respectivamente.

SILVA (2013) avaliou a secagem das folhas *Mentha x villosa* H. em secador convectivo horizontal com convecção forçada de ar. Os experimentos de secagem foram realizados utilizando temperaturas de 36°C, 50°C e 64°C, velocidade do ar de 1,0 m/s, 1,5 m/s e 2,0 m/s e massa de folhas de 18g, 30 g e 42 g. Através da MSR, a autora concluiu que a umidade diminuiu com o aumento da temperatura e da velocidade do ar e aumentou com o aumento da massa da amostra.

CHOTPHRUETHIPONG et al (2017) utilizaram a MSR e a função desejabilidade para otimizar as condições de extração dos compostos fenólicos totais, atividade antioxidante e

rendimento das folhas de cajueiro (*Anacardium occidentale* L.). A extração ocorreu com seguintes condições: concentração de etanol (0, 40, 60, 80 e 100%), temperatura (30°C a 50°C) e tempo de extração (60 min a 220 min). As condições ótimas foram obtidas visando a preservação dos constituintes ativos e maior rendimento de extração. Sendo assim, as condições otimizadas para extração foram a concentração de 80% de etanol, temperatura de 34,8°C e tempo de extração de 64 min.

DARVISHIÿ et al (2020) investigaram o processo de secagem das folhas *Salsola rígida* em secador de ar quente e infravermelho, e utilizaram a otimização baseada na MSR e a função desejabilidade para identificar a região ótima de operação. Foram analisados os efeitos da temperatura do ar (40°C – 60°C), velocidade do ar (0,5 – 1,5 m/s) e a densidade de potência de infravermelho (0,181 W/cm<sup>2</sup> – 0,253 W/cm<sup>2</sup>) no tempo de secagem, taxa de remoção de umidade, consumo específico de energia e parâmetros de qualidade. A otimização do processo de secagem foi realizada com base nos seguintes critérios: menores tempos de secagem, menor consumo energético e menor deterioração de cor. Desta forma, os autores concluíram que as condições ótimas de secagem foram a temperatura do ar de secagem de 40°C, velocidade do ar igual a 0,53 m/s e densidade de potência de infravermelho de 0,250 W/cm<sup>2</sup>.

SILVA (2021) utilizou a metodologia de superfície de resposta e a função desejabilidade para analisar a secagem das folhas de aroeira (*Schinus terebinthifolius* R.) em tambor rotativo com paredes perfuradas. A autora usou dados obtidos em um delineamento experimental rotacional (DDCR) com 3 fatores, sendo eles a velocidade de rotação do tambor (3rpm), a velocidade de escoamento do ar (0,3 a 0,9 m/s) e a carga de folhas no tambor (100 a 200 g). Com base nesses ensaios a MSR mostrou que houve influência significativa desses fatores no aumento do parâmetro cromático ( $a^*/b^*$ ), diminuição da concentração de compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA). Através da análise da superfície de resposta e curvas de contorno, também foi possível identificar regiões ótimas de operação, que reduziram o tempo de secagem e a deterioração da cor. Menores tempos de secagem foram obtidos em temperatura do ar acima de 55°C, velocidade acima de 0,6 m/s e massa inferior a 120g, e menor deterioração da cor, em geral, foi observada para temperatura do ar abaixo de 53°C. Utilizando a função desejabilidade SILVA (2021) identificou que a condição operacional que reduz o tempo de secagem e fornece a menor deterioração da cor é a temperatura de 52,3°C, velocidade de 0,86 m/s e massa de 182g.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Serão descritos neste item os materiais e equipamentos utilizados nos experimentos bem como as metodologias empregadas no desenvolvimento do trabalho.

### 4.1 Matéria-prima

As folhas de aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) foram coletadas na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) a partir de árvores previamente selecionadas com folhas saudáveis e com boa aparência. As coletas foram realizadas no período da manhã, entre 7h às 9h. As folhas foram destacadas das hastes manualmente, sendo descartadas as folhas danificadas (descoloridas, sujas ou secas). A Figura 4.1 mostra a parte aérea da aroeira.

Figura 4. 1. Ramos com folhas de aroeira



Fonte: Acervo pessoal.

### 4.2 Caracterização do Material

#### 4.2.1 Propriedades morfológicas e físico-químicas

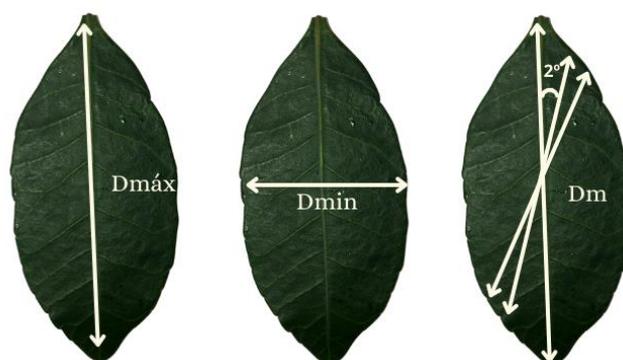
As folhas de aroeira (*S. terebinthifolius*) foram caracterizadas para obter as dimensões características e propriedades físico-químicas, tais como: diâmetro, espessura média, área superficial, esfericidade, massa específica aparente e umidade.

#### 4.2.2 Diâmetros de Feret

As dimensões características, tais como área projetada ( $A_{proj}$ ), diâmetro de Feret ( $d_F$ ), máximo e mínimo, diâmetro médio ( $d_m$ ) e perímetro ( $P$ ) foram obtidas através da técnica de análise de imagens utilizando o *software* ImageJ para amostras contendo um mínimo de 50

folhas. Mediu-se o diâmetro máximo (o maior comprimento que liga dois pontos extremos da folha e intercepta o eixo principal), diâmetro mínimo (o menor comprimento que intercepta o centro e liga dois pontos de extremidade da folha), o diâmetro médio (corresponde à média de comprimentos que interceptam o centro da folha que foram medidas a cada 2°). Além disso, foi avaliada a largura ( $w$ ) e comprimento ( $l$ ) das folhas com auxílio de uma régua graduada. A Figura 4.2 ilustra os diâmetros medidos.

Figura 4. 2. Pontos de medidas dos Diâmetros máximo ( $D_{m\acute{a}x}$ ), mínimo ( $D_{m\acute{i}n}$ ) e médio ( $D_m$ ).



Fonte: Adaptação de Silva (2021).

#### 4.2.3 Espessura média

A espessura das folhas foi mensurada utilizando-se um paquímetro digital, da marca Caliper, com precisão de 0,01 mm. Para a determinação do valor médio de espessura para cada folha, foram aferidas medidas em quatro posições diferentes ao longo da superfície da folhas e foram calculados os valores médios para cada medida. A Figura 4.3 apresenta os pontos de medição da espessura para a folha de aroeira.

Figura 4. 3. Ilustração dos pontos aferidos para medida da espessura das folhas de aroeira.



Fonte: Acervo pessoal.

#### 4.2.4 Área Superficial

A área superficial das folhas corresponde a soma da área projetada ( $A_{proj}$ ), obtida pelo método de análise de imagens (*Image J*) e da área lateral, que equivale ao produto entre o perímetro ( $P$ ) e a espessura média ( $\delta$ ), conforme a Equação 4.1:

$$Asf = 2 * A_{proj} + P * \delta \quad (4.1)$$

#### 4.2.5 Esfericidade

A esfericidade ( $\varphi$ ) da folha foi determinada pela Equação (4.2) proposta por Mohsenin (1970).

$$\varphi = \frac{(lw\delta)^{1/3}}{l} \quad (4.2)$$

Onde:  $l$ ,  $w$ , e  $\delta$  são respectivamente o comprimento, largura (menor eixo da folha) e espessura, sendo que o comprimento corresponde ao diâmetro máximo e a largura corresponde ao diâmetro mínimo.

#### 4.2.6 Massa específica aparente

A massa específica aparente ( $\rho_{ap}$ ) das folhas foi mensurada através da técnica de picnometria líquida, com água destilada como líquido de referência. O procedimento experimental ocorreu em etapas sequenciais, inicialmente, o picnômetro foi calibrado com água destilada a uma temperatura 25°C para determinar o volume real da vidraria. Em seguida, uma amostra de 2g de folhas de aroeira foi inserida no picnômetro e o volume foi completado com água destilada. O conjunto foi pesado e a partir da massa de água estimada determinou-se o volume ocupado pelo líquido de referência. As análises foram feitas em triplicata.

A massa específica é definida pela razão entre a massa da amostra ( $M_{am}$ ) e o volume aparente ( $V_{am}$ ), conforme a Equação 4.3:

$$\rho_{ap} = \frac{M_{am}}{V_{am}} \quad (4.3)$$

#### 4.2.7 Umidade

A avaliação da umidade das folhas de (*S. terebinthifolius*) foi realizada pelo método gravimétrico de estufa a 105±3°C por 24h, segundo a norma da *Association of Oficial*

*Analytical Chemists* (AOAC, 1990). Uma amostra contendo 5g de folhas *in natura* foi inserida na estufa Fanem® (modelo 320-SE) pelo período de 24h, tempo suficiente para ter peso contante, ou seja, para que toda água da folha seja evaporada. A massa da água evaporada é estimada pela diferença entre as massas da amostra úmida e da amostra seca. Sendo assim, a umidade em base úmida e base seca foram estimadas através das Equações 4.4 e 4.5:

$$M(b.u.) = \frac{M_{H_2O}}{M_i} * 100 \quad (\text{Base úmida}) \quad (4.4)$$

$$M(b.s) = \frac{M_{H_2O}}{M_s} \quad (\text{Base seca}) \quad (4.5)$$

### 4.3 Aferição da potência de secagem do micro-ondas

O micro-ondas utilizado permite o ajuste de potências nominais variáveis. Segundo JAMES et al. (2002) os micro-ondas domésticos possuem diferentes performances de potência aplicada e eficiência de aquecimento, que podem divergir das características operacionais descritas pelo fabricante devido à variação e posição da carga no interior do forno. Sendo assim, é necessário avaliar a relação entre a potência nominal e real.

A aferição da potência do micro-ondas foi realizada por calorimetria utilizando a água como solvente por ser um material absorvedor das micro-ondas (SHANG et al., 2006). A utilização dessa técnica para aferição é apresentada em diversos trabalhos nos quais foi utilizada a tecnologia de micro-ondas (PECORARO et al., 1996; SOUZA et al., 2002; FUMAGALI, 2003; ROSA, 2010; QUINTINO et al., 2015).

Foram medidas as variações de temperatura com auxílio de um termômetro de vidro para uma massa conhecida de água submetida a potências variando entre 120 W e 360 W. A massa de água utilizada variou entre 95 a 195 g, de acordo com a potência utilizada, garantindo-se que não houve perdas por evaporação em nenhuma condição. Assumindo que parte da potência fornecida pelo micro-ondas foi convertida em energia interna para aquecimento da água, pode-se calcular a quantidade de energia fornecida para cada potência com base na Equação 4.6.

$$Q_{\text{abs}} = \frac{mc_p\Delta T}{t} \quad (4.6)$$

Onde:

$Q_{\text{abs}}$  – energia absorvida pela água (cal/g°C);

$m$  – massa de água (g);

$c_p$  – calor específico da água (cal/ g°C);

$\Delta T$  – variação da temperatura medida (°C);

$t$  – tempo de aquecimento (min).

#### 4.4 Secagem via micro-ondas

Os ensaios de secagem das folhas de aroeira foram conduzidos em secador micro-ondas doméstico, marca White-Westinghouse, modelo EM 3500B, 1350 W de potência e frequência de 2450 Hz, apresentado na Figura 4.4. Para avaliar o efeito de diferentes potências de irradiação na secagem das folhas optou-se por utilizar uma faixa de potência adotada na literatura para folhas medicinais e aromáticas com valores inferiores a 10 W/g de material (ABDULLAH et al., 2020; ARSLAN et al., 2012; CHUA et al., 2019; SOYSAL et al., 2004).

Figura 4. 4. Secador micro-ondas doméstico White-Westinghouse



Fonte: Acervo pessoal.

Amostras de 80 g de folhas foram dispostas em bandejas de plástico (Figura 4.5) para a secagem, a espessura do leito da amostra de folhas foi mantida em média, igual a 4 cm. A perda de massa foi verificada em intervalos de tempo pré-definidos por meio de uma balança digital com precisão de três casas decimais (modelo BG 400 da marca Gehaka). O experimento foi realizado até que a variação da massa fosse inferior a 0,01g, quando se considerou a massa constante.

Para cada intervalo de pesagem monitorou-se a temperatura da superfície da amostra em quatro diferentes posições do leito de folhas, com o auxílio do termômetro de infravermelho

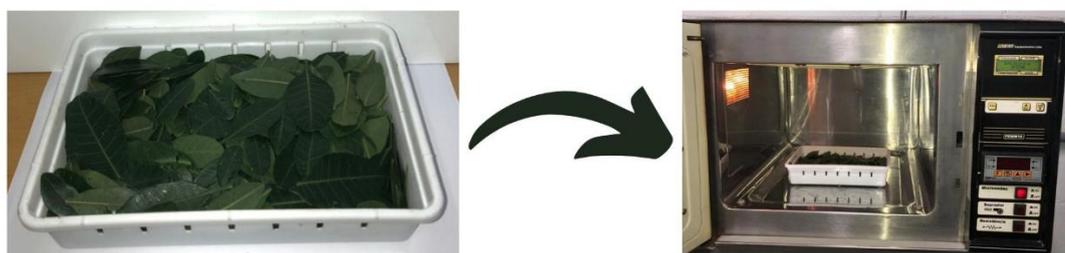
(modelo UT3000A, marca Contemp, precisão de  $\pm 2^\circ\text{C}$ ). Os experimentos foram realizados em duplicatas para cada condição analisada. Mediante a obtenção dos dados experimentais foram calculados o adimensional de umidade (MR) e a taxa de secagem ( $dX/dt$ ), através das Equações 4.7 e 4.8.

$$MR = \frac{X_t - X_e}{X_i - X_e} \quad (4.7)$$

$$\frac{dX}{dT} = \frac{X_{t-dt} - X_t}{dt} \quad (4.8)$$

Onde: MR é a umidade adimensional,  $X_t$  é a umidade da folha em um dado tempo  $t$ ,  $X_i$  é a umidade inicial das folhas de aroeira,  $X_e$  é a umidade de equilíbrio dinâmico obtida no final da secagem,  $dt$  é o intervalo de tempo entre 2 medidas consecutivas.

Figura 4. 5. Amostras de folhas de aroeira dispostas em bandeja de plástico para secagem em micro-ondas



Fonte: Acervo pessoal.

#### 4.5 Retenção da cor

A análise de coloração das folhas foi efetuada com o auxílio do espectrofotômetro modelo CM-5 da marca Konica Minolta®, antes e após a secagem do material vegetal. Os resultados foram avaliados com base nos parâmetros colorimétricos  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  da escala CIELab, com luminosidade D65,  $10^\circ$  do ângulo de observação e diâmetro de abertura de medição de 8 mm. Foram excetuadas medições em posições diferentes ao longo da superfície da folha (Figura 4.6) para determinação do valor médio para cada folha.

Para a análise de coloração das folhas *in natura* foram medidas 10 folhas (aproximadamente 1,5 g), e para as folhas secas também foram utilizadas 10 folhas para cada ensaio experimental realizado. A variação total de cor ( $\Delta E^*$ ) das folhas secas foi estimada pela

Equação 4.9:

$$\Delta E^* = \sqrt{(L_{final}^* - L_{inicial}^*)^2 + (a_{final}^* - a_{inicial}^*)^2 + (b_{final}^* - b_{inicial}^*)^2} \quad (4.9)$$

Figura 4. 6. Pontos aferidos na superfície foliar para avaliação da cor.



Fonte: Acervo pessoal.

#### 4.6 Análise de Clorofila

No caso de folhas, a quantificação dos parâmetros cromáticos por métodos colorimétricos pode ser dificultada pela variabilidade inerente desses atributos, uma vez que a intensidade de cor depende de inúmeros fatores associadas às condições climáticas e de cultivo que não podem ser controladas. Tendo em vista que a clorofila é o principal pigmento responsável pela cor verde, optou-se por medir também a concentração de clorofila das folhas *in natura* e após a secagem. O teor de clorofila presente nas folhas de aroeira secas ou *in natura* foi estimado por meio da adaptação no método de Arnon (1949).

Para essa determinação, foi colocada em tubos falcon, aproximadamente 0,1 g da amostra pulverizada das folhas e adicionou-se 10 mL de acetona 80%. Em seguida, a amostra foi agitada em incubadora com agitação orbital (modelo TE-420, Tecnal) por 1 min e em seguida foi centrifugada em centrífuga universal (modelo Z300k, Hermle LaborTechnik) por 10 min a 500 rpm. O sobrenadante foi transferido para um balão volumétrico de 25 mL, completando-se esse volume com acetona a 80% (v/v). Posteriormente, com a obtenção do extrato, foram efetuadas as leituras de absorbâncias em espectrofotômetro (modelo Femto – 700 plus) com comprimento de onda de 480 nm, 645 nm e 663 nm.

As concentrações de clorofila *a*, *b* e clorofila total foram calculadas utilizando as Equações (4.10), (4.11) e (4.12), propostas por ARNON (1949), AMARANTE et al. (2008),

BARBIERI JUNIOR et al. (2010) e DANIEL et al. (2016).

$$Ca = 12,7A_{663} - 2,69A_{645} \quad (4.10)$$

$$Cb = 22,9A_{645} - 4,68A_{663} \quad (4.11)$$

$$C_{total} = (12,7A_{663} - 2,69A_{645}) + (22,9A_{645} - 4,68A_{663}) \quad (4.12)$$

## 4.7 Extração e compostos bioativos

### 4.7.1 Preparação dos extratos

Para preparação dos extratos, foi utilizada 1 g de folhas secas trituradas em um moinho de facas (modelo A-10, Analytical Mill – Tekmar). A extração foi feita por maceração em solução de etanol 98%, na proporção de sólido solvente de 1:20 (0,05 g/mL) em incubadora com agitação orbital Tecnal<sup>®</sup> (modelo TE-420), em temperatura de 25°C por 7 dias. Posteriormente, a mistura foi filtrada à vácuo com bomba (modelo 400-1909, Barnant C.O., Barrington). Os extratos obtidos foram utilizados para determinar a concentração de compostos fenólicos totais e a atividade antioxidante. Para cada análise foram realizadas medidas em duplicata. A Figura 4.7 ilustra como o procedimento de preparação dos extratos.

Figura 4. 7. Procedimento de preparação dos extratos vegetais



Fonte: Acervo pessoal.

#### 4.7.2 Determinação da atividade antioxidante

A avaliação do potencial antioxidante dos extratos foi efetuada por meio do método do radical DPPH• (2,2- difenil-1-picrilhidrazila). Para determinação da atividade antioxidante os extratos foram diluídos em etanol para concentração de 0,009 g/mL. Uma alíquota de 0,1 mL de extrato diluído e 3,9 mL da solução metanólica de radicais DPPH (concentração 60µM). Após 30 min de reação sob abrigo da luz, realizou-se a leitura da absorbância das amostras em espectrofotômetro Femto® (modelo 700 plus), com comprimento de onda de 515 nm. A leitura foi realizada em intervalos de 5 min até obter a estabilização com 4h. Os ensaios foram realizados em triplicata para cada condição experimental. A leitura da curva padrão foi obtida através da Equação 4.13 com R<sup>2</sup> igual a 0,9997 (a curva foi construída em um intervalo de concentrações de 0,10 a 60µM).

$$y = 0,0141x + 0,0055 \quad (4.13)$$

A verificação da porcentagem de inibição do radical DPPH foi estimada pela Equação 4.14.

$$AA (\%) = \left(1 - \frac{A_1}{A_0}\right) \times 100 \quad (4.14)$$

Onde: A<sub>0</sub> corresponde a absorbância da amostra controle e A<sub>1</sub> a absorbância da solução de extrato etanólico.

#### 4.7.3 Determinação do teor de compostos fenólicos

Os compostos fenólicos totais (CFT) foram determinados através da adaptação do método espectrofotométrico Folin-Ciocateau (SINGLETON; ROSSI, 1965). Os extratos foram diluídos em etanol para concentração equivalente a 0,025 g/mL e 0,009 g/mL para as folhas secas e *in natura*, respectivamente. Uma alíquota de 0,2 mL de extrato diluído foi transferida para um erlenmeyer, seguido da adição de 0,5 mL de reagente Folin-Ciocateau 2M e 6,0 mL de água destilada. A mistura foi agitada manualmente e mantida em repouso por 5 min. Em seguida, foram adicionadas 1,5 mL de carbonato de sódio 20% e o volume foi ajustado com água destilada para um total de 10,0 mL. A solução foi mantida no escuro, em incubadora com agitação orbital Tecnal® (modelo TE-420), por 1h. Após esse período, a absorbância das amostras foi medida em um comprimento de onda de 760 nm e registradas por meio de um

espectrofotômetro Femto® (modelo 700 plus). Como branco foi utilizada uma solução com as mesmas proporções de reagente utilizadas no procedimento, porém sem a adição do extrato.

Os resultados são expressos em miligramas equivalentes de ácido gálico (EAG) por grama de folha em massa seca ( mg EAG/g.bs). A leitura da curva padrão foi obtida com base na Equação 4.15. A curva foi construída utilizando ácido gálico em concentrações variação de 0,20 a 500 µg/mL ( $R^2=0,9984$ ). As absorvâncias foram lidas em triplicatas para cada extrato.

$$y = 0,0005x + 0,021 \quad (4.15)$$

#### 4.8 Planejamento Experimental

Com intuito de avaliar estatisticamente os efeitos das variáveis operacionais tempo e potência durante a secagem das folhas de aroeira em micro-ondas, os experimentos foram realizados conforme um delineamento composto central rotacional (DCCR) para 2 variáveis independentes, ou seja,  $2^2$ , incluindo 4 ensaios nas condições axiais ( $\alpha=1,41$ ) e 3 repetições no ponto central, totalizando 11 ensaios. Os níveis e intervalos das variáveis independentes foram escolhidos com base nos resultados dos ensaios preliminares efetuados para diferentes potências efetivas de micro-ondas. A Tabela 4.1 apresenta os níveis das variáveis utilizados.

Com o auxílio do *software* STATISTICA 7.0 foram calculados os efeitos dos fatores investigados nos parâmetros de qualidade: umidade final, parâmetros colorimétricos, fenóis e atividade antioxidante, e consumo efetivo de energia das micro-ondas. Foi efetuada a análise estatística e determinados os parâmetros de confiança significativos para o processo com 95% de confiança ( $p<0,05$ ) e 90% de confiança ( $p<0,1$ ).

As variáveis codificadas ( $x_i$ ) foram calculadas pelas equações 4.16 e 4.17:

$$X_1 = \frac{Potência - 2,5}{1,41} \quad (4.16)$$

$$X_2 = \frac{Tempo - 175}{75} \quad (4.17)$$

Em que: Potência (W/g) e Tempo de secagem (min)

Tabela 4. 1. Variáveis independentes e níveis do planejamento DCCR 2<sup>2</sup>.

| Variáveis      | Níveis |     |     |     |       |
|----------------|--------|-----|-----|-----|-------|
|                | -1,41  | -1  | 0   | +1  | +1,41 |
| Potência (W/g) | 0,5    | 1,1 | 2,5 | 3,9 | 4,5   |
| Tempo (min)    | 75     | 104 | 175 | 246 | 275   |

Fonte: Acervo pessoal.

Para a obtenção dos modelos preditivos em função das variáveis independentes foram realizadas análises de regressão múltipla não lineares no *software* STATITICA 7.0, com os parâmetros ajustados pelo método dos mínimos quadrados quadrados (BOX, HUNTER & HUNTER, 2005). As equações empíricas ajustadas são expressas pela Equação 4.18.

$$\hat{y} = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 \quad (4.18)$$

Onde:  $\hat{y}$  é a variável resposta,  $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \dots$  são os coeficientes de regressão ajustados e  $x_1$  e  $x_2$  são as variáveis codificadas.

#### 4.9 Função desejabilidade

A técnica baseada na função desejabilidade, descrita no tópico 3.7.1, foi aplicada para maximizar a função desejabilidade global D, em relação aos fatores controláveis, com base nas superfícies de resposta ajustadas, utilizando o *software* STATISTICA 7.0.

Após ajustados os modelos das superfícies de respostas, foram definidos os valores das desejabilidades individuais, com valores que variaram de 0 a 1, considerando-se 1 como um valor muito desejável para a variável analisada e 0 como um valor totalmente indesejável. O processo de otimização foi realizado visando obter condições de potência e tempo de secagem para maximizar a concentração de compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA), com umidade final em valores adequados de armazenamento.

O critério para definir a umidade final (b.u %) desejada foi baseado nos valores estabelecidos pela Farmacopeia Brasileira, que sugere que a umidade adequada para o armazenamento de folhas situa-se na faixa de 8% a 14%, base úmida. Desta forma, foi utilizado como valor mais desejável (d=1), a umidade a 9%, os valores não desejáveis (d=0) foram representados pela umidade igual a 6% e 14%, que representam valores que podem degradar a estrutura do material ou não secá-los de forma correta.

Para o CFT, considerou-se os dados obtidos no planejamento fatorial, o valor adotado como máximo (d=1) foi representado por 94 mg EAG/ g b.s, os valores mínimos (d=0) foram atribuídos aos menores teores de CFT 22 mg EAG/ g b.s e 58 mg EAG/ g b.s, respectivamente. Já para a AA, os maiores valores representam a maior capacidade de atividade antioxidante. Sendo assim, optou-se por utilizar 85% de AA, como o valor máximo (d=1), os valores mínimos foram representados pelas menores porcentagem de inibição da AA (60% e 70%, respectivamente).

Em relação ao consumo efetivo de energia, utilizou-se como valor alvo para a maior desejabilidade (d=1), o menor consumo energético (7 kWh/kg) que foi capaz de secar as folhas à umidade adequada de armazenamento. Para os valores indesejáveis (d=0), optou-se por utilizar os limites inferior (3,5 kWh/kg) e superior de consumo (10 kWh/kg) entre as condições testadas no planejamento. Por fim, aplicou-se a Equação 3.2 para obter a desejabilidade global (D) do processo para a secagem das folhas de aroeira.

#### 4.10 Consumo efetivo de energia

A fim de se comparar o consumo efetivo de energia na secagem por micro-ondas em diferentes condições, estimou-se o gasto de energia na operação através da Equação 4.19, considerando a potência efetiva aplicada e o tempo de operação.

$$\text{Consumo} \left[ \frac{kWh}{Kg} \right] = \frac{\text{Potência (W)} * \text{Tempo (h)}}{1000} \quad (4.19)$$

Onde:

Potência (W) = potência efetiva aplicada; Tempo (h) = horas de uso do equipamento.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Caracterização

#### 5.1.1 Propriedades morfológicas e físico-químicas da folhas de aroeira

Na Tabela 5.1 são apresentados os valores das propriedades morfológicas e físico-químicas das folhas de aroeira. As propriedades medidas foram diâmetros de Feret ( $d_F$ ) máximo e mínimo, diâmetro médio ( $d_m$ ), largura ( $w$ ), comprimento ( $l$ ), massa específica aparente ( $\rho_{ap}$ ), esfericidade ( $\varphi$ ), espessura ( $\delta$ ), umidade inicial ( $M_i$ ), umidade em base seca ( $M_s$ ), perímetro ( $P$ ), área projetada ( $A_{proj}$ ), área superficial ( $A_{sf}$ ), volume da folha ( $V_f$ ).

Tabela 5. 1. Propriedades morfológicas e físico-químicas das folhas de aroeira *in natura*.

| Propriedades                     | Folha de aroeira |
|----------------------------------|------------------|
| df máx [cm]                      | 5,9±0,4          |
| df min [cm]                      | 2,9±0,3          |
| dm [cm]                          | 4,4±0,3          |
| w [cm]                           | 3,0±0,4          |
| l [cm]                           | 6,0±0,7          |
| $\rho_{ap}$ [g/cm <sup>3</sup> ] | 0,72±0,01        |
| $\varphi$ [-]                    | 0,13             |
| $\delta$ [mm]                    | 0,28±0,02        |
| Mi [b.u%]                        | 64,50±0,01       |
| Ms [b.s]                         | 1,82±0,07        |
| P [cm]                           | 16,3±1,4         |
| Aproj [cm <sup>2</sup> ]         | 12±2             |
| Asf [cm <sup>2</sup> ]           | 24±4             |
| Vf [cm <sup>3</sup> ]            | 0,68±0,09        |
| Asf/Vf [cm <sup>-1</sup> ]       | 35,4             |

Nota: média, ( $\pm$ desvio padrão)

Fonte: Acervo pessoal.

Segundo a Tabela 5.1 as folhas apresentaram comprimento de  $6,0 \pm 0,7$  cm que está entre os valores relatos por SALVI JUNIOR (2013) para as folhas de aroeira (2,5 a 12 cm). A espessura foi igual a  $0,28 \pm 0,02$  mm e é condizente com os dados de BERBERT et al. (2019) e GONELI et al. (2014) para as folhas de aroeira (0,14 e 0,36 mm, respectivamente).

As folhas apresentaram uma baixa esfericidade (0,13), elevada área superficial ( $24,3 \pm 3,5$  cm<sup>2</sup>) e volume pequeno ( $0,68 \pm 0,09$  cm<sup>3</sup>). A esfericidade das folhas de aroeira foi similar às das folhas de pitangueira (0,123), hortelã ( $0,12 \pm 0,01$ ) e levemente superior à da folha de oliveira ( $0,10 \pm 0,01$ ). Considerando a morfologia das folhas, esses resultados são característicos e estão

de acordo com os valores citados na literatura para as diversas espécies de folhas (CANABARRO, 2019; FREITAS, 2015; LIMA, 2013; ROSANOVA, 2017; SILVA, 2021).

O conteúdo de umidade obtido para as folhas de aroeira *in natura* foi de 1,82 g/g, em base seca e  $64,50 \pm 0,01\%$ , em base úmida. Os valores obtidos estão de acordo com os encontrados por BERBERT et al. (2019), GONELI et al. (2014) e SILVA (2021) para as folhas de aroeira (58%, 65% e 66% em base úmida, respectivamente).

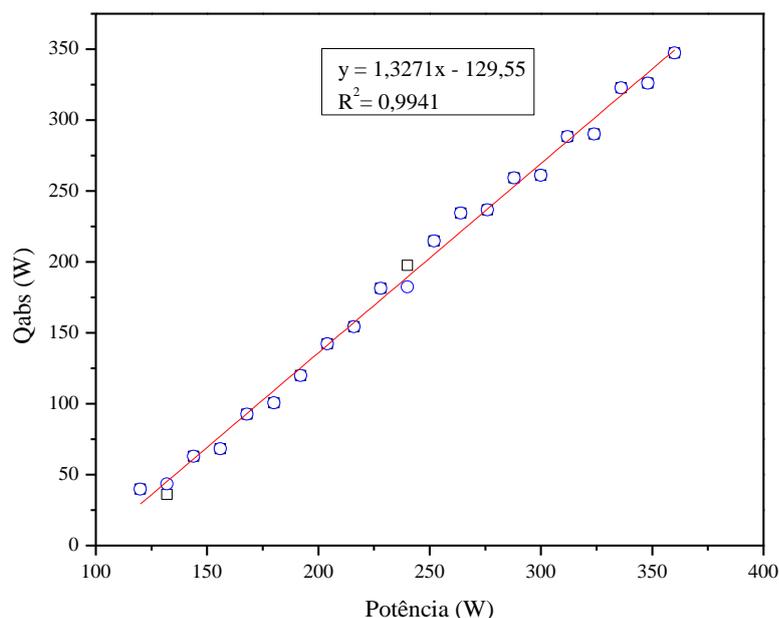
Ao analisar os desvios padrões das medidas realizadas nas folhas de aroeira, os valores mais significativos foram para área projetada (14%), área superficial (14%) e volume (14%), sendo os demais entre 1 a 11% em relação ao valor médio das medições realizadas. Os variações significativas nas dimensões lineares são esperadas para as folhas, pois apresentam combinações de dimensões básicas, de forma que os desvios são elevados ao quadrado e cubo, respectivamente. Outra possível explicação seria a variabilidade das propriedades físicas e perfis químicos que podem ser alteradas pelo período sazonal, características do material e época do cultivo e colheita.

## **5. 2 Secagem das folhas de aroeira em micro-ondas**

### **5.2.1 Aferição da potência do micro-ondas**

A Figura 5.1 apresenta os resultados da aferição da potência e mostra a energia absorvida pela massa de água em função da potência nominal aplicada. É possível constatar que para potências nominais abaixo de 200 W há uma diferença significativa entre a potência nominal aplicada e a potência real, e que os valores tendem a se aproximar para potências acima de 300 W. A equação ajustada apresentou  $R^2$  igual a 0,9948 e desvio padrão médio equivalente a 2%, variando de 1% a 10%, em relação as medidas realizadas, o que confirma o relato de JAMES et al. (2002), sendo a potência real do forno de micro-ondas diferente da potência nominal. Para a realização dos experimentos, uma vez fixada a potência de aquecimento desejada, utilizou-se a equação de aferição para estimar a potência nominal correspondente. Os resultados apresentados a seguir serão discutidos com base nos valores de potência específica real utilizado no procedimento experimental.

Figura 5. 1. Energia absorvida em função da potência aplicada.



Fonte: Acervo pessoal.

### 5.2.2 Secagem via micro-ondas

A Tabela 5.2 apresenta a descrição dos ensaios iniciais realizados para averiguar a influência das diferentes faixas de potência na velocidade de secagem das folhas de aroeira. Para uma massa fixa de 80 g, foram testadas potências nominais variando entre 132 W a 360 W, cobrindo a faixa operacional do equipamento. Nessas condições, as potências específicas variaram entre 0,56 W/g e 4,35 W/g.

Tabela 5. 2. Potências utilizadas nos ensaios iniciais de secagem via micro-ondas

| Ensaio       | Potência nominal (W) | Potência efetiva (W) | W/g  | M <sub>f</sub> (b.s) |
|--------------|----------------------|----------------------|------|----------------------|
| <b>EFT 1</b> | 132                  | 45,6                 | 0,56 | 0,10                 |
| <b>EFT 2</b> | 180                  | 109,3                | 1,36 | 0,08                 |
| <b>EFT 3</b> | 240                  | 189,0                | 2,36 | 0,05                 |
| <b>EFT 4</b> | 360                  | 348,2                | 4,35 | 0,07                 |

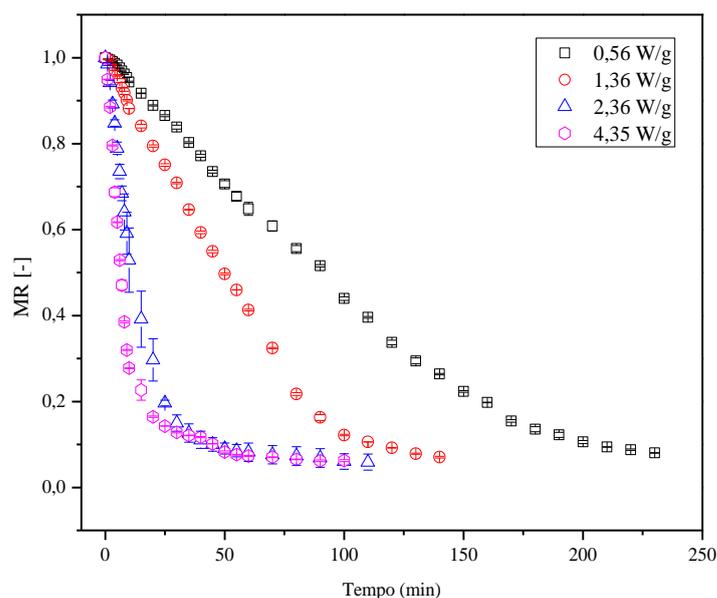
Fonte: Acervo pessoal.

Os dados experimentais de umidade em função do tempo de secagem para diferentes potências podem ser observados na Figura 5.2.

Nessa figura é possível verificar a redução no tempo de secagem com o aumento da potência aplicada. Comparando-se os ensaios EFT4 (348,2 W) com o EFT1 (45,6 W), observa-se que o tempo requerido para reduzir o valor de MR de 1 para 0,1 foi inferior a 50 min no

primeiro caso e aproximadamente 225 min no segundo. A redução no tempo de secagem é esperada porque a amostra absorve a energia adicional quando a potência é aumentada, o que contribui para uma maior agitação das moléculas de água contidas do interior das folhas de aroeira e maior dissipação de calor, resultando em aquecimento mais rápido e mais intenso do material.

Figura 5. 2. Adimensional de umidade em função do tempo para os ensaios com diferentes potências.



Fonte: Acervo pessoal.

No entanto, ao analisar as curvas para valores de potência acima de 2,36 W/g, nota-se que o aumento da potência teve menor influência na velocidade de secagem das folhas de aroeira. Isso ocorre porque, embora a remoção de umidade envolva mecanismos de transporte molecular que são favorecidos pelo aumento da temperatura (como a difusão de vapor, difusão de líquido e difusão superficial, entre outros), a resistência do meio é uma limitação importante ao transporte de massa sob condições de potência (e temperaturas) moderadas, a estrutura foliar e do próprio leito de folhas não são modificadas de forma significativa pelo aumento de temperatura, o que limita a movimentação molecular e o efeito favorável da temperatura no processo. Na Figura 5.2, observa-se que ao utilizar potência inferior a 1,0 W/g (ensaio EFT1), a queda de umidade foi bem mais lenta em comparação com as demais potências utilizadas, sugerindo que nessas condições a taxa de aquecimento é muito baixa, resultando em menores taxas de vaporização de água.

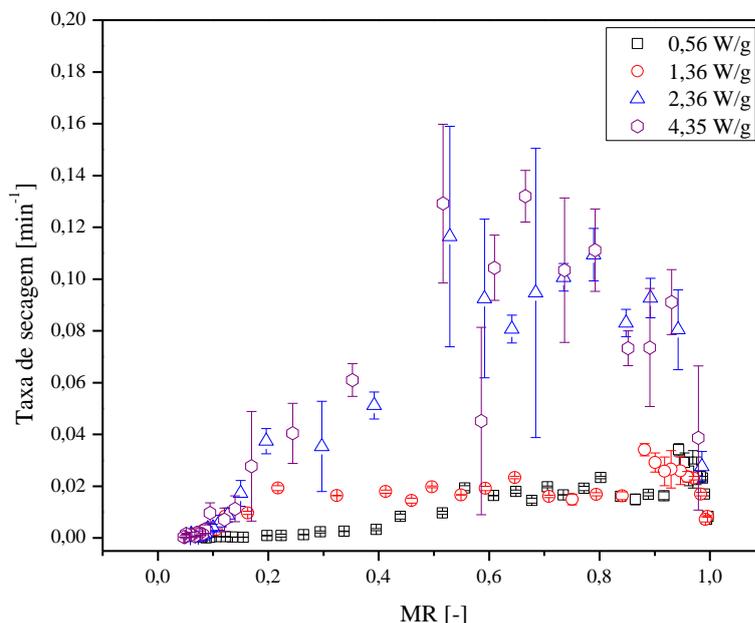
Segundo ZHANG et al. (2006), se a energia convertida em energia interna a partir das micro-ondas for maior do que a necessária para a evaporação da água, pode ocorrer o superaquecimento do material. No caso das folhas, isso pode acarretar danos à estrutura da matriz vegetal, degradação dos compostos ativos, perda de rendimento de extração e deterioração da qualidade sensorial.

OLADELE e JIMOH (2017) secaram folhas de *Ocimum gratissimum* em secador micro-ondas e relataram a redução nos tempos de secagem com o aumento da potência. Segundo os autores isso ocorre devido às características de aquecimento volumétrico de micro-ondas, onde as amostras são submetidas a uma diferença de pressão de vapor significativamente alta entre o centro e a superfície, tornando a transferência de umidade das amostras mais rápida à medida que a potência aplicada aumenta.

Os tempos de secagem obtidos no presente estudo foram significativamente menores em comparação com resultados obtidos em estudos anteriores apresentados na literatura para a secagem de aroeira com ar aquecido. SILVA (2021) avaliou a secagem das folhas de aroeira em estufa com renovação de ar, utilizando amostras com aproximadamente 10 g, e observou que os tempos de secagem para as temperaturas de 40°C, 50°C e 60°C, foram 895 min, 560 min e 435 min, respectivamente. Utilizando a estufa de convecção natural, os tempos foram de 700 min a 50°C, 400 min a 60°C e 250 min a 70°C. Ao comparar os resultados obtidos usando a menor temperatura usada na estufa com a menor potência do micro-ondas, houve uma redução de 70% no tempo de secagem para a estufa com renovação de ar e 62% com a estufa de ar convectivo, lembrando que no micro-ondas foram utilizadas maiores massas de amostras. A redução no tempo de secagem é apontada na literatura como uma das vantagens do uso do micro-ondas para a secagem de folhas fitoterápicas.

A cinética de secagem para as folhas de aroeira é caracterizada por diferentes etapas. A energia das micro-ondas é convertida em energia interna no interior do material. Inicialmente, a temperatura da amostra aumenta, até que a atividade de água no interior do material atinge um valor maior do que no ambiente e a umidade começa a ser removida. No período intermediário a taxa de secagem é elevada, em seguida ela cai até valores próximos de zero a medida que a quantidade de umidade no interior da amostra diminui. Conforme pode ser visto na Figura 5.3 os valores de taxa aumentaram com a elevação da potência aplicada, pois potências mais altas dissipam mais calor para o aquecimento do material. Assim, os maiores valores de taxas de secagem foram encontrados para as potências de 4,35 W/g (0,13 min<sup>-1</sup>), seguido por 2,36 W/g (0,10 min<sup>-1</sup>), e valores bem inferiores foram observados para as potências de 1,36 W/g (0,032 min<sup>-1</sup>) e 0,56 W/g (0,027 min<sup>-1</sup>), respectivamente.

Figura 5. 3. Taxa de secagem em função da umidade adimensional para secagem das folhas de aroeira em diferentes potências.



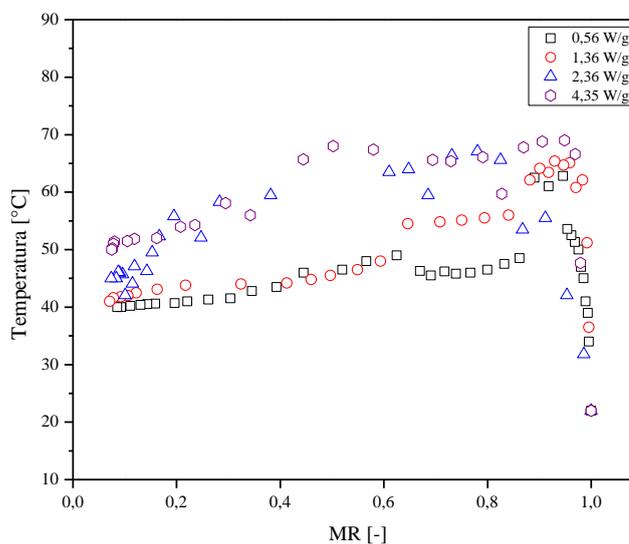
Fonte: Acervo pessoal.

Ao se avaliar as curvas para as potências de 1,36 W/g e 0,56 W/g foi possível observar que as secagens nestas potências foram baixas, com um período inicial de indução, no qual a amostra é aquecida, seguido por um longo período de secagem praticamente à taxa constante. Nessas condições, a secagem possivelmente está sendo limitada pelo baixo fornecimento de energia. Baixas temperaturas das amostras não favorecem o desenvolvimento de gradientes de pressão de vapor e nem induzem o estresse térmico, um fator adicional que pode facilitar a remoção de umidade pelo rompimento das estruturas celulares da matriz vegetal (AHMED, 2018).

As curvas dos ensaios com potências de 2,36 W/g e 4,35 W/g apresentaram o período inicial de indução, seguido por um período de secagem a taxa decrescente. A secagem em taxa decrescente sugere que o processo é controlado por mecanismos internos de migração de umidade (que inclui-se o transporte por capilaridade, difusão de líquido e de vapor) (FUMAGALLI, 2003; ROSA, 2010). O comportamento da secagem à taxa decrescente foi observado na literatura para a secagem de folhas de aroeira (SILVA, 2021; BERBERT et al., 2019; GONELI et al., 2014) e de outras espécies de folhas, como pitangueira e oliveira CANABARRO (2019), hortelã (ROSANOVA et al., 2017), barbatimão (GARDENAL, 2022), eucalipto (FREITAS, 2015) e manjeriço (LIMA, 2013).

Para uma avaliação da dinâmica de aquecimento do material mediu-se a temperatura da superfície da amostra ao longo da secagem. A Figura 5.4 mostra a variação da temperatura da amostra ( $T_f$ ) em função da umidade para as diferentes potências avaliadas na secagem.

Figura 5. 4. Temperatura das folhas de aroeira em função da umidade.



Fonte: Acervo pessoal.

É possível verificar que a temperatura da superfície da amostra ( $T_f$ ) em média, aumentou com a elevação da potência aplicada. Considerando a região intermediária das curvas de taxa de secagem ( $0,2 < MR < 0,8$ ), nota-se que para a potência de 4,35 W/g a temperatura oscilou entre 52°C e 68°C, enquanto para as potências de 0,56 W/g e 1,36 W/g, os valores ficaram aproximadamente entre 40°C e 45°C, e entre 42°C e 55°C, respectivamente.

Ao analisar a Figura 5.4 percebe-se que a variação da temperatura segue um padrão consistente com a variação observada nas taxas de secagem observados na Figura 5.3. Nota-se o aumento brusco da temperatura no início da secagem, o que caracteriza o rápido aquecimento do material. Nesse período, parte da energia fornecida está sendo usada para o aquecimento da amostra, caracterizando o período de indução. Após o aquecimento inicial, toda a energia é utilizada para remoção da umidade, região em que a taxa de secagem atinge valores elevados, enquanto a temperatura decai gradualmente até o fim da secagem. Segundo SCHIFFMAN (1995) a remoção de água faz com que a constante dielétrica do material diminua e assim o aquecimento tende a ser menor.

No geral, as temperaturas observadas nas potências de 0,56 W/g e 1,36 W/g foram, em média, significativamente inferiores às alcançadas nas potências de 2,36 W/g e 4,35 W/g. Ainda sim, nota-se que para as maiores potências, a maior temperatura alcançada na superfície da

amostra foi de cerca de 68°C, mantendo-se abaixo desse valor durante a maior parte do tempo de secagem.

### 5.3 Planejamento Fatorial DCCR 2<sup>2</sup>

Com base nos resultados dos ensaios preliminares foram selecionados os níveis a serem utilizados no planejamento experimental composto central rotacional (DCCR). O objetivo é identificar, através de modelos estatísticos e superfícies de resposta, as condições de operação que permitam obter um material com umidade adequada para armazenamento e/ou posterior processamento, com maior retenção de cor e maiores teores de clorofila, compostos fenólicos e atividade antioxidante. Os fatores analisados foram as variáveis independentes potência específica e o tempo de secagem. As variáveis respostas analisadas foram a umidade final, os parâmetros colorimétricos, teor de clorofila, teor de compostos fenólicos, atividade antioxidante dos extratos e consumo energético efetivo.

#### 5.3.1 Umidade final das folhas de aroeira

Na Tabela 5.3 é possível observar os fatores e níveis utilizados no planejamento experimental e os dados obtidos para a umidade final das amostras de folhas.

Tabela 5. 3. Resultados do planejamento fatorial para a umidade final (b.u %)

| <b>Ensaio</b> | <b>Potência (W/g)</b> | <b>Tempo (min)</b> | <b>M<sub>f</sub> (% b.u)</b> |
|---------------|-----------------------|--------------------|------------------------------|
| ECS1          | 3,9 (+1)              | 246 (+1)           | 7,5                          |
| ECS2          | 3,9 (+1)              | 104 (-1)           | 8,1                          |
| ECS3          | 1,1 (-1)              | 246 (+1)           | 9,0                          |
| ECS4          | 1,1 (-1)              | 104 (-1)           | 16,2                         |
| ECS5          | 4,5 (+1,41)           | 175 (0)            | 6,0                          |
| ECS6          | 0,5 (-1,41)           | 175 (0)            | 17,0                         |
| ECS7          | 2,5 (0)               | 275 (+1,41)        | 8,2                          |
| ECS8          | 2,5 (0)               | 75 (-1,41)         | 15,1                         |
| ECS9*         | 2,5 (0)               | 175 (0)            | 9,0                          |
| ECS10*        | 2,5 (0)               | 175 (0)            | 9,0                          |
| ECS11*        | 2,5 (0)               | 175 (0)            | 9,2                          |

Nota: \* pontos centrais do planejamento. Fonte: Acervo pessoal.

Observa-se na Tabela 5.3 que a umidade final obtida variou de 6,0 a 17,0% em base úmida. A Farmacopeia Brasileira recomenda umidades na faixa de 8 a 14 % (b.u.) para o armazenamento de matérias-primas vegetais, sendo assim, valores de umidade acima de 14%, como observados nos ensaios ECS4, ECS6 e ECS8 não são recomendados.

É possível observar a proximidade nos valores de umidade para os ensaios dos pontos centrais (ECS9, ECS10 e ECS11) indicando a boa reprodutibilidade dos dados experimentais realizados no planejamento fatorial.

Uma análise estatística foi realizada com o auxílio do *software* STATISTICA 7.0 com base na técnica de regressão múltipla para identificar os efeitos dos coeficientes de regressão nas respostas. A Tabela 5.4 apresenta as variáveis independentes e suas interação na umidade final de secagem, para o limite de confiança igual a 90% (p-valor <0,1).

Tabela 5. 4. Significância dos coeficientes de regressão para umidade final de secagem do secador micro-ondas ( $R^2=93,94\%$ )

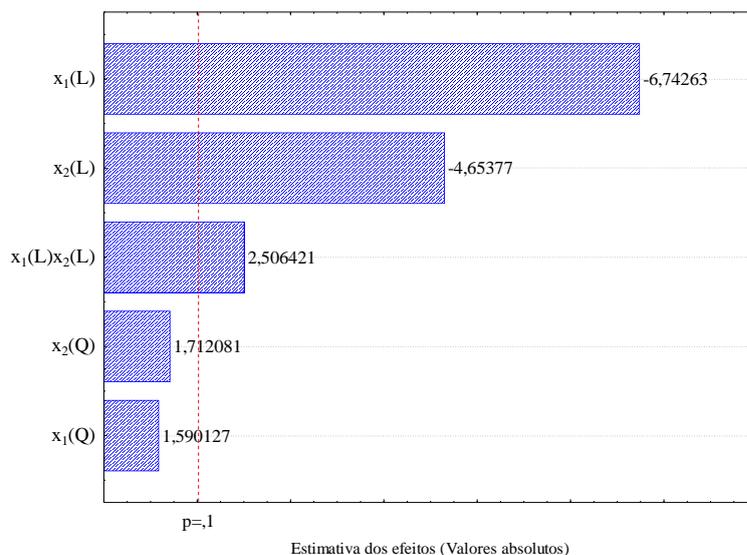
| Variáveis                      | Coeficientes de Regressão | Erro padrão | t(3)   | p-valor | -90% Limite de confiança | +90% Limite de confiança |
|--------------------------------|---------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média                          | 9,056                     | 0,760       | 11,918 | 0,0000  | 7,528                    | 10,592                   |
| x <sub>1</sub> (L)             | -3,142                    | 0,465       | -6,742 | 0,001   | -4,080                   | -2,202                   |
| x <sub>1</sub> (Q)             | 0,882*                    | 0,555*      | 1,590* | 0,172*  | -0,235*                  | 2,000*                   |
| x <sub>2</sub> (L)             | -2,168                    | 0,465       | -4,653 | 0,005   | -3,106                   | -1,223                   |
| x <sub>2</sub> (Q)             | 0,950*                    | 0,555*      | 1,712* | 0,147*  | -0,168*                  | 2,068*                   |
| x <sub>1</sub> .x <sub>2</sub> | 1,650                     | 0,658       | 2,182  | 0,054   | 0,324                    | 2,976                    |

Fonte: Acervo pessoal.

Onde x<sub>1</sub> e x<sub>2</sub> correspondem aos valores codificados da potência e tempo de secagem, respectivamente. Os termos lineares estão representados pela letra (L) e os quadráticos com a letra (Q).

Ao analisar o limite de confiança de 90%, os valores indicados com um asterisco apresentam p-valor superior ao estipulado (p-valor < 0,1), sendo assim, não são considerados estatisticamente significativos e podem ser eliminados do modelo. Na Figura 5.5 pode ser visualizado através do Diagrama de Pareto a influência dos efeitos das variáveis e suas interações sobre a umidade final das folhas de aroeria.

Figura 5. 5. Diagrama de Pareto para umidade final



Fonte: Acervo pessoal.

A Figura 5.5 ilustra a estimativa dos efeitos das variáveis calculadas através do teste “t” de Student. A linha vermelha tracejada que corta os efeitos padronizados indica a magnitude mínima dos efeitos estatisticamente significativos. Os valores que estão à direita são considerados significativos, enquanto que os da esquerda não apresentaram influência estatística sobre a variável dependente. Portanto, foi possível constatar que a potência exerce maior influência sobre a umidade final, seguida pelo tempo de secagem e pela interação entre as duas variáveis independentes.

Ao eliminar os termos  $x_1(Q)$  e  $x_2(Q)$  que não foram significativos para os ajustes, a análise torna-se estatisticamente mais relevante. Deste modo, a Tabela 5.5 ilustra somente os coeficientes considerados efetivos sobre a umidade final das folhas de aroeira.

Tabela 5. 5. Coeficientes de regressão estatisticamente significativos para umidade final no secador micro-ondas ( $R^2=88,83\%$ )

| Variáveis      | Coefficientes de regressão | Erro padrão | t(7)   | p-valor | -90% Limite de confiança | +90% Limite de confiança |
|----------------|----------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 10,390                     | 0,455       | 22,796 | 0,000   | 9,528                    | 11,254                   |
| $x_1(L)$       | -3,141                     | 0,543       | -5,872 | 0,006   | -4,154                   | -2,127                   |
| $x_2(L)$       | -2,168                     | 0,543       | -4,053 | 0,004   | -3,182                   | -1,154                   |
| $x_1(L)x_2(L)$ | 1,650                      | 0,755       | 2,182  | 0,065   | 0,217                    | 3,082                    |

Fonte: Acervo pessoal.

Conforme a Tabela 5.5, a potência  $x_1(L)$  e o tempo de secagem  $x_2(L)$  são as variáveis independentes que possuem  $p$ -valor  $< 0,1$ , desta forma, exercem influência significativa na umidade final das folhas de aroeira no secador micro-ondas. Os sinais negativos para a potência e tempo (-3,141 e -2,168, respectivamente), indicam que a redução de umidade das folhas é controlada por essas variáveis. Este resultado corresponde ao esperado, uma vez que a intensidade da potência aplicada está relacionada com a taxa de dissipação de calor, aquecimento da amostra e velocidade de secagem, como discutido no tópico 5.2.2, e o tempo de exposição à radiação também é determinante para a remoção de umidade.

A literatura reporta trabalhos que mostram a influência dessas variáveis independentes na secagem (BRAGA, 2016; CHUA et al., 2019; TORKI-HARCHEGANI et al., 2018; SOYSAL, 2005). Com base nos dados dos coeficientes obtidos, é possível observar que a potência apresenta efeito negativo, indicando que a redução da mesma resulta em altos valores de umidade no final da secagem, esse resultado é consistente, pois a redução na potência implica em menor fornecimento de energia para o aquecimento das folhas, e por consequência, em menor remoção de umidade. De forma similar, ao analisar o efeito do tempo de secagem das folhas, verifica-se que a variável independente possui efeito negativo sobre a umidade final de secagem, implicando que quanto maior o tempo, menor será a umidade final.

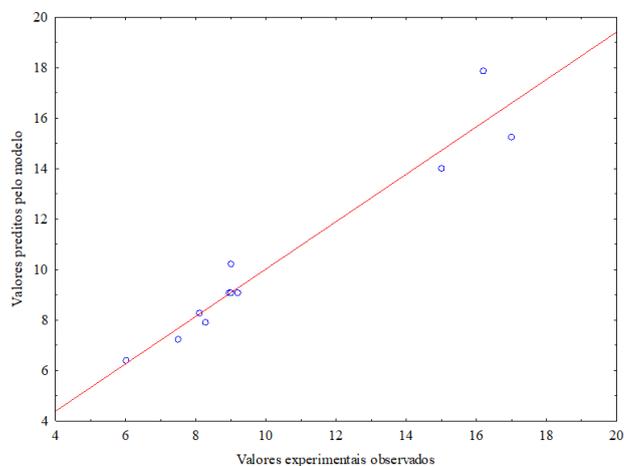
Mediante aos resultados estatísticos, foi possível obter a equação ajustada (Equação 5.1) que representa a umidade final das folhas de aroeira em secador micro-ondas em função das variáveis independentes codificadas, considerando os termos estatisticamente significativos ilustrados na Tabela 5.5.

$$Umidade = 10,390 - 3,141x_1 - 2,168 * x_2 + 1,650 * x_1x_2 \quad (5.1)$$

onde  $x_1$  corresponde à potência,  $x_2$  ao tempo de secagem e  $x_1x_2$  à interação entre a potência e o tempo, com todas as variáveis na forma codificada.

Além disso, o coeficiente de correlação múltipla obtido ( $R^2 = 88,83\%$ ) sugere um bom ajuste do modelo aos dados experimentais, para o limite de 90% de confiança. Outro indicativo da boa qualidade do ajuste é o gráfico de valores preditos pelo modelo em função dos valores observados, que é apresentado na Figura 5.6.

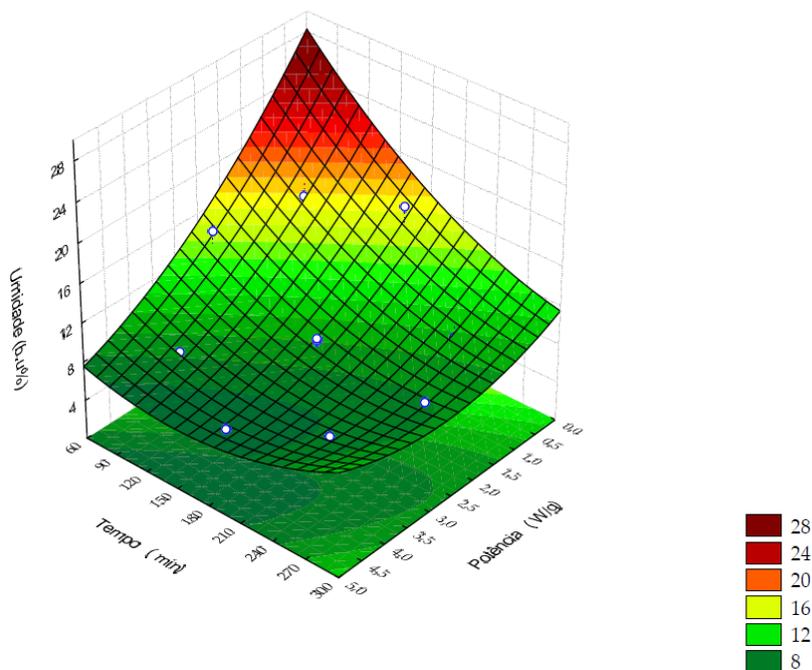
Figura 5. 6. Valores de umidade final (% em b.u.) preditos do modelo versus valores experimentais.



Fonte: Acervo pessoal.

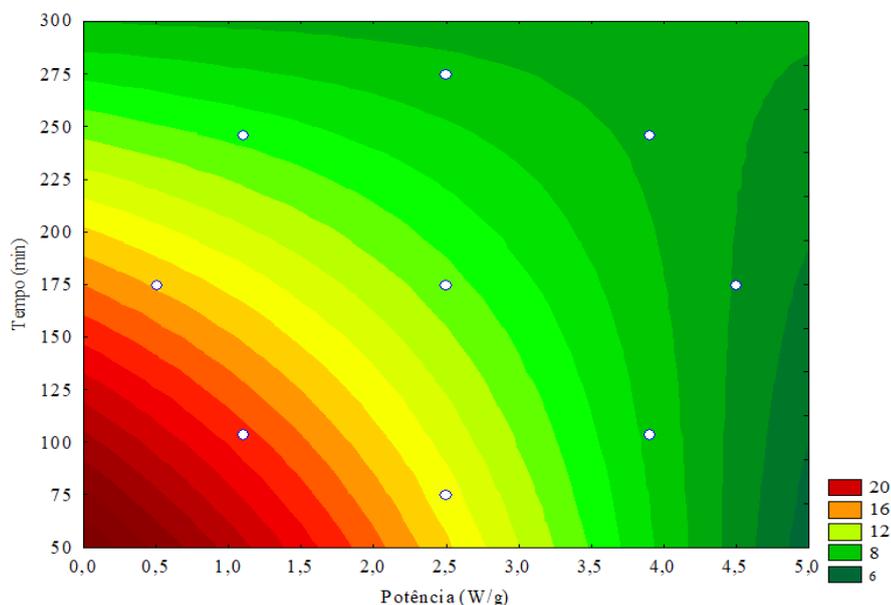
Com base na equação ajustada (Equação 5.1) foi possível obter as superfícies de respostas e curvas de contorno, para avaliar o comportamento da umidade final em função das variáveis independentes, conforme pode ser visualizado nas Figuras 5.7 e 5.8.

Figura 5. 7. Superfície de resposta da umidade em função da potência e tempo de secagem no secador micro-ondas.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5. 8. Curva de contorno da umidade em função da potência e do tempo de secagem no secador de micro-ondas.



Fonte: Acervo pessoal.

Observa-se pela Figura 5.7 e Figura 5.8 que a redução da potência e do tempo de secagem resultam em valores de umidade final elevados. A região com potências inferiores a 2,0 W/g em intervalos de tempo de 75 a 175 min, atingiram umidade final superior ao recomendado pela Farmacopeia Brasileira (8 a 14%). Ainda, são identificadas duas regiões com valores de umidade menores ou próximas de 10%, em base úmida. Uma delas está localizada na região com potências entre 1,0 W/g e 2,0 W/g e tempo de secagem superior a 250 min e a outra região com potência superior a 3,0 W/g e tempo de secagem superior a 175 min.

Para a região com potência acima de 4,0 W/g com tempo de secagem de 175 min ou superior, nota-se que a amostra atingiu umidade final de 6,0%, abaixo do mínimo recomendado para armazenamento. BABU et al. (2018) relatam que tempos de secagem longos podem acarretar em danos na qualidade do material vegetal. Potências de irradiações elevadas podem comprometer a estrutura vegetal das folhas degradando seus princípios ativos e prejudicando suas características sensoriais.

#### 5.4 Avaliação dos Compostos Fenólicos Totais e Atividade Antioxidante (AA)

Neste tópico será analisada a influência da potência e tempo de secagem nos parâmetros de concentração de compostos fenólicos totais (CFT) e atividade antioxidante (AA) dos extratos. A Tabela 5.6 apresenta os valores das variáveis respostas para os extratos das folhas

de aroeira após a secagem por micro-ondas em diferentes condições.

Tabela 5. 6. Efeitos da potência e tempo de secagem na concentração de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante dos extratos das folhas de aroeira.

| <b>Experimentos</b>     | <b>Potência<br/>[W/g]</b> | <b>Tempo<br/>[min]</b> | <b>CFT<br/>[mg EAG/g bs]</b> | <b>AA<br/>(%)</b> |
|-------------------------|---------------------------|------------------------|------------------------------|-------------------|
| <b>ECS1</b>             | 3,9                       | 246                    | 36,3 ± 2,8                   | 64,7 ± 1,3        |
| <b>ECS2</b>             | 3,9                       | 104                    | 59,6 ± 3,3                   | 75,1 ± 1,6        |
| <b>ECS3</b>             | 1,1                       | 246                    | 94,3 ± 1,4                   | 68,2 ± 2,3        |
| <b>ECS4</b>             | 1,1                       | 104                    | 22,0 ± 2,8                   | 89,6 ± 0,3        |
| <b>ECS5</b>             | 4,5                       | 175                    | 47,0 ± 1,0                   | 78,1 ± 0,6        |
| <b>ECS6</b>             | 0,5                       | 175                    | 65,6 ± 2,3                   | 91,2 ± 1,3        |
| <b>ECS7</b>             | 2,5                       | 275                    | 57,3 ± 2,8                   | 70,4 ± 1,6        |
| <b>ECS8</b>             | 2,5                       | 75                     | 40,6 ± 1,9                   | 86,7 ± 2,7        |
| <b>ECS9</b>             | 2,5                       | 175                    | 50,3 ± 1,4                   | 80,0 ± 0,6        |
| <b>ECS10</b>            | 2,5                       | 175                    | 55,0 ± 0,4                   | 79,1 ± 1,9        |
| <b>ECS11</b>            | 2,5                       | 175                    | 53,0 ± 2,2                   | 77,5 ± 0,3        |
| <b><i>In natura</i></b> | -                         | -                      | 138,00 ± 1,42                | 97,6 ± 2,61       |

Fonte: Acervo pessoal.

Nota-se que a concentração de CFT variou de 22,0 mg EAG/g.bs a 94,3 mg EAG/g.bs, dependendo da condição de secagem. Em relação ao valor de obtido para a folhas *in natura*, observamos reduções de 84 e 32%, respectivamente. A atividade antioxidante por sua vez variou entre 64,7 a 91,2%. Ao comparar com o valor obtido para as folhas *in natura*, obtemos reduções de 37 e 6,5%, respectivamente. Esses resultados são esperados pois EL-MASSRY et al. (2009), relatam que os CFT e AA presente nas folhas de aroeira *in natura* possuem como componentes principais os ácidos fenólicos e flavonoides, entretanto, a composição química de alguns compostos pode ser fortemente alterada após o processo de secagem degradando os compostos bioativos.

### Compostos Fenólicos

A análise estatística neste tópico seguiu o mesmo padrão apresentado no item 5.3.1. Desta forma, a Tabela 5.7 ilustra os coeficientes de regressão obtidos para as variáveis

independentes e suas interações no teor de compostos fenólicos totais (CFT).

Tabela 5. 7. Significância dos coeficientes de regressão para o teor de compostos fenólicos totais (CFT) ( $R^2=97,14\%$ )

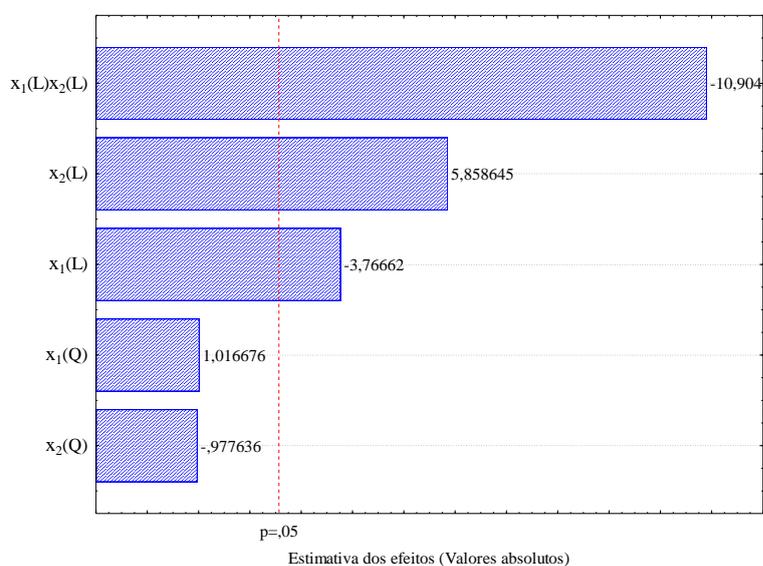
| Variáveis      | Coefficientes de regressão | Erro padrão | t(5)   | p-valor | -95% Limite de confiança | +95% Limite de confiança |
|----------------|----------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 52,765                     | 2,530       | 20,848 | 0,000   | 46,260                   | 59,271                   |
| $x_1(L)$       | -5,842                     | 1,551       | -3,766 | 0,013   | -9,829                   | -1,855                   |
| $x_1(Q)$       | 1,879*                     | 1,016*      | 1,016* | 0,355*  | -2,872*                  | 6,631*                   |
| $x_2(L)$       | 9,086                      | 5,858       | 5,856  | 0,002   | 5,098                    | 13,073                   |
| $x_2(Q)$       | -1,807*                    | -0,977*     | -0,97* | 0,373*  | -6,550*                  | 2,944*                   |
| $x_1(L)x_2(L)$ | -23,900                    | -10,904     | -10,35 | 0,001   | -29,534                  | -18,266                  |

Fonte: Acervo pessoal.

Onde:  $x_1$  e  $x_2$  correspondem aos valores codificados da potência e tempo de secagem, respectivamente. Os termos lineares estão representados pela letra (L) e os quadráticos com a letra (Q).

Para o limite de confiança de 95%, os valores seguidos por asterisco apresentaram p-valor superior ao estipulado ( $p\text{-valor} < 0,05$ ), entretanto, não são considerados estatisticamente significantes, podendo ser excluídos do modelo de regressão. A Figura 5.9 ilustra a influência dos efeitos das variáveis ou interações na estimativa dos CFT.

Figura 5. 9. Diagrama de Pareto para o CFT



Fonte: Acervo pessoal.

Conforme apresentado na Figura 5.9 é possível observar que a potência possui efeitos negativos (-3,766), o que indica que o aumento desse parâmetro resulta em menores concentrações de CFT. O tempo de secagem apresentou efeito positivo (5,858) demonstrando que o aumento desse fator resulta em maiores concentrações de CFT. O efeito mais expressivo (com valor negativo) é o da interação entre a potência e o tempo de secagem indicando que existe uma combinação dessas variáveis independentes que proporciona baixos valores de CFT.

Ao analisar a Tabela 5.7 e a Figura 5.9 foi notório que somente os termos lineares apresentaram coeficientes significativos, com isso foram excluídos do modelo os termos quadráticos  $x_1(Q)$  e  $x_2(Q)$ . Sendo assim, a Tabela 5.9 apresenta os coeficientes de regressão considerados estatisticamente significativos no intervalo de confiança de 95% para o CFT.

Tabela 5. 8. Coeficientes de regressão significativos das variaáveis independentes nos CFT ( $R^2=95,54\%$ )

| Variáveis      | Coefficiente de regressão | Erro padrão | t(7)   | p-valor | -95% Limite de confiança | +95% Limite de confiança |
|----------------|---------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 52,812                    | 1,396       | 37,953 | 0,000   | 49,516                   | 56,119                   |
| $x_1(L)$       | -5,842                    | 1,638       | -3,565 | 0,009   | -9,716                   | -1,968                   |
| $x_2(L)$       | 9,086                     | 1,638       | 5,548  | 0,001   | 5,212                    | 12,962                   |
| $x_1(L)x_2(L)$ | -23,900                   | 2,315       | -10,32 | 0,000   | -29,375                  | -18,425                  |

Fonte: Acervo pessoal.

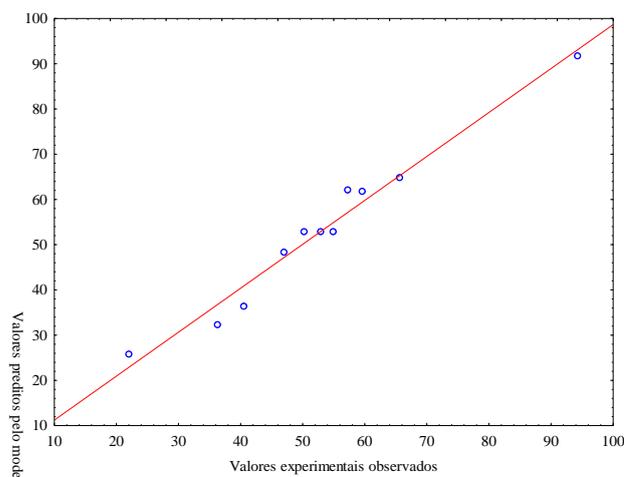
Através da Tabela 5.8 é possível observar as variáveis de maior influência no teor de compostos fenólicos totais (CFT), com seus respectivos valores de coeficientes de regressão, erro padrão, teste-t, p-valor e os intervalos de confiança. Além disso, o alto valor de coeficiente de correlação ( $R^2=95,54\%$ ) aponta um bom ajuste do modelo aos dados experimentais, para um limite de confiança de 95%.

Deste modo, a equação ajustada para estimativa do teor de compostos fenólicos totais (CFT) em função das variáveis independentes é dada pela Equação 5.2.

$$CFT = 52,812 - 5,8428 * x_1 + 9,086 * x_2 - 23,900 * x_1x_2 \quad (5.2)$$

Foi construído o gráfico dos valores preditos pelo modelo em função dos valores experimentais observados representados na Figura 5.10, que comprovam o bom ajuste do modelo aos dados experimentais.

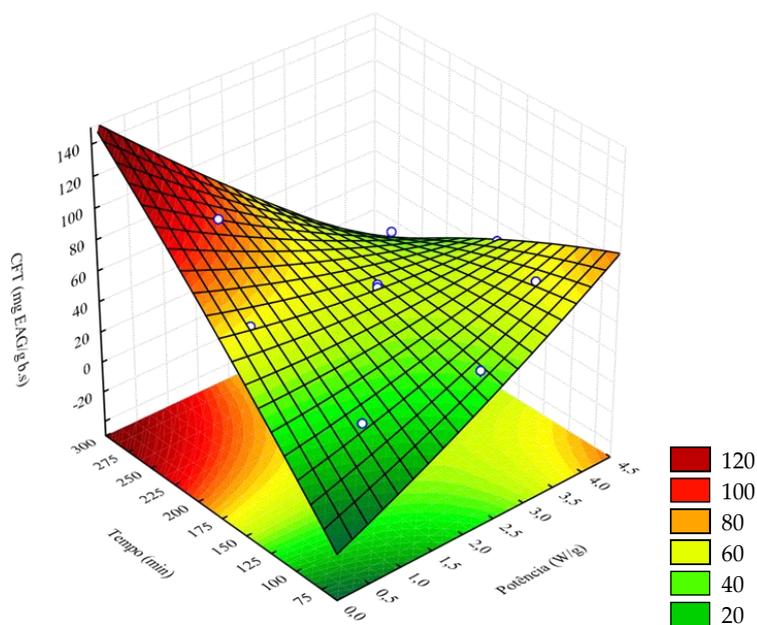
Figura 5. 10. Valores de CFT preditos pelo modelo versus valores experimentais.



Fonte: Acervo pessoal.

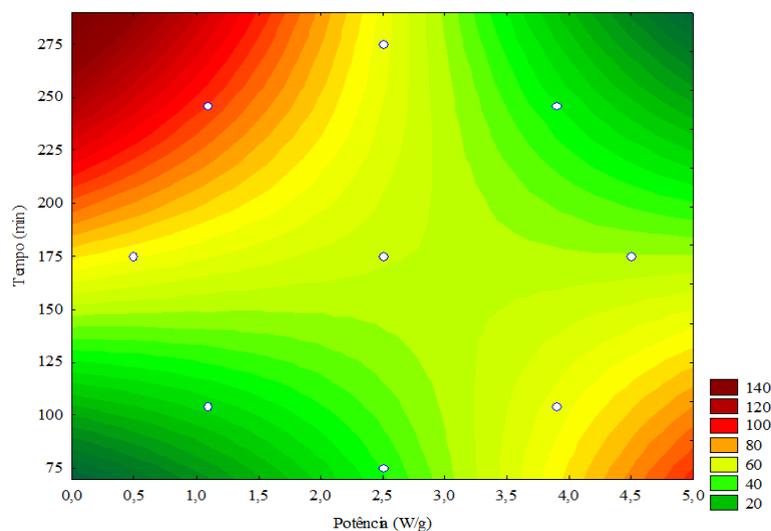
Com base nas análises estatísticas realizadas, identificou-se que o modelo é representativo, sendo possível construir a superfície de resposta e a curva de contorno, ilustradas nas Figuras 5.11 e 5.12 que representam a relação entre a concentração CFT e as variáveis independentes e possibilitam identificar uma região que forneça as maiores concentrações para os CFT.

Figura 5. 11. Superfície de resposta para o CFT.



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5. 12. Curva de contorno para o CFT.



Fonte: Acervo pessoal

Segundo as Figuras 5.11 e 5.12, as maiores concentrações de CFT são encontradas para as regiões de combinação de potências baixas (inferiores a 2,0 W/g) e maiores tempos de secagem. Com base no modelo ajustado, a combinação entre a potência e o tempo de secagem possuem as regiões mais promissoras para obter o maior teor de CFT, conforme pode ser visualizado para potência inferior a 2,0 W/g e tempo de secagem inferior a 250 min.

O menor teor de CFT foi encontrado para a região de potência inferior a 1,5 W/g com tempo de secagem inferior a 105 min. A diminuição da concentração dos CFT nos extratos obtidos a partir das folhas secas é atribuída à formação de óxidos insolúveis, degradação de perfis químicos do extrato e à decomposição de compostos termolábeis (OBIED et al., 2008; HENRÍQUEZ et al., 2014).

Resultados similares aos obtidos para a secagem das folhas de aroeira foram encontrados por KHODJA et al. (2020) ao avaliar o teor de CFT dos extratos etanólicos das folhas de *L. nobilis* obtidas por diferentes combinações de potência. Foi verificado que a potência exerce influência nos CFT, tendo em vista que os menores valores de CFT foram observados para potências entre 450W a 900 W, o que foi atribuído à degradação dos compostos bioativos devido às altas temperaturas geradas por níveis elevados de micro-ondas. A condição ótima de operação para o maior rendimento de CFT foi encontrada para a potência de 300 W, que resulta em menor aquecimento do material em relação às potências mais altas,

SILVA (2021) avaliou o conteúdo do teor de compostos fenólicos totais no extrato etanólico das folhas de aroeira extraídos por maceração durante 3 horas e secas em secador tambor rotativo com paredes perfuradas. O método de Folin-Ciocalteu foi utilizado no

procedimento experimental para obter os valores referentes aos CFT. A melhor condição de obtenção dos fenólicos totais foi a temperatura de 58°C, com velocidade do ar igual a 0,78 m/s, e carga de folhas = 120,24 g, com tempo de secagem de 180 min. Nessa condição, o teor foi igual a 12,43 mg EAG/g.bs. Ao avaliar o rendimento dos CFT nessas condições citadas acima com os valores obtidos neste estudo para extração durante 7 dias, a maior concentração de CFT encontrado foi  $94,33 \pm 1,41$  mg EAG/g.bs (potência = 1,1 W/g e tempo de secagem = 246 min) identificou-se um aumento no conteúdo de CFT em 86,82% em relação à secagem em tambor rotativo. Mesmo utilizando a mesma técnica de extração realizada neste estudo, o aumento nos valores de CFT podem estar associados aos diferentes tempos de extração, não podendo ser atribuído somente ao método de secagem das folhas.

ULIANA et al. (2016) analisaram o rendimento dos compostos fenólicos presentes no extrato etanólico das folhas de aroeira e obtiveram um valor de  $221,63 \pm 2,58$  mg EAG/g a partir de folhas secas em estufa de convecção de ar forçada a 50°C. Em um estudo semelhante com *S. terebinthifolius*. EL-MASSRY et al. (2009) observam concentração de substâncias fenólicas de  $7,00 \pm 0,02\%$  no óleo essencial das folhas de aroeira, enquanto que no extrato etanólico obtido pela técnica de maceração apresentou uma quantidade 5 vezes maior de compostos fenólicos ( $35,00 \pm 0,75\%$ ). As diferentes condições de processamento (métodos de extração e de secagem), impedem uma comparação consistente entre os resultados deste trabalho com os reportados na literatura.

### Atividade Antioxidante

A Tabela 5.9 ilustra a estatística dos resultados e coeficientes de regressão das variáveis independentes e suas interações para AA.

Tabela 5. 9. Significância dos coeficientes de regressão das variáveis independentes na AA ( $R^2=84,75\%$ )

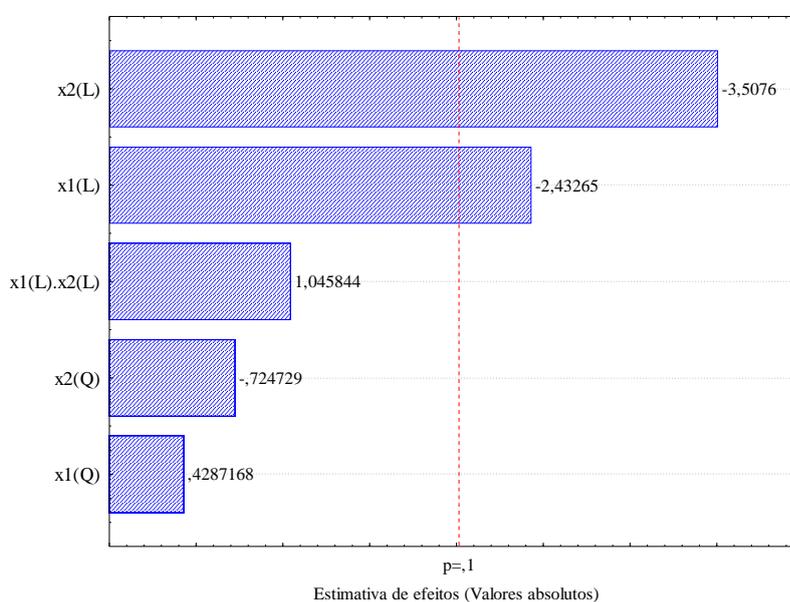
| Variáveis                            | Coefficientes de regressão | Erro padrão | t(5)   | p-valor | -90% Limite de confiança | +90% Limite de confiança |
|--------------------------------------|----------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média                                | 78,890                     | 3,040       | 25,968 | 0,000   | 72,731                   | 85,011                   |
| x <sub>1</sub> (L)                   | -9,079                     | 3,728       | -2,432 | 0,060   | -16,592                  | -1,566                   |
| x <sub>1</sub> (Q)                   | 1,912*                     | 4,448       | 0,435  | 0,682*  | -7,045*                  | 10,884*                  |
| x <sub>2</sub> (L)                   | -13,048                    | 3,728       | -3,500 | 0,017   | -20,562                  | -5,535                   |
| x <sub>2</sub> (Q)                   | -3,242*                    | 4,448       | -0,723 | 0,501*  | -12,205*                 | 5,724*                   |
| x <sub>1</sub> (L)x <sub>2</sub> (L) | 5,460*                     | 5,264       | 1,036  | 0,343*  | -5,148*                  | 16,068*                  |

Fonte: Acervo pessoal.

Onde  $x_1$  e  $x_2$  correspondem aos valores codificados da potência e tempo de secagem, respectivamente. Os termos lineares estão representados pela letra (L) e os quadráticos com a letra (Q).

Para análise dos dados obtidos na Tabela 5.9 foi adotado o limite de confiança de 90%, os valores seguidos por asteriscos apresentam ( $p$ -valor $>0,1$ ), sendo considerados não significantes para as análises. A Figura 5.13 ilustra, através do diagrama de Pareto, os efeitos significantes para atividade antioxidante.

Figura 5. 13. Diagrama de Pareto para atividade antioxidante (AA).



Fonte: Acervo pessoal.

Na Figura 5.13 são ilustrados a influência dos efeitos significativos para AA. De forma geral, observa-se com base nos valores encontrados que a potência e o tempo de secagem possuem efeitos negativos, o que indicam que o aumento das mesmas resulta em menores porcentagens de inibição dos radicais livres presentes no extrato das folhas de aroeira. Nota-se ainda que os termos quadráticos  $x_1(Q)$  e  $x_2(Q)$  e a interação entre os termos lineares  $x_1(L)$  e  $x_2(L)$  não demonstram influências estatisticamente significativas para atividade antioxidante dos extratos das folhas de *S. terebithifolius*. Sendo assim, esses termos foram excluídos no ajuste do modelo para AA. A Tabela 5.10 apresenta os coeficientes estatisticamente significantes no intervalo de confiança de 90% ( $p$ -valor  $< 0,1$ ) para a atividade antioxidante.

Tabela 5. 10. Coeficientes de regressão significantes na AA ( $R^2=80,04\%$ )

| Variáveis | Coeficientes de regressão | Erro padrão | t(8)   | p-valor | -90% Limite de confiança | +90% Limite de confiança |
|-----------|---------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média     | 78,418                    | 1,490       | 52,584 | 0,000   | 75,601                   | 81,1904                  |
| $x_1(L)$  | -4,540                    | 1,752       | -2,588 | 0,032   | -7,7960                  | -1,284                   |
| $x_2(L)$  | -6,524                    | 1,752       | -3,731 | 0,005   | -9,780                   | -3,268                   |

Fonte: Acervo pessoal.

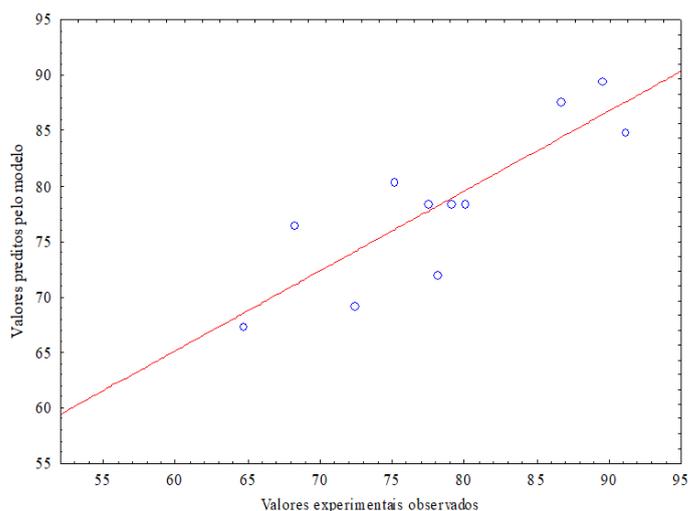
Verifica-se nos resultados apresentados na Tabela 5.10 os coeficientes que apresentaram efeitos significativos para AA. Nota-se também que o coeficiente de correlação ( $R^2=80,04\%$ ) que indica um ajuste razoavelmente bom do modelo aos dados experimentais.

Foi ajustada a Equação 5.3, para a estimativa da atividade antioxidante em função das variáveis independentes codificadas.

$$AA = 78,856 - 4,540 * x_1 - 6,524 * x_2 \quad (5.3)$$

O gráfico dos valores preditos pelo modelo em função dos valores experimentais observados é apresentado na Figura 5.13. Observa-se valores uniformemente distribuídos, porém a qualidade do ajuste é inferior ao observado na Figura 5.10.

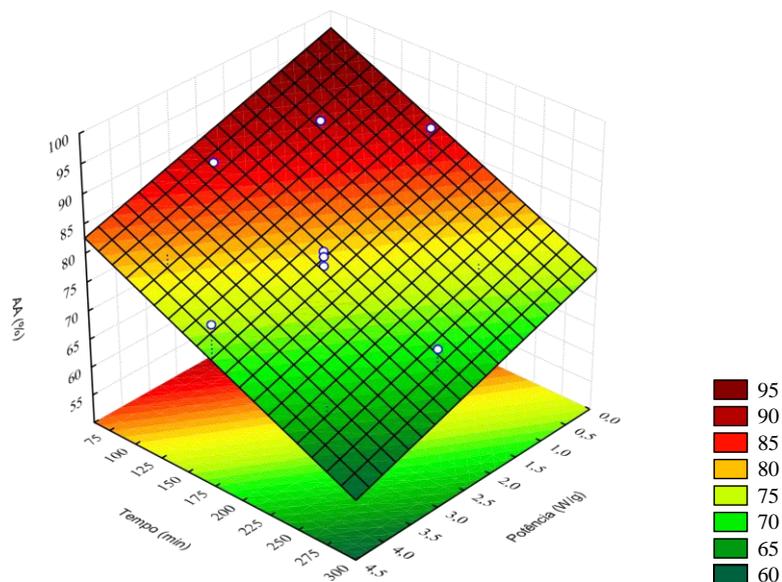
Figura 5. 14. Valores de AA preditos pelo modelo versus valores experimentais.



Fonte: Acervo pessoal.

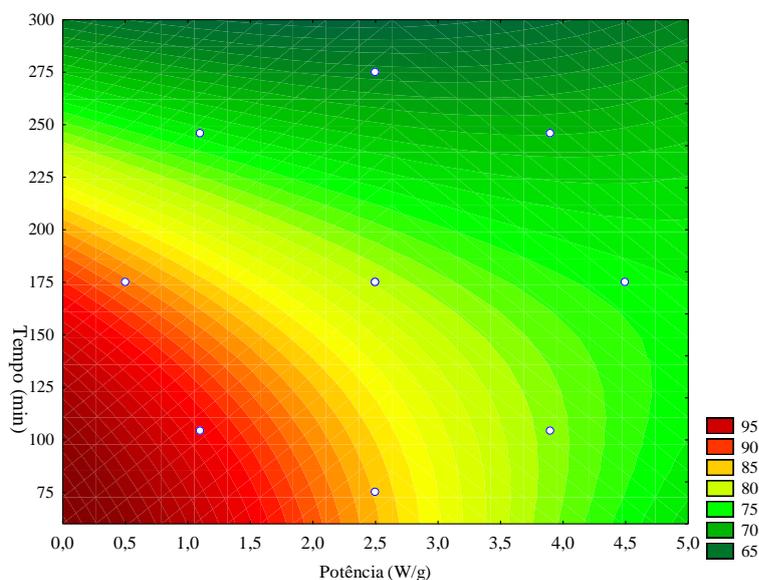
Pela equação ajustada (Equação 5.3) obtida pelo modelo validado, foi construída a superfície de resposta e curva de contorno (Figura 5.15 e 5.16), que mostram o comportamento da atividade antioxidante em função das variáveis independentes.

Figura 5. 15. Superfície de resposta para atividade antioxidante



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5. 16. Curva de contorno para atividade antioxidante



Fonte: Acervo pessoal.

Analisando as Figuras 5.15 e 5.16 foi observado duas regiões com as maiores concentrações de AA. As mesmas estão localizadas para potências inferiores a 2,0 W/g e tempo de secagem (inferiores a 180 min). A combinação de potência e tempo resultou em concentração de AA acima de 90%, próximas da condição das folhas *in natura* (97%). As regiões avaliadas foram as condições que mais favoreceram a extração para atividade antioxidante, tendo em vista que quanto maior o valor da porcentagem de inibição do radical DDPH (AA%) maior será

atividade antioxidante do extrato (CANABARRO et al., 2019; DAL-BÓ; FREIRE, 2022; CALGLIARI, 2017).

SILVA (2021) avaliou a atividade antioxidante do extrato das folhas de aroeira extraídos durante 3 horas por maceração em etanol e processadas em secador tambor rotativo com parede perfurada, observou que a melhor condição para concentração de atividade antioxidante foi (54,20%  $\pm$ 17,60) com 52°C, velocidade do ar (0,78m/s) e tempo de secagem (300 min). Ao avaliar a melhor condição de extração obtida por maceração durante 7 dias realizada neste estudo, observou-se um aumento de 68% na atividade antioxidante. Sugerindo que a secagem via micro-ondas (0,5 W/g e 175 min) obteve maiores concentrações de AA em relação as condições citadas acima. Como o tempo de maceração utilizado por Silva para a extração foi muito inferior ao do presente trabalho, as diferenças observadas não podem ser atribuídas apenas ao método de secagem utilizado, sendo necessários mais estudos para fins comparativos.

ULIANA et al. (2016) investigaram o potencial antioxidante do extrato das folhas de aroeira secas em estufa de convecção forçada a 50°C. Segundo os autores, o extrato das folhas obtidos por maceração apresentaram forte atividade antioxidante (IC<sub>50</sub> = 15,43 g/mL). Essa elevada inibição dos radicais livres presentes no extrato foi atribuída à presença de compostos como ácido caféico, ácido singíco, ácido p-cumárico, ácido elágico e ácido gálico (EL-MASSRY et al., 2009). A presença dos flavonoides nas folhas favorecem sua atividade antioxidante, isso pode ser creditado as ligações entre hidroxila (OH) e o carbono C'4 que são responsáveis por esse efeito.

A capacidade antioxidante dos extratos pode ser influenciada quantitativamente pela temperatura do processo de secagem, tendo em vista que temperaturas acima de 60°C podem degradar os compostos bioativos, prejudicando o rendimento da extração e os compostos fenólicos. O fator que favorece a atividade antioxidante é a presença de flavonoides nas folhas, principalmente pelas ligações químicas formadas (WENZEL, 2012; SPIGNO et al., 2007; SULTANA et al., 2008).

Na literatura alguns autores investigaram a influência da secagem no potencial antioxidante para diversas folhas medicinais tais como folhas de *Maytenus ilicifolia* (NEGRI et al., 2009), folhas de *Plantago major* (SANTOS e TONI, 2019); folhas de *Pereskia aculeata* (GIROTTO et al., 2022). No trabalho desenvolvido por NEGRI et al. (2009), os autores investigaram os efeitos da secagem na atividade antioxidante do extrato das folhas secas, utilizando diferentes temperaturas do ar de secagem (40°C, 50°C, 60°C, 70°C e 80°C). Segundo os autores, o decaimento da concentração da atividade antioxidante foi proporcional ao

aumento da temperatura de secagem. SANTOS e TONIN (2019) também encontraram comportamento similar para as folhas de *Plantago major* ao utilizar temperaturas de 40°C, 60°C e 80°C, o potencial antioxidante dos extratos diminuiu ao elevar-se a temperatura de secagem. Ao contrário, GIROTTO et al. (2022) que estudaram a secagem convectiva das folhas de *Pereskia aculeata* a 90°C, 100°C e 110°C, observaram um aumento significativo no potencial antioxidante com o aumento da temperatura de secagem.

### 5.5 Análise de retenção de cor

Foram avaliados os parâmetros cromáticos das folhas de aroeira secas, os quais foram comparados com os das folhas *in natura*, conforme os resultados apresentados na Tabela 5.11. Aplicou-se o teste Tukey a 5% para avaliar estatisticamente as diferenças obtidas entre as médias dos diferentes ensaios.

Tabela 5. 11. Parâmetros cromáticos para os ensaios do planejamento fatorial

|                         | $L^*$                   | $a^*$                  | $b^*$                 | $\Delta E$            |
|-------------------------|-------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>ECS1</b>             | 59,1±1,3 <sup>a</sup>   | 1,7±0,2 <sup>abc</sup> | 4,4±1,4 <sup>ab</sup> | 4,4±1,5 <sup>a</sup>  |
| <b>ECS2</b>             | 58,9±1,0 <sup>abc</sup> | 1,9±0,2 <sup>ab</sup>  | 4,7±1,0 <sup>a</sup>  | 4,5±1,1 <sup>a</sup>  |
| <b>ECS3</b>             | 58,8±1,2 <sup>abc</sup> | 1,6±0,3 <sup>c</sup>   | 4,0±1,2 <sup>ab</sup> | 4,0±1,3 <sup>ab</sup> |
| <b>ESC4</b>             | 58,9±1,1 <sup>ab</sup>  | 1,7±0,2 <sup>bc</sup>  | 4,0±1,1 <sup>ab</sup> | 4,1±1,1 <sup>ab</sup> |
| <b>ESC5</b>             | 58,3±1,4 <sup>abc</sup> | 1,9±0,3 <sup>a</sup>   | 3,9±1,5 <sup>ab</sup> | 4,0±1,3 <sup>ab</sup> |
| <b>ECS6</b>             | 58,7±1,0 <sup>abc</sup> | 1,8±0,2 <sup>ab</sup>  | 4,2±1,0 <sup>ab</sup> | 4,1±1,0 <sup>ab</sup> |
| <b>ECS7</b>             | 58,0±0,7 <sup>c</sup>   | 1,9±0,2 <sup>ab</sup>  | 3,5±0,8 <sup>b</sup>  | 3,5±0,7 <sup>b</sup>  |
| <b>ECS8</b>             | 58,1±1,4 <sup>bc</sup>  | 1,8±0,2 <sup>ab</sup>  | 3,8±1,3 <sup>ab</sup> | 3,8±1,1 <sup>ab</sup> |
| <b>ECS9</b>             | 58,3±1,4 <sup>abc</sup> | 1,8±0,3 <sup>abc</sup> | 4,4±1,0 <sup>ab</sup> | 4,1±1,1 <sup>ab</sup> |
| <b>ECS10</b>            | 58,3±1,5 <sup>abc</sup> | 1,8±0,3 <sup>abc</sup> | 4,4±1,7 <sup>ab</sup> | 4,1±1,6 <sup>ab</sup> |
| <b>ECS11</b>            | 58,2±1,1 <sup>abc</sup> | 1,8±0,2 <sup>abc</sup> | 4,3±1,3 <sup>ab</sup> | 4,2±1,0 <sup>ab</sup> |
| <b><i>In natura</i></b> | 56,8±0,8                | -0,8±0,4               | 1,8±0,7               | -                     |

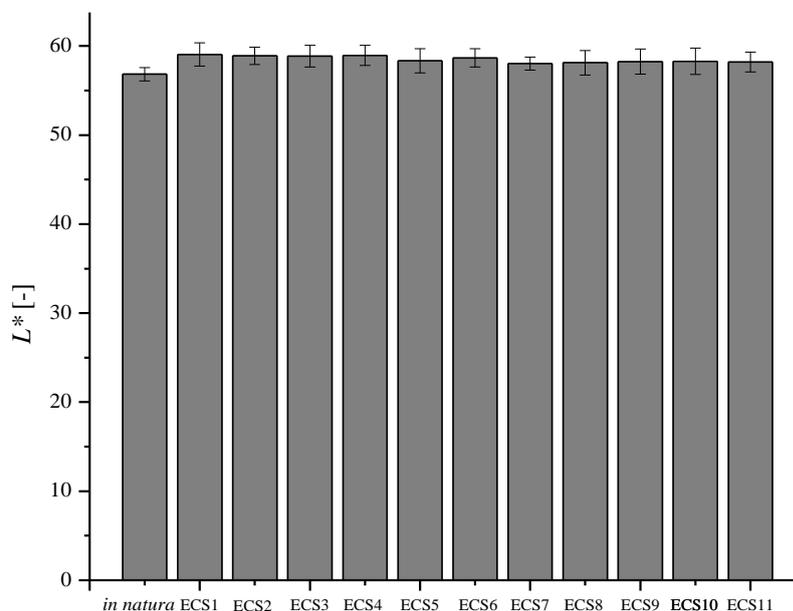
Nota: Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste de Turkey ao nível de 5% de significância.

Conforme apresentado na Tabela 5.11, o teste Tukey foi realizado para os diferentes parâmetros colorimétricos ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E^*$ ). Constatou-se que para a maior parte das condições testadas, as médias obtidas para os parâmetros nas diferentes condições não são estatisticamente diferentes entre si. Porém, ao comparar os resultados com os parâmetros colorimétricos das folhas *in natura*, fica evidente que ocorreu degradação da cor das folhas quando submetidas ao processo de aquecimento por micro-ondas.

Para melhor visualização, a Figura 5.17 apresenta graficamente os resultados obtidos na

Tabela 5.11 para o parâmetro de cor  $L^*$ .

Figura 5. 17. Valores do parâmetro  $L^*$  para as folhas in natura e secas para o planejamento experimental.

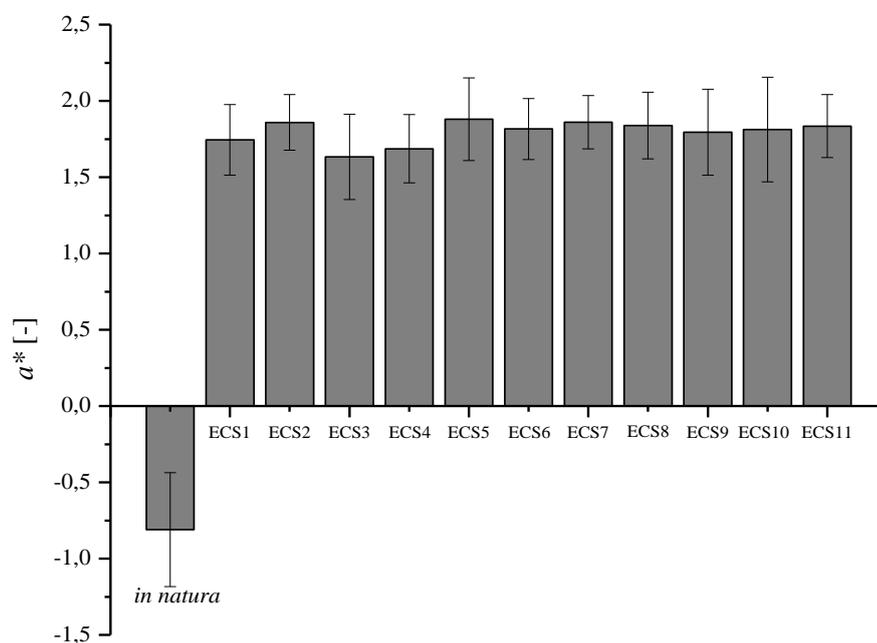


Fonte: Acervo pessoal.

O parâmetro  $L^*$  indica a luminosidade ( $L=0$  representa a cor preta e  $L=100$  representa a cor branca). Ao comparar individualmente cada ensaio apresentado na Figura 5.17 é possível constatar que não há diferença significativa entre as diferentes condições, confirmando os resultados do teste de Tukey. Ao comparar o valor do parâmetro  $L^*$  das folhas *in natura* ( $56,84 \pm 0,75$ ) com os demais valores para os diferentes ensaios experimentais, infere-se que houve um pequeno aumento na luminosidade quando as folhas foram submetidas à secagem via micro-ondas. Resultados semelhantes foram relatados por BRAGA (2016), para a secagem das folhas de cúrcuma longa em secador de micro-ondas. O autor observou que a desidratação das folhas provocou aumento da luminosidade do produto, o que foi atribuído à diferença da reflexão da luz entre a água e outros componentes da folha de cúrcuma.

Na Figura 5.18 é ilustrado graficamente os resultados do parâmetro cromático  $a^*$  das folhas de aroeira *in natura* e secas segundo o planejamento fatorial.

Figura 5. 18. Valores do parâmetro  $a^*$  para as folhas *in natura* e secas para o planejamento experimental.



Fonte: Acervo pessoal.

O parâmetro  $a^*$  caracteriza a variação da cor do verde ( $a^* < 0$ ) ao vermelho ( $a^* > 0$ ). Os dados ilustrados na Figura 5.18 indicam que para todos os ensaios de secagem os valores foram positivos, apontando perda da cor verde e aumento na intensidade da cor vermelha, quando comparados com os valores de  $a^*$  para as folhas *in natura*.

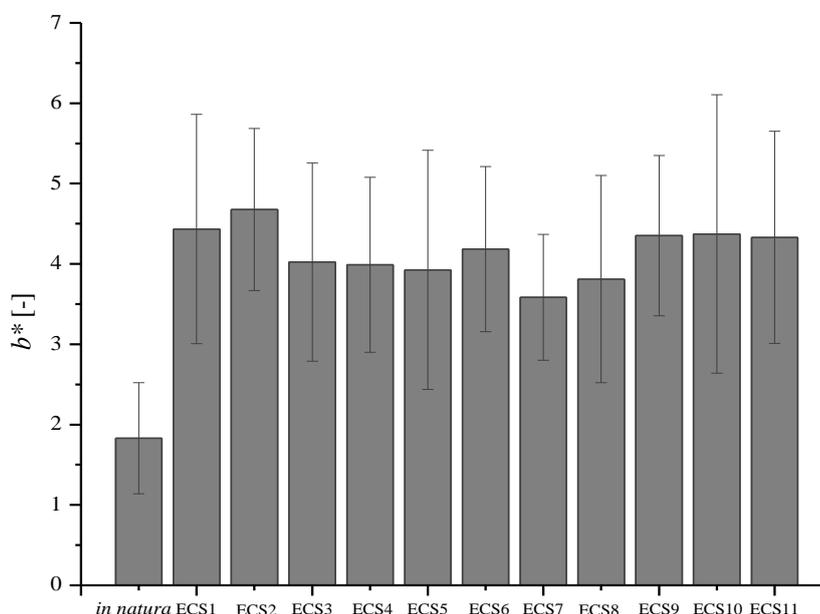
De acordo com BUSIC et al. (2014), as alterações na cor das folhas podem ser atribuídas às reações de decomposição de pigmentos de clorofila que ocorrem durante o processamento térmico. A medida que a planta é aquecida, o ar é liberado e os espaços intracelulares entram em colapso, e por consequência, a planta libera compostos ácidos e clorofila dos complexos proteicos, promovendo as alterações na cor. SLEDŹ et al. (2013) relataram que os parâmetros de cor das matrizes vegetais podem refletir o tipo de moléculas presentes na composição das folhas, podendo ser influenciada pela degradação da clorofila, de carotenoides e por reações de Maillard que causam o escurecimento das amostras (BUCHAILLOT et al., 2009).

Ao avaliar os ensaios experimentais, lembrando que quanto mais negativo o valor de  $a^*$ , maior a intensidade da cor verde, os ensaios ECS1, ECS3, ECS4, ECS9, ECS10 e ECS11 foram os que apresentaram os menores valores de  $a^*$ , caracterizando menor degradação da intensidade da cor verde. Porém, a verificação do teste de Tukey indicou que nas condições testadas não foi possível afirmar que houve efeito da potência e do tempo de secagem na deterioração de cor do parâmetro cromático  $a^*$ .

SILVA (2021) analisou a deterioração da cor das folhas de aroeira submetidas a secagem em tambor rotativo com paredes perfuradas e identificou perda intensa da coloração verde através da quantificação do parâmetro  $a^*$ . RAHIMMALEK e GOLI (2013) relataram perda da intensidade da cor verde ( $a^*$ ) na secagem de tomilho em estufa de ar convectivo a 70°C.

A Figura 5.19 apresenta graficamente os resultados do parâmetro cromático  $b^*$  das folhas de aroeira *in natura* e secas para as diferentes condições testadas no planejamento fatorial.

Figura 5. 19. Valores do parâmetro  $b^*$  para as folhas *in natura* e secas para o planejamento experimental.



Fonte: Acervo pessoal.

O  $b^*$  é o parâmetro caracteriza as cores amarelo ( $b^* > 0$ ) e azul ( $b^* < 0$ ). Na secagem de folhas, a perda da cor verde é geralmente acompanhada pelo desenvolvimento gradual de uma tonalidade amarelo opaca, resultando em um aumento do parametro  $b^*$  (BUCCHAILOT et al., 2009). Os dados na Figura 5.19 indicam que valores de  $b^*$  foram sempre positivos, inclusive para as folhas *in natura*. É possível observar que ocorreu um aumento da tonalidade amarelo para as diferentes condições testadas. O teste Tukey para os ensaios do planejamento fatorial indica que não foram encontrados diferenças significativas entre as médias do valores para  $b^*$  entre os ensaios. Notou-se, para esse parâmetro, uma variabilidade maior e desvios-padrão mais elevados do que os observados nas medidas do parâmetro  $a^*$ .

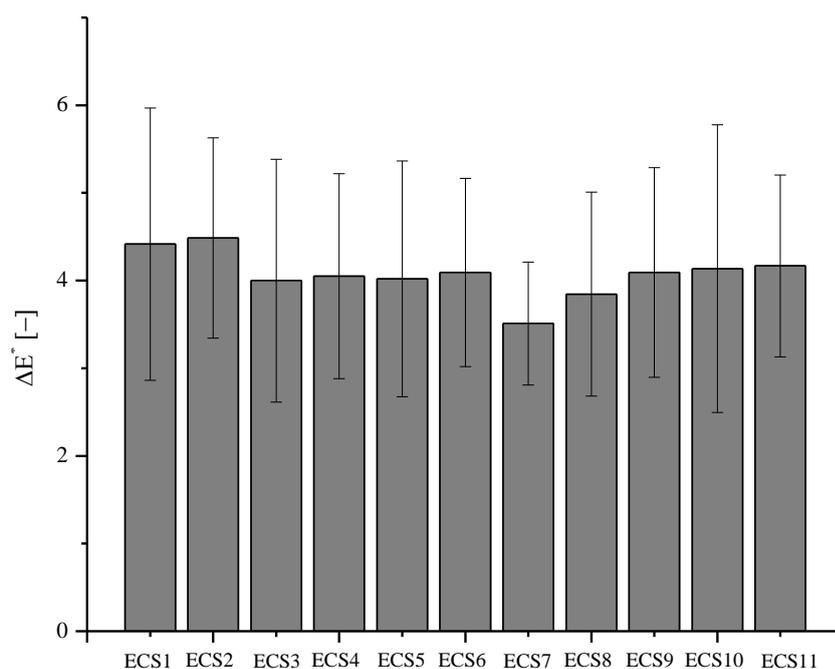
BRAGA (2016) observou que as folhas de cúrcuma longa secas via micro-ondas

apresentaram valores de  $b^*$  menores que os valores da folha *in natura*, indicando que as folhas se tornaram menos amarelas após o processo de secagem. Nesse caso, uma possível explicação seria a degradação do caroteno, um dos componentes lipossolúveis responsáveis pela cor amarelo e laranja das folhas de cúrcuma.

Na Figura 5.20 é ilustrado graficamente os resultados do parâmetro cromático  $\Delta E^*$  das folhas de aroeira secas segundo o planejamento fatorial.

A avaliação quantitativa desse parâmetro foi calculada pela Equação (4.9) utilizando os valores médios dos demais parâmetros de cor. Deste modo, o  $\Delta E^*$  reflete a variação total de cor, sendo que os menores valores indicam maior retenção de cor das folhas secas em comparação às *in natura*. A Figura 5.20 apresenta os valores de  $\Delta E^*$  para as condições testadas no planejamento fatorial.

Figura 5. 20. Valores do parâmetro  $\Delta E^*$  para as folhas secas.



Fonte: Acervo pessoal.

Conforme ilustrado na Figura 5.20, para o parâmetro  $\Delta E^*$  não foram observadas diferenças significativas entres os valores dos ensaios. No entanto, pode-se observar que a menor variação, e a única com diferença estatisticamente significativa em relação às demais, segundo o teste Tukey, foi observada para o ensaio ECS7, com a secagem no nível mais alto (275 minutos) e potência no nível central (2,5 W/g). Nota-se que a diferença entre o menor e maior valor de  $\Delta E^*$  foi na ordem de 20%.

Afim de observar visualmente as possíveis diferenças de cor, a Figura 5.21 ilustra as amostras das folhas de aroeira para o parâmetros  $\Delta E^*$ .

Figura 5. 21. Amostras de folhas de aroeira após secagem, ensaios (a) folhas de aroeira *in natura*, (b) Ensaio ECS3 [ $\Delta E^*=4,00$ ], (c) Ensaio ECS5 [ $\Delta E^*=4,01$ ], (d) Ensaio ECS6 [ $\Delta E^*=4,10$ ], (e) Ensaio ECS7 [ $\Delta E^*=3,50$ ] e (f) Ensaio ECS8 [ $\Delta E^*=3,84$ ].

(a) Folhas *in natura*



(b) Ensaio ECS3



(c) Ensaio ECS 5



(d) Ensaio ECS 6



(e) Ensaio ECS 7

(f) Ensaio ECS 8



Fonte: Acervo pessoal.

Segundo apresentado na Figura 5.21, as folhas de aroeira apresentam mudança expressiva na coloração das folhas secas comparado às folhas *in natura*. Visualmente é possível observar a diferença de coloração entre as folhas em uma mesma amostra, isso pode ser explicado por uma característica foliar da aroeira, cuja parte superior da folha (adaxial) difere em relação à cor da parte inferior (abaxial), essas diferenças são perceptíveis nas figuras para as diferentes condições testadas.

Na Figura 5.21 (c), que mostra a folhas secas no ensaio ECS5, com a maior potência aplicada (4,5 W/g) e tempo de secagem de 175 minutos, pode-se notar algumas regiões em que as folhas estavam queimadas, indicando que pode ter ocorrido o superaquecimento do material vegetal.

Nas Figuras 5.21 (b), (d), (e) e (f) nota-se visualmente que as folhas apresentam coloração similar. Dentre essas amostras, a ilustrada na Fig. 5.21(e) apresentou o menor valor de  $\Delta E^*$ , estatisticamente inferior as demais. As amostras (b), (c), (d) e (f) apresentaram valores de  $\Delta E^*$  em média iguais a  $(4,01 \pm 0,09)$ .

SOYSAL (2005) observaram que as amostras de folhas secas de salsa (*Petroselinum crispum* L.) em secador micro-ondas utilizando diferentes potências não apresentaram diferenças significativas entre os parâmetros de cor, concluindo que as mudanças de coloração não dependiam das potências aplicadas na secagem, corroborando os resultados deste estudo.

Buscando ajustar um modelo estatístico através da significância dos dados experimentais para variação total de cor ( $\Delta E^*$ ) das folhas de aroeira, foram avaliados os coeficientes de regressão, para um limite de confiança de 95%, conforme apresentado na Tabela 5.12.

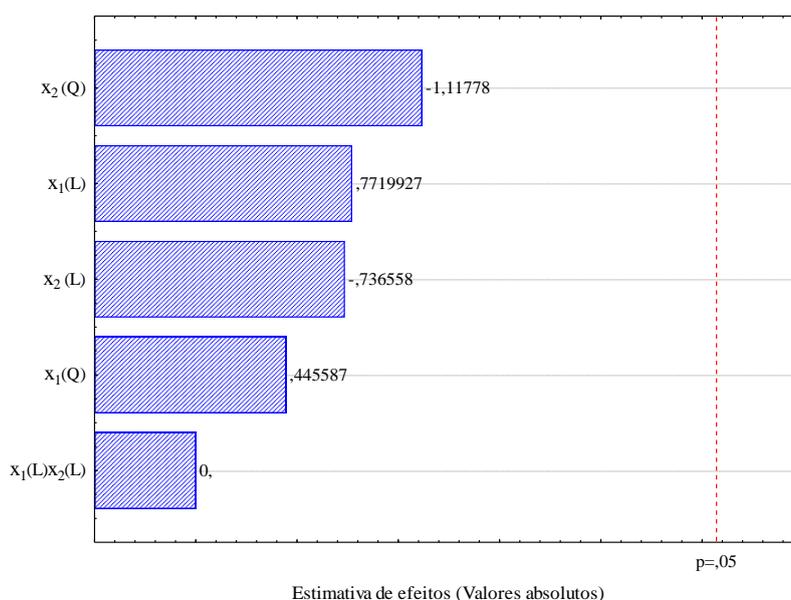
Tabela 5. 12. Significância dos coeficientes de regressão para a retenção de cor ( $\Delta E^*$ ) ( $R^2=37,60\%$ )

| Variáveis      | Coefficientes de regressão | Erro padrão | t(5)   | p-valor | -95% Limite de confiança | +95% Limite de confiança |
|----------------|----------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 3,496                      | 1,105       | 23,918 | 0,025   | 0,653                    | 6,334                    |
| $x_1(L)$       | -0,082                     | 0,418       | 0,772  | 0,852   | -1,158                   | 0,993                    |
| $x_1(Q)$       | 0,028                      | 0,063       | 0,445  | 0,674   | -0,134                   | 0,190                    |
| $x_2(L)$       | 0,008                      | 0,009       | -0,736 | 0,408   | -0,016                   | 0,033                    |
| $x_2(Q)$       | -0,002                     | 0,002       | -1,117 | 0,314   | -0,009                   | 0,003                    |
| $x_1(L)x_2(L)$ | 0,000                      | 0,001       | 0,000  | 1,000   | -0,003                   | 0,003                    |

Fonte: Acervo pessoal.

De acordo com a Tabela 5.12, não foram observados coeficientes de regressão significativos das variáveis independentes na retenção de cor das folhas de aroeira para ( $p$ -valor  $< 0,05$ ) sobre as diferentes condições testadas no planejamento experimental. O diagrama de Pareto apresentado na Figura 5.20 ilustra a influência dos efeitos das variáveis independentes e de suas interações.

Figura 5. 22. Diagrama de Pareto para a retenção de cor.



Fonte: Acervo pessoal.

Ainda, foi testada a significância do modelo estatístico através da ANOVA, sendo que os parâmetros estatísticos são mostrados na Tabela 5.13.

Tabela 5. 13. ANOVA para retenção de cor

| Fonte de verificação | Soma dos quadrados | Graus de liberdade | Quadrado médio | $F_{calc}$ | p-valor | $F_{tab}$ |
|----------------------|--------------------|--------------------|----------------|------------|---------|-----------|
| Regressão            | 0,656              | 5                  | 0,131          | 1,50       | 0,333   | 5,05      |
| Resíduos             | 0,437              | 5                  | 0,087          |            |         |           |
| Falta de ajuste      | 0,437              |                    |                |            |         |           |
| Erro puro            | 0,000              |                    |                |            |         |           |
| Total                | 1,100              |                    |                |            |         |           |

Fonte: Acervo pessoal.

Através da avaliação do teste F foi possível constatar que a regressão não foi significativa, com  $F\text{-calculado}$  (1,50) <  $F\text{-tabelado}$  (5,05). O baixo valor do coeficiente de correlação para a equação ajustada, igual a 37,60%, demonstra a falta de ajuste do modelo aos dados experimentais. Assim, o modelo estatístico é considerado inadequado para prevêr superfícies de respostas e curvas de contornos e não serão apresentados aqui. Resultados similares foram obtidos para os demais parâmetros colorimétricos analisados.

## 5.6 Análise de Clorofila

Os resultados da concentração de clorofila *a*, clorofila *b* e clorofila total das folhas de aroeira obtidos a partir dos resultados do planejamento experimental fatorial podem ser observados na Tabela 5.14. Aplicou-se o teste Tukey a 5% para avaliar se existe diferença estatística significativa entre as médias obtidas para cada resposta.

Tabela 5. 14. Concentração de clorilas *a*, *b*, e total obtidos nos experimentos do planejamento experimental.

| Ensaio           | Clorofila <i>a</i><br>[mg.100g <sup>-1</sup> ] | Clorofila <i>b</i><br>[mg.100g <sup>-1</sup> ] | Clorofilas Totais<br>[mg.100g <sup>-1</sup> ] |
|------------------|--|--|---|
| ECS1             | 57,9±0,9 <sup>f</sup>                          | 38,6±2,3 <sup>a</sup>                          | 96,5±9,6                                      |
| ECS2             | 63,0±0,5 <sup>e</sup>                          | 27,1±3,3 <sup>a</sup>                          | 90,1±17,1                                     |
| ECS3             | 82,5±0,3 <sup>b</sup>                          | 41,8±3,2 <sup>a</sup>                          | 124,3±20,3                                    |
| ESC4             | 77,1±1,2 <sup>cd</sup>                         | 41,6±3,5 <sup>a</sup>                          | 118,7±17,7                                    |
| ESC5             | 52,1±0,1 <sup>g</sup>                          | 21,3±1,6 <sup>a</sup>                          | 73,4±15,4                                     |
| ECS6             | 58,0±1,0 <sup>f</sup>                          | 32,8±8,9 <sup>a</sup>                          | 90,8±12,6                                     |
| ECS7             | 89,8±2,3 <sup>a</sup>                          | 31,5±2,2 <sup>a</sup>                          | 121,3±29,1                                    |
| ECS8             | 62,8±1,6 <sup>e</sup>                          | 23,6±0,9 <sup>a</sup>                          | 86,4±19,6                                     |
| ECS9             | 73,7±0,01 <sup>d</sup>                         | 35,1±0,5 <sup>a</sup>                          | 108±19,3                                      |
| ECS10            | 79,1±8,9 <sup>bc</sup>                         | 36,9±3,3 <sup>a</sup>                          | 116,0±21,1                                    |
| ECS11            | 75,4±1,0 <sup>cd</sup>                         | 39,6±19,5 <sup>a</sup>                         | 115,0±17,9                                    |
| <i>In natura</i> | 133,4±1,0                                      | 78,9±1,95                                      | 212,3±27,5                                    |

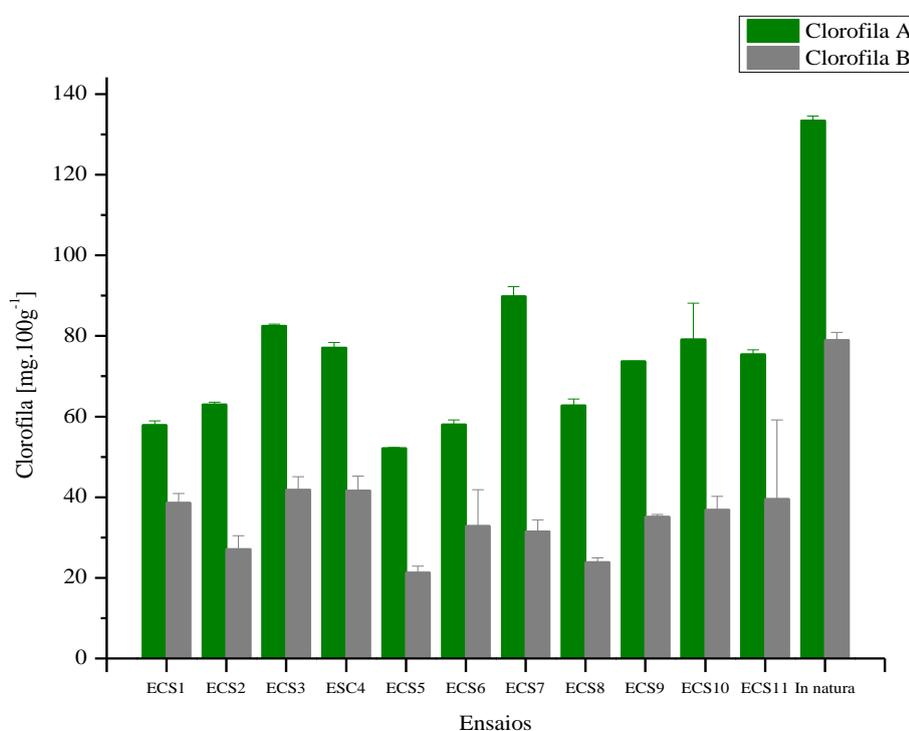
Nota: Letras iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste de Turkey ao nível de 5% de significância.

A clorofila *a* é o pigmento responsável por captar a luz e realizar a fotoquímica (primeiro estágio do processo fotossintético). Além disso, para as plantas, a clorofila *a*, responde pela maior parte dos pigmentos verdes. Já a clorofila *b* é considerada um pigmento suplementar que auxilia na transferência da energia radiante, sendo chamada de pigmentos acessórios. A combinação da concentração de clorofila (*a* e *b*) tornam as plantas aptas para captarem a energia disponível na luz solar (BORRMANN, 2009; MARTINAZZO et al., 2007).

Segundo os dados obtidos na Tabela 5.14 para as folhas de *S. terebinthifolius* os maiores teores de clorofila *a* correspondem a  $89,6 \pm 2,4$  mg.100g<sup>-1</sup> (ECS 7) e  $82,6 \pm 0,4$  mg.100g<sup>-1</sup> (ECS 3), respectivamente. Em relação à clorofila *b*, os maiores valores obtidos foram  $41,8 \pm 3,2$  mg.100g<sup>-1</sup> (ECS 3) e  $41,6 \pm 3,5$  mg.100g<sup>-1</sup> (ECS 8), respectivamente. Esses resultados estão ilustrados graficamente na Figura 5.23.

Ao avaliar a Figura 5.23 foi possível encontrar que as melhores condições de preservação da clorofila *a* após o processo de secagem foram encontradas nos ensaios ECS 7 (2,5 W/g – 275 min) e ECS 3 (1,1 W/g – 246 min). Em relação à clorofila *b*, não foram observadas diferenças significativas entre as médias das medidas, segundo o teste Tukey a 5%.

Figura 5. 23. Clorofila *a* e *b* das folhas de aroeira secas e *in natura*



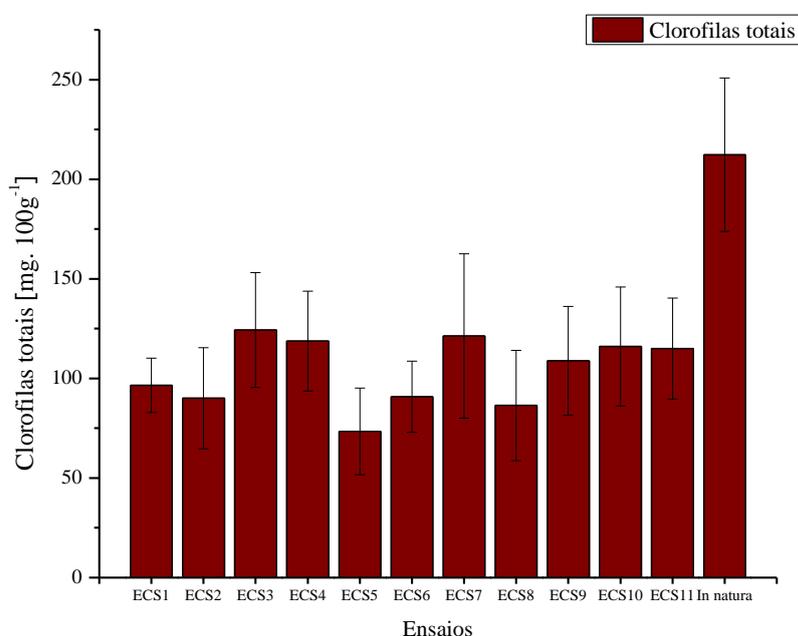
Fonte: Acervo pessoal.

Na Tabela 5.14 e Figura 5.24 são ilustrados os resultados referentes à clorofila total

presente nas folhas de *S. Terebinthifolius*. Após as análises foi possível observar que o ensaio ECS 3 foi a condição que melhor preservou a clorofila total das folhas. Comparando o ensaio das folhas *in natura* ( $212,3 \pm 27,5 \text{ mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$ ) com o ensaio ECS 3 que apresentou o maior valor de clorofilas totais ( $124,3 \pm 20,3 \text{ mg} \cdot 100\text{g}^{-1}$ ) observou-se uma redução de 42% na obtenção da clorofila.

Observou-se que a condição de secagem do ensaio ECS 5 ( $4,5 \text{ W/g} - 175 \text{ min}$ ) foi a que mais degradou a clorofila total presente nas folhas. Isso pode estar relacionado ao fator de que essa é a potência mais elevada entre as demais condições testadas e possivelmente pode ter degradado os nutrientes e pigmentos presentes no material vegetal. No tópico 5.5 sobre a retenção de cor das folhas secas, verificou-se que o ensaio ECS 5 foi a condição de secagem que mais deteriorou a cor das folhas em relação aos demais ensaios. Outro fato importante que correlacionou a retenção de cor e a degradação de clorofila foi que a condição de secagem do ensaio ECS 7 ( $2,5 \text{ W/g} - 275 \text{ min}$ ) forneceu os menores valores de deterioração de cor e maiores concentrações de clorofila *a*. Isso pode apresentar uma relação direta com a retenção de cor das folhas de aroeira. No entanto, este assunto precisa ser melhor investigado.

Figura 5. 24. Clorofilas totais das folhas de aroeira secas e *in natura*.



Fonte: Acervo pessoal.

Os resultados para clorofila total das folhas de aroeira obtidos segundo o planejamento fatorial, foram analisados através da avaliação da estatística dos resultados e dos coeficientes

de regressão, para um limite de confiança de 95%, conforme apresentado na Tabela 5.15.

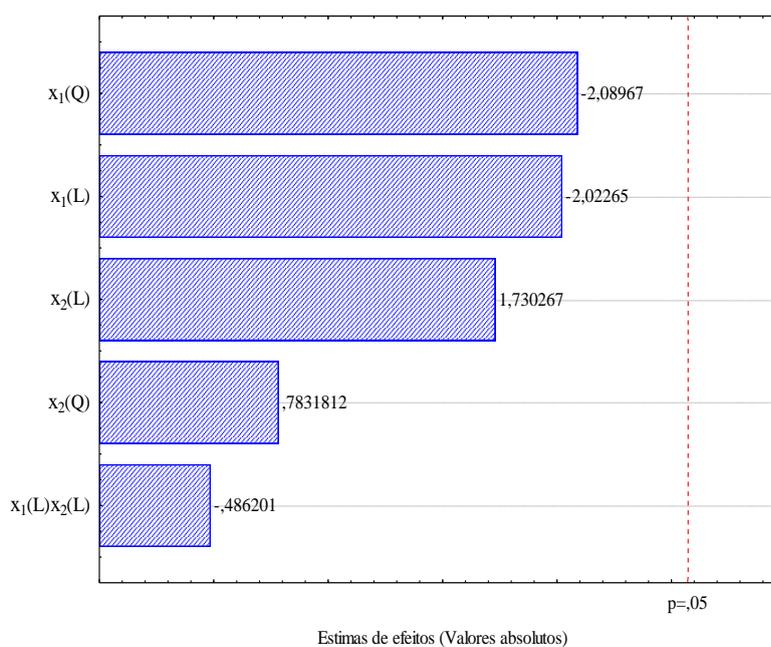
Tabela 5. 15. Significância dos coeficientes de regressão para a clorofila total ( $R^2=73,42\%$ )

| Variáveis      | Coefficiente de regressão | Erro padrão | t(5)   | p-valor | -95% Limite de confiança | +95% Limite de confiança |
|----------------|---------------------------|-------------|--------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 113,209                   | 7,093       | 15,992 | 0,130   | 95,011                   | 131,406                  |
| $x_1(L)$       | -10,150                   | 4,342       | -2,337 | 0,184   | -21,307                  | 1,013                    |
| $x_1(Q)$       | -11,984                   | 5,180       | -2,314 | 0,188   | -25,306                  | 1,328                    |
| $x_2(L)$       | 7,674                     | 4,342       | 1,768  | 0,816   | -3,486                   | 18,834                   |
| $x_2(Q)$       | -1,050                    | 5,180       | -0,205 | 0,475   | -14,368                  | 12,268                   |
| $x_1(L)x_2(L)$ | 0,200                     | 6,130       | 0,032  | 0,646   | -15,560                  | 15,960                   |

Fonte: Acervo pessoal.

De acordo com os dados obtidos na Tabela 5.15, ao avaliar o limite de confiança de 95% para os efeitos apresentados, inferiu-se não foram observados efeitos significativos das variáveis independentes na concentração de clorofilas totais para ( $p\text{-valor}<0,5$ ). Isso é corroborado através do diagrama de Pareto, apresentado na Figura 5.25.

Figura 5. 25. Diagrama de Pareto para clorofilas totais



Fonte: Acervo pessoal.

Avaliou-se através da ANOVA (Tabela 5.16) a significância dos dados experimentais,

para obtenção do modelo estatístico.

Tabela 5. 16. ANOVA para clorofilas totais.

| Fonte de verificação | Soma dos quadrados | Graus de liberdade | Quadrado médio | $F_{calc}$ | p-valor | $F_{tab}$ |
|----------------------|--------------------|--------------------|----------------|------------|---------|-----------|
| Regressão            | 2132,9             | 5                  | 426,576        | 2,83       | 0,138   | 5,05      |
| Resíduos             | 751,8              | 5                  | 150,353        |            |         |           |
| Falta de ajuste      | 721,3              |                    |                |            |         |           |
| Erro puro            | 721,3              |                    |                |            |         |           |
| Total                | 2884,7             |                    |                |            |         |           |

Fonte: Acervo pessoal.

Observa-se na Tabela 5.16 que por meio do teste F foi possível inferir que a regressão não foi significativa, pois o  $F_{calculado}$  (2,83) <  $F_{tabelado}$  (5,05). Além disso, o coeficiente de determinação do modelo foi ( $R^2=73,42\%$ ), indicando que o ajuste do modelo aos dados experimentais não foi satisfatório. Desta forma, o modelo não é válido para fornecer superfícies de resposta e curva de contorno.

## 5.7 Consumo Efetivo de Energia

Uma das desvantagens da secagem em micro-ondas é o alto consumo energético, dessa forma, avaliou-se que seria interessante comparar o consumo efetivo nas diferentes condições avaliadas. A Tabela 5.17 apresenta os valores de potência efetiva (em kWh) requeridos para a secagem de 1 kg de material, estimados segundo a Equação 4.19 para as condições testadas nos ensaios do planejamento fatorial.

Tabela 5. 17. Consumo efetivo de energia para os ensaios do planejamento fatorial.

| Ensaio  | Potência [W/g] | Tempo [min] | Consumo Efetivo de Energia [kWh/kg] |
|---------|----------------|-------------|-------------------------------------|
| ECS1    | 3,9            | 246         | 15,99                               |
| ECS2    | 3,9            | 104         | 6,74                                |
| ESC3    | 1,1            | 246         | 4,51                                |
| ESC4    | 1,1            | 104         | 1,90                                |
| ESC5    | 4,5            | 175         | 13,14                               |
| ESC6    | 0,5            | 175         | 1,46                                |
| ESC7    | 2,5            | 275         | 11,45                               |
| ESC8    | 2,5            | 75          | 3,12                                |
| ESC9/11 | 2,5            | 175         | 7,30                                |

Fonte: Acervo pessoal.

Com base nos dados obtidos na Tabela 5.17 foi efetuada uma análise de regressão para obter um modelo estatístico para o consumo de energia. Na Tabela 5.18 são apresentados os coeficientes de regressão para o consumo de energia.

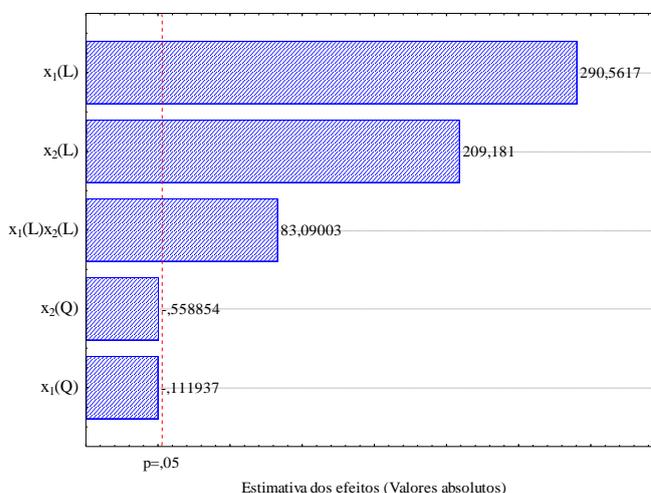
Tabela 5. 18. Significância dos coeficientes de regressão para o consumo efetivo de energia ( $R^2 = 99,98\%$ )

| Variáveis      | Coefficiente de regressão | Erro padrão | t(5)    | p-valor | -95% Limite de confiança | +95% Limite de confiança |
|----------------|---------------------------|-------------|---------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 7,300                     | 0,024       | 316,447 | 0,000   | 7,240                    | 7,360                    |
| $x_1(L)$       | 4,110                     | 0,014       | 290,562 | 0,000   | 4,074                    | 4,147                    |
| $x_1(Q)^*$     | -0,001*                   | 0,016*      | -0,11*  | 0,915*  | -0,045*                  | 0,041*                   |
| $x_2(L)$       | 2,956                     | 0,014       | 209,181 | 0,000   | 2,923                    | 3,000                    |
| $x_2(Q)$       | -0,009*                   | 0,016*      | -0,558* | 0,600*  | -0,052*                  | 0,034*                   |
| $x_1(L)x_2(L)$ | 1,660                     | 0,019       | 83,090  | 0,000   | 1,608                    | 1,712                    |

Onde  $x_1$  e  $x_2$  correspondem aos valores codificados da potência e tempo de secagem, respectivamente. Os termos lineares estão representados pela letra (L) e os quadráticos com a letra (Q).

Admitindo-se um limite de confiança de 95%, os valores em asterisco apresentam p-valor superior ao estipulado ( $p\text{-valor} < 0,05$ ) não sendo, portanto, considerados estatisticamente significativos, podendo ser eliminados da análise. Para ilustrar quais variáveis, ou quais interações apresentam maior influência sobre o consumo efetivo de energia, apresenta-se o diagrama de Pareto na Figura 5.26.

Figura 5. 26. Diagrama de Pareto para o consumo efetivo de energia



Fonte: Acervo pessoal.

Ao eliminar os termos não significantivos, os fatores  $x_1(L)$ ,  $x_2(L)$  e  $x_1x_2(L)$  tornam-se estatisticamente mais relevantes. A Tabela 5.19 apresenta os coeficientes estatisticamente significantivos e atuantes sobre o consumo efetivo de energia.

Tabela 5. 19. Coeficientes de regressão significantivos para o consumo efetivo de energia ( $R^2= 99,90\%$ )

| Variáveis      | Coeficiente de regressão | Erro padrão | t(7)    | p-valor | -95% Limite de confiança | +95% Limite de confiança |
|----------------|--------------------------|-------------|---------|---------|--------------------------|--------------------------|
| Média          | 7,292                    | 0,010       | 694,560 | 0,000   | 7,240                    | 7,316                    |
| $x_1(L)$       | 4,110                    | 0,012       | 333,445 | 0,000   | 4,082                    | 4,134                    |
| $x_2(L)$       | 2,956                    | 0,012       | 240,056 | 0,000   | 2,923                    | 3,000                    |
| $x_1(L)x_2(L)$ | 1,660                    | 0,017       | 95,343  | 0,000   | 1,620                    | 1,701                    |

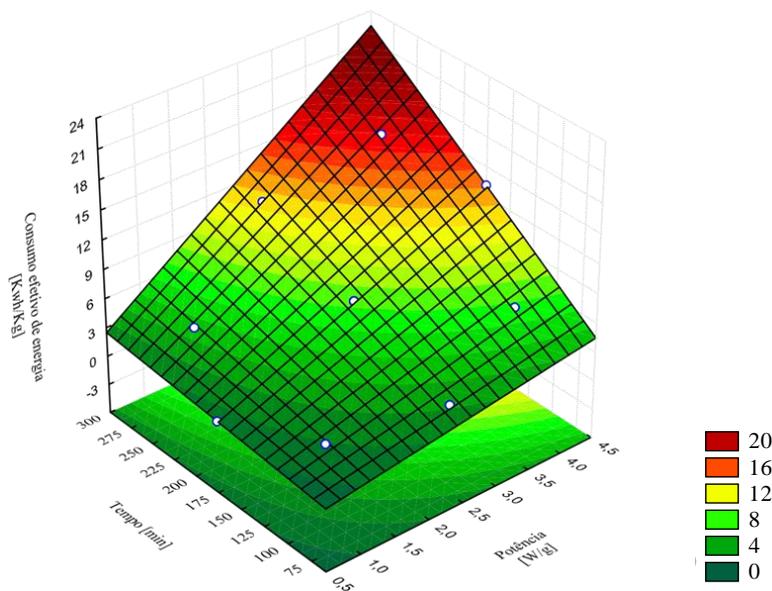
Fonte: Acervo pessoal.

Mediante aos resultados apresentados na Tabela 5.19, verifica-se o alto valor de coeficiente de determinação ( $R^2=99,90\%$ ) demonstrando um bom ajuste aos dados experimentais, para um limite de 95% de confiança. Deste modo, a equação ajustada que representa o consumo de energia em função das variáveis independentes (potência e tempo de secagem) é ilustrada pela Equação 5.4.

$$\text{Consumo efetivo de energia} = 7,292 + 4,110x_1 + 2,956x_2 + 1,660x_1x_2 \quad (5.4)$$

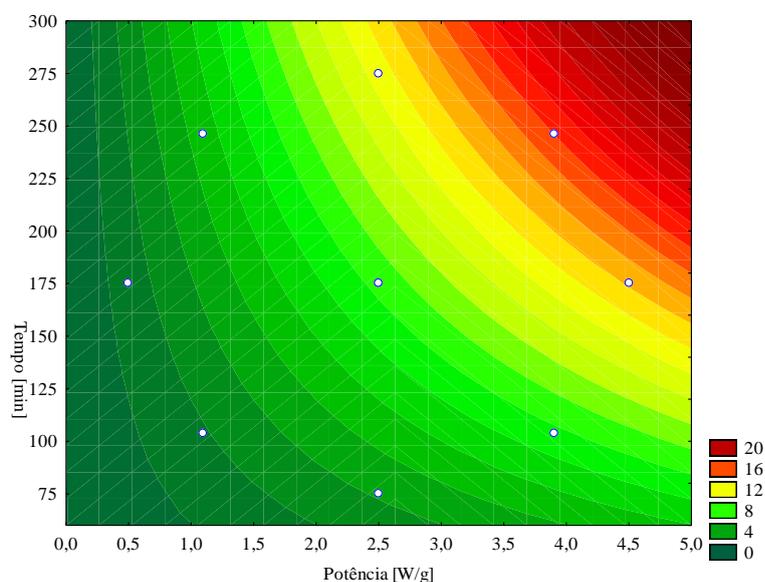
A equação ajustada apresentada na Equação 5.4 foi expressa como superfície de resposta e curva de contorno (Figura 5.27 e 5.28), para ilustrar os efeitos individuais e de interações potência e tempo de secagem sobre o consumo energético.

Figura 5. 27. Superfície de resposta para o consumo efetivo energético



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 5. 28. Curva de contorno para o consumo efetivo de energia.



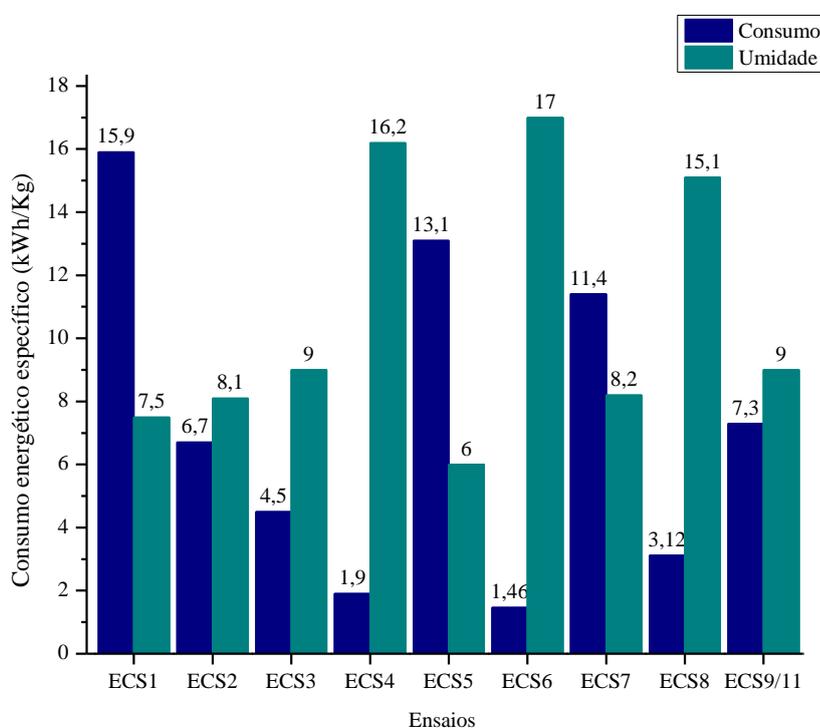
Fonte: Acervo pessoal.

Observa-se através das Figuras 5.27 e 5.28 que os menores consumos energéticos são encontrados para as regiões de potências inferiores a 2,0 W/g e baixos tempos de secagem (inferiores a 180 min). Também foi constatado que o maior consumo energético foi encontrado para a região com potência acima 3,5 W/g e tempo de secagem inferior a 250 min. Nota-se que a combinação de potências (menor que 2,0 W/g) e tempo (menor que 246 min) apresentou um consumo energético baixo, com aproximadamente 4,5 kWh/kg.

Segundo as condições analisadas nem todos os ensaios que apresentam baixo consumo energético secaram as folhas de aroeira a valores adequados para o armazenamento visando a manutenção e preservação dos constituintes bioativos.

A Figura 5.29 ilustra o consumo de energia efetiva e a umidade final (b.u%) das folhas de aroeira nas diferentes condições de secagem. Ao comparar as Figuras 5.27 e 5.28 com a Figura 5.29 nota-se que o ensaio ECS6 apresentou o menor consumo efetivo, mas nessas condições a umidade final das folhas foi igual a 17% (b.u), acima do limite recomendado para armazenamento (8% a 14%, base úmida).

Figura 5. 29. Consumo energético específico em função da umidade final (b.u%)



Fonte: Acervo pessoal.

O consumo de energia oriundo das operação de secagem pode chegar a 40% do consumo total na indústria, com impacto significativo no preço do produto final (MUJUMDAR e DEVAHASTI, 2000). Comparando os ensaios que resultaram em umidade final próxima a 9% (ECS3, a 1,1 W/g e 246 min e ECS9-11, a 2,5 W/g e 175 min), observa-se que do ponto de vista do consumo energético, é mais interessante operar com potência em nível mais baixo e maior tempo de secagem, pois o consumo para ECS3 foi de 4,51 kWh/kg, cerca de 40% menor do que o valor de 7,30 kWh/kg observado para os ensaios ECS9/11.

## 5.8 Otimização

Visando encontrar as melhores condições de secagem para as folhas de aroeira em secador micro-ondas, a otimização foi realizada com o objetivo de obter condições de operação que preservem os compostos bioativos da *S. terebinthifolius*, umidade na faixa adequada para armazenamento e com menor consumo possível de energia efetivo. Foram otimizadas as respostas para as quais foi possível obter modelos de regressão para a geração das superfícies de resposta (umidade, compostos fenólicos, atividade antioxidante e consumo efetivo de energia). A Tabela 5.20 apresenta os valores dos limites inferior (*LI*) e superior (*LS*), além do valor médio para as respostas, assim como os valores *s* e *t* da função de desejabilidade.

Os valores dos parâmetros *s* e *t* foram selecionados segundo a metodologia descrita por CANDIOTI et al. (2014), que relatam que valores mais elevados implicam em uma desejabilidade total baixa, a menos que a resposta chegue muito perto do alvo. Sendo assim, optou-se para esta otimização utilizar valores altos para *s* e *t*.

Tabela 5. 20. Parâmetros utilizados na otimização das variáveis respostas.

| <b>Respostas</b>                       | <b><i>LI</i></b> | <b>Média</b> | <b><i>LS</i></b> | <b><i>s</i></b> | <b><i>t</i></b> |
|--|------------------|--------------|------------------|-----------------|-----------------|
| Umidade [b.u%]                         | 6,0 (0)          | 9,0 (1)      | 14 (0)           | 10              | 10              |
| CFT<br>[mg EAG/ g b.s]                 | 22 (0)           | 58 (0)       | 94 (1)           | 10              | 10              |
| AA<br>[%]                              | 60 (0)           | 70 (0)       | 85 (1)           | 10              | 10              |
| Consumo efetivo de energia<br>[kWh/Kg] | 3,5 (0)          | 7,0 (1)      | 10 (0)           | 10              | 10              |

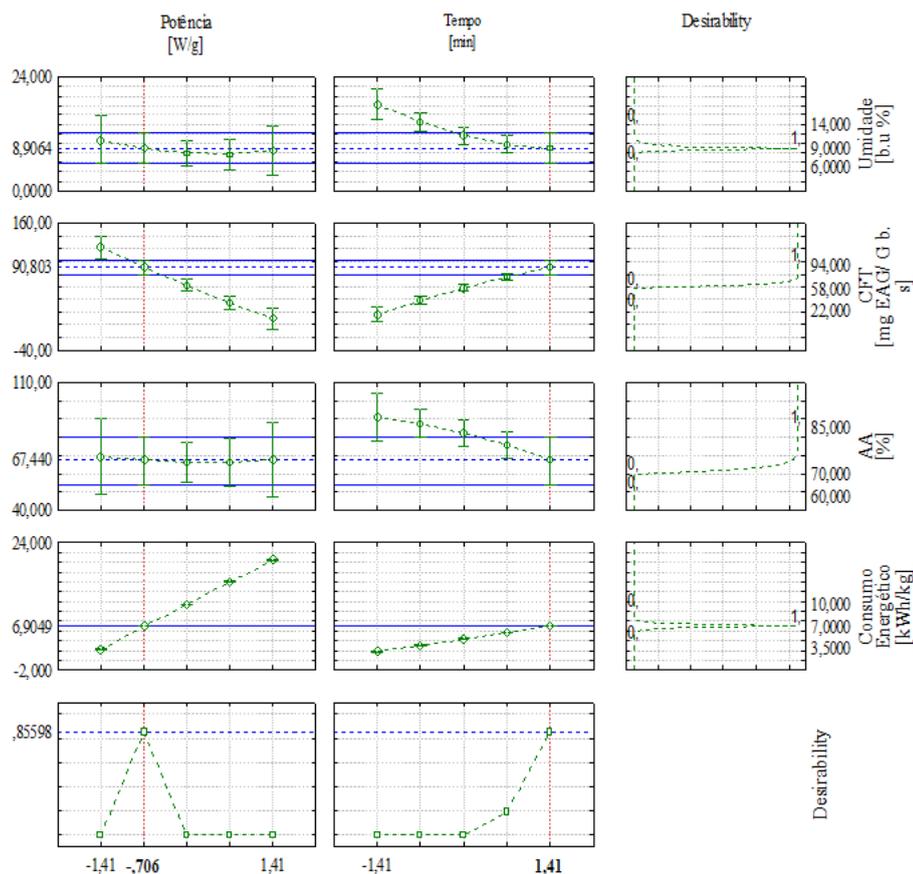
Fonte: Acervo pessoal.

A Figura 5.30 representa o diagrama da Função de Desejabilidade para as condições otimizadas na secagem das folhas de aroeira por secador micro-ondas, dentro dos valores avaliados nos ensaios do planejamento fatorial. Ainda, a Figura 5.30 indica que a desejabilidade global otimizada foi 0,85, sendo que segundo a classificação realizada por AKHANAZAROVA e KAFAROV (1982), valores de *D* (0,8 a 1,0) são considerados aceitáveis e adequados para determinação do ponto ótimo operacional.

Observa-se na Figura 5.30 que a condição ótima de secagem das folhas de aroeira em

secador micro-ondas está localizada na quinta linha da primeira coluna, onde  $D=0,85$ . Através das Equações 4.16. e 4.17 foi possível obter os valores decodificados para as variáveis independentes que indicaram que a condição ótima foi obtida com a potência de 1,5W/g (-0,706) e tempo de secagem de 275 min (1,41), conforme é representado pela linha tracejada em vermelho.

Figura 5. 30. Resultados da otimização por função desejabilidade.



Fonte: Acervo pessoal.

Para validar os resultados do procedimento de otimização, um ensaio adicional foi realizado na condição otimizada. Foram obtidos os seguintes resultados para os atributos de qualidade do produto seco: umidade final ( $8,5 \text{ b.u}\%$ ), compostos fenólicos totais ( $93,0 \pm 1,4 \text{ mg EAG/g b.s}$ ), atividade antioxidante ( $70,7\% \pm 0,7$ ), consumo efetivo energético ( $6,8 \text{ kWh/Kg}$ ), clorofilas totais ( $117,1 \pm 4,2 \text{ mg.}100\text{g}^{-1}$ ) e  $\Delta E^* = 4,3 \pm 0,9$ .

## 6 CONCLUSÕES

As principais conclusões obtidas a partir da análise dos resultados encontrados são:

- ✓ As propriedades morfológicas e físico-químicas da aroeira apresentaram resultados compatíveis com os esperados para as folhas medicinais, com elevados valores de área superficial e área projetada, baixa esfericidade e volume pequeno. A umidade da folha *in-natura* foi 64,5% e 1,82 em (b.s);
- ✓ A secagem via micro-ondas mostrou-se efetiva para reduzir a umidade das folhas a valores adequados para o armazenamento. Com base nos ensaios de secagem realizados para diferentes potências foi possível identificar que nas faixas de potências avaliadas, a velocidade de secagem é fortemente influenciada pela potência aplicada;
- ✓ Com base nos ensaios experimentais foi efetuado o delineamento experimental do tipo DCCR 2<sup>2</sup>, no qual foram avaliados os fatores potência (0,5 W/g a 4,5 W/g) e tempo de secagem (75min a 275 min) nos atributos de qualidade do material seco. Mediante a análise dos coeficientes de regressão a potência e o tempo de secagem foram estatisticamente significativos nas variáveis respostas umidade final, CFT, AA e consumo efetivo de energia.
- ✓ Através da avaliação da superfície de resposta e curva de contorno para a umidade final, foi constatado que a redução da umidade é influenciada pela interação entre a potência e tempo de secagem. A região mais indicada para umidade situa-se entre potências < 2,0 W/g e tempo de secagem < 250 min.
- ✓ Para a concentração de CFT, a combinação entre potências baixas e elevados tempos de secagem resultou em maiores teores de CFT. Sendo essa região representada para potência <2,0 W/g e tempo de secagem < 250 min.
- ✓ A atividade antioxidante sofre influência da potência e tempo de secagem pois o aumento dessas variáveis resulta em menores concentrações de AA. A melhor região para AA situa-se em para potências <2,0 W/g e tempos de secagem < 180 min.
- ✓ Para o consumo efetivo energético observou-se que a região mais indicada de operação visando o menor consumo energético (4,5 kWh/kg) e a secagem das folhas a valores adequados para o armazenamento foi encontrada para potências < 2,0 W/g e tempo de secagem < 250 min;
- ✓ Não foi possível obter um modelo estatístico para retenção de cor com os parâmetros cromáticos  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E^*$ . Os resultados do teste Tukey indicaram que não houveram diferenças significativas entre as médias obtidas para os ensaios do DCCR. Mas, ao avaliar

o parâmetro  $\Delta E^*$ , foi constatado que a menor variação de cor foi obtida para o ensaio com potência igual a 2,5 W/g e 275 min ( $\Delta E^* = 3,5 \pm 0,7$ );

- ✓ A maior concentração de clorofilas totais ( $124,3 \pm 20,3 \text{ mg} \cdot 100 \text{ g}^{-1}$ ), foi encontrada para potência de 1,1 W/g e tempo de secagem de 246 min;
- ✓ A otimização com base na função desejabilidade identificou a potência de 1,5 W/g e tempo de secagem de 275 min como a condição que fornece combinações ótimas de umidade final das folhas a valores adequados de armazenamento (8,5%, base úmida), maior concentração de compostos fenólicos totais ( $93,0 \pm 1,4 \text{ mg EAG/g b.s.}$ ), maior percentual de atividade antioxidante ( $70,7\% \pm 0,7$ ), menor consumo efetivo energético (6,8 kWh/Kg) e variação total de cor ( $\Delta E^* = 4,3 \pm 0,9$ ).

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Visando dar continuidade das investigações sobre a secagem de folhas em micro-ondas e a preservação de atributos de qualidade do material seco algumas sugestões são apresentadas a seguir:

- ✓ Analisar influência da secagem via micro-ondas na integridade da estrutura das folhas de aroeira pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- ✓ Investigar o efeito da variação do tempo de extração, temperatura e método de extração folhas de aroeira;
- ✓ Avaliar o rendimento dos extratos etanólicos obtidos através da secagem via micro-ondas;
- ✓ Analisar o perfil químico do extrato da folha *in natura* e seca;
- ✓ Obter as isotermas de equilíbrio de dessorção das folhas de aroeira;
- ✓ Analisar a secagem combinada (convectiva e micro-ondas) visando a redução de custo energético;
- ✓ Realizar avaliações dos parâmetros cromáticos das folhas *in natura* em intervalos de meses, para identificar o efeito da variação sazonal na retenção de cor das folhas.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Association of official analytical chemists (AOAC). **Official methods of analysis, 15th ed.**, Washington, 1990.

ABDOU, R. H.; SALEH, S. Y.; KHALIL, W. F. Toxicological and biochemical studies on *Schinus terebinthifolius* concerning its curative and hepatoprotective effects against carbonotetrachloride-induced liver injury. **Pharmacognosy magazine**, v. 11, n. 1, p. 93, 2015.

ABDULLAH, S.; NORDINI, M.; RZEMIN A.; ABDUL RAZAK, N. Changes in the physical and chemical properties of *C. nutans* herbal leaves dried under different drying methods. In: **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**, p. 012011, 2020.

AHMED, T. H. Drying some medicinal and aromatic plants by microwave. **Journal of Agricultural Engineering**, v. 35, n. 3, p. 953-974, 2018.

ALAM, M. N.; BRISTI, N. J.; RAFIQUZZAMAN, M. Review on in vivo and in vitro methods evaluation of antioxidant activity. **Saudi pharmaceutical journal**, v. 21, n. 2, p. 143-152, 2013.

AKHNAZAROVA, S.; KAFAROV, V. **Experiment optimization in chemistry and chemical engineering**. Moscow: Mir, 1982.

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Ministério da Saúde: Brasil. Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº 272 de 22/09/2005. Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/legislacao#/visualizar/27633>>. Acesso em: 17 nov 2022.

ARABHOSSEINI, A.; PADHYE, S.; HUISMAN, W.; VAN BOXTEL, A.; MULLER, J. Effect of drying on the color of tarragon (*Artemisia dracunculus* L.) leaves. **Food and bioprocess technology**, v. 4, p. 1281-1287, 2011.

ARSLAN, D.; ÖZCAN, M. M. Evaluation of drying methods with respect to drying kinetics, mineral content, and color characteristics of savory leaves. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, n. 3, p. 983-991, 2012.

ARSLAN, D.; ÖZCAN, M. M.; MENGEŞ, H. O. Evaluation of drying methods with respect to drying parameters, some nutritional and colour characteristics of peppermint (*Mentha x piperita* L.). **Energy Conversion and Management**, v. 51, n. 12, p. 2769–2775, 2010.

ARNON, D. I. Copper enzymes in isolated chloroplasts Polyphenoloxidase in *Beta vulgaris* Plant physiology. **Maryland**, v. 24, n. 1, p. 115, 1949.

AZEVEDO, C.F.; QUIRINO, Z.G.M.; BRUNO, R. L. A. Estudo farmacobotânico de partes aéreas vegetativas de aroeira-vermelha (*Schinus terebinthifolius* Raddi, Anacardiaceae). **Revista Brasileira de Plantas Médicas**, v. 17, p. 26-35, 2015.

BABU, A. K.; KUMARESAN, G.; ANTONY AROUL, V.; VELRAJ, R. Review of leaf drying: Mechanism and influencing parameters, drying methods, nutrient preservation, and mathematical models. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 90, n. March, p. 536–556, 2018.

BALASUNDRAM, N.; SUNDRAM, K.; SAMMAN, S. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. **Food chemistry**, v. 99, n. 1, p. 191-203, 2006.

BADKE, M. R.; SOMAVILLA, C. A.; HEISLER, E. V.; ANDRADE, A.; BUDÓ, M. D. L. D., GARLET, T. M. B. Saber popular: uso de plantas medicinais como forma terapêutica no cuidado à saúde. **Revista de enfermagem UFSM**, v. 6, n. 2, p. 132-139, 2016.

BARBOZA, A. C.; CRUZ, C. V.; GRAZIANI, M. B.; LORENZETTI, M. C.; SABADINI, E. Aquecimento em forno micro-ondas/desenvolvimento de alguns conceitos fundamentais. **Química Nova**, v. 24, p. 901-904, 2001.

BARROS NETO, B.; SCARMINO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 4. ed. Porto Alegre: Bookman, 2010. 414p.

BATALHA, M. O.; NANTES, J. F. D.; ALCÂNTARA, R. L. C.; MING, L. C.; CASTRO, D. M.; LOURENZANI, A. E. B. S.; RIBEIRO, P. M. T. Plantas medicinais no Estado de São Paulo: situação atual, perspectivas e entraves ao desenvolvimento. **Florestar estatístico**, v. 6, n. 15, p. 27-35, 2001.

BARITAUX, O.; RICHARD, H.; TOUCHE, J.; DERBESY, M. Effects of drying and storage of herbs and spices on the essential oil: part I: Basil, *Ocimum basilicum* L. **Flavor and Fragrance Journal**, v. 7, n. 5, p. 267-271, 1992.

BERBERT, P. A.; OLIVEIRA, M. T. R.; BERBERT-MOLINA, M. A.; SOARES, K. D. J.; COELHO, A. A. Thin-layer convective drying behaviour of Brazilian peppertree leaves. **Bioscience Journal**, v. 35, n.2, p. 540–560, 2019.

BEZERRA NETO, E; BARRETO, L. P. **Análises químicas de tecidos e produtos vegetais**. Recife: UFRPE. 2004. 148p.

BORRMANN, D. **Efeito do déficit hídrico em características químicas e bioquímicas da soja e na degradação da clorofila, com ênfase na formação de metabólitos incolores**. 2009. 125 f. Tese (Doutorado em Ciências dos Alimentos) – Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

BOX, G.; HUNTER, J. S.; HUNTER, W. G. **Statistics for experimenters: Design Innovation and Discovery**. John Wiley & Sons, 2005. Brien, CJ.

BRAGA, M. C. **Qualidade de folha de *curcuma longa* L. destratada obtida com diferentes métodos de secagem**. 106f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2016.

BRANDÃO, M. G.; ZANETTI, N. N.; OLIVEIRA, P.; GRAEL, C. F.; SANTOS, A. C.; MONTE-MÓR, R. L. Brazilian medicinal plants described by 19th century European naturalists and in the Official Pharmacopoeia. **Journal of Ethnopharmacology**, v.120, n. 2, p.141-148, 2008.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Gabinete do Ministro. Portaria interministerial nº2.960,

de 09 de Dezembro de 2008. Aprova o Programa Nacional de Plantas Mediciniais e Fitoterápicos e cria o Comitê Nacional de Plantas Mediciniais e Fitoterápicos. Ministério da Saúde; 2008. Disponível em: <http://bvmsms.saude.gov.br/bvs/html> [18 jul 2021].

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 26, de 13 de maio de 2014. Disponível em: [http://bvms.saude.gov.br/bvs/rdc0026\\_13\\_05\\_2014.pdf](http://bvms.saude.gov.br/bvs/rdc0026_13_05_2014.pdf). Acesso em: 16 nov 2021.

BREITKREITZ, M. C.; JARDIM, I. C. S. F.; BRUNS, R. E. Combined column–mobile phase mixture statistical design optimization of high-performance liquid chromatographic analysis of multicomponent systems. **Journal of Chromatography A**, v. 1216, n. 9, p. 1439-1449, 2007.

BUCHAILLOT, A.; CAFFIN, N.; BHANDARI, B. Drying of lemon myrtle (*Backhousia citriodora*) leaves: Retention of volatiles and color. **Drying Technology**, v. 27, n. 3, p. 445-450, 2009.

BUENOS, A. A.; SANTOS JÚNIOR, A. A.; RODRIGUES, A. R.; TOKIMATSU, C.; BALESTRASSI, P. P. **Metodologia da superfície de resposta aplicada à medição de tensões em chapas**. In: VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Campina Grande, Paraíba, 2010.

BUSIC, A.; VOJVODIC, A.; KOMES, D.; AKKERMANS, C.; BELSCAK-CVITONOVIC, A.; STOLK, M.; HOFLAND, G. Comparative evaluation of CO<sub>2</sub> drying as an alternativa drying technique of basil (*Ocimum basilicum* L.) - The effect on bioactive and sensory properties. **Food Research International**, v. 64, p. 34-42, 2014.

BUTTON, S. T. **Metodologia para planejamento experimental e análise de resultados**. Ed: São Paulo, p. 4, 2005.

CAGLIARI, A. **Influência da secagem convectiva em leito fixo sobre as propriedades da folha de oliveria (*Olea europaea* L.)**. 120f. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Pampa, Bagé, 2017.

CANDIOTI, L. V.; DE ZAN, M. M.; CÁMARA, M. S.; GOICOECHEA, H. C. Experimental design and multiple response optimization. Using the desirability function in analytical methods development. **Talanta**, v. 124, p. 123-138, 2014.

CAMAROTI, J. R. S. L.; DE ALMEIDA, W. A.; DO REGO BELMONTE, B.; DE OLIVEIRA, A. P. S.; DE ALBUQUERQUE LIMA, T.; FERREIRA, M. R. A.; NAPOLEÃO, T. H. *Sitophilus zeamais* adults have survival and nutrition affected by *Schinus terebinthifolius* leaf extract and its lectin (SteLL). **Industrial crops and products**, 116, 81-89, 2018.

CANABARRO, N. I. **Secagem convectiva de folhas visando a obtenção de compostos bioativos via extração supercrítica**. 2019. 175f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2019.

CANABARRO, N. I.; UGALDE, G. A.; MAZUTTI, M. A.; FERREIRA, M. C. Conveyor-belt drying of *Eugenia uniflora* L. leaves: Influence of drying conditions on the yield, composition, antioxidant activity and total phenolic content of supercritical CO<sub>2</sub> extracts. **Food and Bioproducts Processing**, v. 116, p. 140-149, 2019.

CARNEIRO, F.M.; SILVA, J. P. F.; BORGES, L.L.; ALBERNAZ, L. C.; COSTA, J. D. P. Tendências dos estudos com plantas medicinais no Brasil. **Revista Sapiência: sociedade, saberes e práticas educacionais**, v.3, n.2, p. 44-75, 2014.

CARVALHO, M. G.; MELO, A. G. N.; ARAGÃO, C. F. S.; RAFFIN, F. N.; MOURA, T.F.A.L *Schinus terebinthifolius* Raddi: composição química, propriedades biológicas e toxicidade. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v. 15, 158-169, 2013.

CARVALHO, A. C. B; LANA, T. N.; PERFEITO, J. P. S.; SILVEIRA, D. The Brazilian market of herbal medicinal products and the impacts of the new legislation on traditional medicines. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 212, n. May 2017, p. 29–35, 2018.

CARVALHO, G. R. Microwave and microwave-vacuum drying as alternatives to convective drying in barley malt processing. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 73, p. 102770, 2021.

CHANDRASEKARAN, S.; RAMANATHAN, S.; BASAK, T. Microwave food processing—A review. **Food research international**, v. 52, n.1, 243-261, 2013.

CHEMAT, F.; ROMBAUT, N.; SICAIRE, A. G.; MEULLEMIESTRE, A.; ABERT-VIAN, M. Ultrasound assisted extraction of food annatural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 34, p. 540-560, 2017.

CHUA, L. Y. W.; CHUA, B. L.; FIGIEL, A.; CHONG, C. H., WOJDYŁO, A., SZUMNY, A.; LECH, K. Characterisation of the convective hot-air drying and vacum microwave drying of *Cassia alata*: antioxidant activity, essential oil volatile composition and quality studies. **Molecules**, v. 24, n. 8, p. 1625, 2019.

CHOTPHRUETHIPONG, L.; BENJAKUL, S.; KIJROONGROJANA, K. Optimization of extraction of antioxidative phenolic compounds from cashew (*Anacardium occidentale* L.) leaves using response surface methodology. **Journal of food biochemistry**, v. 41, n. 4, p. 12379, 2017.

COELHO, M. I. D. S. **Compostos fenólicos e atividade antioxidante de extratos da casca do umbu (spondias tuberosa arruda) obtidos por diferentes técnicas**. 2015. 165 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

COSTA, A. B. S. **Secagem convectiva de folhas de hortelã: análise baseada no ajuste de correlações empíricas, superfícies de respostas e redes neurais**. 2013. 109f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.

DADALI, G.; DEMIRHAN, E.; ÖZBEK, B. Effect of drying conditions on rehydration kinetics of microwave-dried spinach. **Food and bioproducts processing**, v. 86, n. 4, p. 235-241, 2008.

DAL-BÓ, V.; FREIRE, J. T. Effects of lyophilisation on colorimetric indices, phenolics content

and antioxidant activity of avocado (*Persea americana*) pulp. **Food Control**, v. 132, p. 108526, 2022.

DARVISHI, H.; FARHUDI, Z.; BEHROOZI-KHAZAEI, N. Multi-objective optimization of savory leaves drying in continuous infrared-hot air dryer by response surface methodology and desirability function. **Computers and electronics in agriculture**, v. 168, p. 105112, 2020.

DATTA, A. K.; DAVIDSON, P. M. Microwave and radio frequency processing. **Journal of Food Science**, v. 65, p. 32-41, 2000.

DEGÁSPARI, C. H.; WASZCZYNSKYJ, N.; DOS SANTOS, R. J. Atividade antioxidante de extrato de fruto de Aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi). **Visão acadêmica**, v. 5, n. 2, 2004.

DE OLIVEIRA, D. A. **Aplicação das tecnologias supercrítica e convencionais para o reaproveitamento dos resíduos do processamento de maracujá (*Passiflora edulis* f. *Flavicarpa*)**. 2015. 205 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2015.

DIAS, J. E. D.; LAURENO, C. L. Farmacopeia popular do Cerrado. **Goiás: Articulação Pacari**, 2010.

DOYMAZ, I. Thin-layer drying behaviour of mint leaves. **Journal of Food Engineering**, v. 74, p.370-375, 2006.

DOWNHAM, A.; COLLINS, P. Colouring our foods in the last and next millennium. **International Journal of Food Science and Technology**, v.35, n.1, p.5-22, 2000.

DUTRA, R. C.; CAMPOS, M. M.; SANTOS, A. R.; CALIXTO, J. B. Plantas medicinais no Brasil: estudos farmacológicos, descoberta de medicamentos, desafios e perspectivas. **Pesquisa farmacológica**, v. 112, p. 4-29, 2016.

EL-MASSRY, K. F.; EL-GHORAB, A. H.; SHAABAN, H. A.; SHIBAMOTO, T. Chemical compositions and antioxidant/antimicrobial activities of various samples prepared from *Schinus terebinthifolius* leaves cultivated in Egypt. **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 57, n. 12, p. 5265-5270, 2009.

ERBAY, Z.; ICIER, F. Optimization of hot air drying of olive leaves using response surface methodology. **Journal of Food Engineering**, v. 91, n. 4, p. 533–541, 2009.

FERREIRA, S. L. C.; BRUNS, R. E.; DA SILVA, E. G. P.; DOS SANTOS, W. N. L.; QUINTELLA, C. M.; DAVID, J. M.; NETO, B. B. Statistical designs and response surface techniques for the optimization of chromatographic systems. **Journal of Chromatography A**, v. 1158, n. 1, p. 2-14, 2007.

FENG, H.; YING, Y.; TANG, J. Microwave Drying of food and agricultural materials: basics and heat and mass transfer modeling. **Food Eng Rev**, v. 4, p. 89-106, 2012.

FIGUEIREDO, C., BARROSO, J. G., PEDRO, L. G., SCHEFFER, J. J. C. Factors affecting secondary metabolite production in plants: volatile components and essential oils. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 23, n. 4, p. 213-226, 2008.

FORTES, M.; OKOS M. R. Drying theories: their bases and limitations as applied to foods and grains. **Advances in drying**, p.119-54, 1981.

FOGLIO, M. A.; QUEIROGA, C. L.; SOUSA, I. D. O.; RODRIGUES, R. A. F. Plantas medicinais como fonte de recursos terapêuticos: um modelo multidisciplinar. **Construindo a história dos produtos naturais**, v. 7, p. 1-8, 2006.

FORTUNY, M.; OLIVEIRA, C. B. Z.; MELO, R. L. F. V.; NELE, M.; COUTINHO, R. C. C.; SANTOS, A. F. Effect of salinity, temperature, water content, and ph on the microwave demulsification of crude oil emulsions. **Energy Fuels**, v. 21, p. 1358-1364, 2007.

FREITAS, J. V. **Desenvolvimento de um secador tipo cesto rotativo para a secagem de folhas de eucalipto (*Corymbia citriodora*)**. 2015. 90f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2015.

FUMAGALLI, F. **Secagem da pêra em secador a micro-ondas**. 130f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2003.

FURUKAVA, J. **Alicerces conceituais para a elaboração de um guia de fontes de informação em plantas medicinais direcionada à indústria fitoterápica e comunidade científica da área**. 132f. Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2003.

GARDENAL, A. C. **Desenvolvimento de uma secadora de bandejas para secagem de folhas medicinais e análise da secagem de ramos de barbatimão (*Stryphnodendron adstringens*)**. 119f. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2022.

GILBERT, B.; FAVORETO, R. *Schinus terebinthifolius* Raddi. **Revista Fitos**, v. 6, p. 43–56, 2011.

GIROTTI, L. M.; OLIVEIRA, I. D.; SILVA, D. L. G.; PORCIUNCULA, B. D. A.; BARROS, B. C. B. Potencial antioxidante de folhas de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* M.). In: **31º Encontro anual de iniciação científica**, Maringá – PR, 2022.

GONELI, A. L. D.; VIEIRA, M. D. C. VILHASANTI, H. D. C. B.; GONÇALVES, A. A. Modelagem matemática e difusividade efetiva de folhas de aroeira durante a secagem. **Pesquisa agropecuária tropical**, v. 44, p. 56-64, 2014.

GOMES, R. B. A.; Souza, E. S.; Barraqui, N. S. G.; Tosta, C. L.; Nunes, A. P. F.; Schuenck, R. P.; Kuster, R. M. Residues from the Brazilian pepper tree (*Schinus terebinthifolia* Raddi) processing industry: Chemical profile and antimicrobial activity of extracts against hospital bacteria. **Industrial Crops and Products**, v. 143, n. 6, p. 111430, 2020.

GUERRA, M. P.; NODARI, R.O. Biodiversidade: aspectos biológicos, geográficos, legais e étnicos. In: Simões CMO, Schenkel EP, Gosmann G, Mello JCP, Mentz LA, Petrovick PR (Org.). **Farmacognosia da planta ao medicamento**. 3 ed. Porto Alegre – Florianópolis: Ed Universidade, p. 13-40, 2001.

GURGEL, C. E. M. R. **Secagem da polpa de graviola (*Annona muricata* L.) em cada de espuma desempenho do processo e características do produto**. 2014. 66f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

GUTIERREZ, H.P.; VARA, R.S. **Análisis y Diseño de Experimentos**. 2a ed. McGraw Hill, ISBN-10: 970-10- 6526-3. New York. USA. 2008.

HANDA S. S. **Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants**. Trieste: ICS Unido. 2008. p. 266.

HASENCLEVER, L.; PARANHOS, J.; COSTA, C. R.; CUNHA, G.; VIEIRA, D. A indústria de fitoterápicos brasileira: desafios e oportunidades. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 22, n.8, p. 2559-2569, 2017.

HEINDL, A.; MÜLLER, J. Microwave drying of medicinal and aromatic plants. **Stewart Postharvest Review**, v. 3, p. 1-6, 2007.

JAMES, C.; SWAIN, M. V.; JAMES, S. J; SWAIN, M. J. Development of methodology for assessing the heating performance of domestic microwave ovens. **International Journal of food science**, v. 37, p. 879-892, 2002.

JIN, Q.; YANG, J.; MA, L.; WEN, D.; CHEN, F.; LI, J. Identification of polyphenols in mulberry (genus *Morus*) cultivars by liquid chromatography with time-of-flight mass spectrometer. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 63, p. 55-64, 2017.

JONES, D. A.; LELYVELD, T. P.; MAVROFIDIS, S. D.; KINGMAN, S. W.; MILES, N. J. Microwave heating applications in environmental engineering—a review. **Resour. Conserv. Recycl**, v.34, p. 75–90, 2002.

KARIMI, F.; RAFIEE, S.; TAHERI-GARAVAND, A.; KARIMI, M. Optimization of an air drying process for *Artemisia absinthium* leaves using response surface and artificial neural network models. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 43, n. 1, p. 29-39, 2012.

KINGSTON, H. M.; JASSIE, L. B. Microwave acid sample decomposition for elemental analysis. **Journal of research of the national bureau of standards**, v. 93, n.3, p. 269, 1988.

KEEY, R. B. **Drying Principles and Practice**. 1 ed. ed. New York: [s.n.], 1972.

KHODJA, Y. K.; DAHMOUNE, F.; MADANI, K.; KHETTAL, B. Conventional method and microwave drying kinetics of *Laurus nobilis* leaves: effects on phenolic compounds and antioxidante activity. **Brazilian Journal of food technology**, v. 23, 2020.

KO, M.; CHEIGH, C.I.; CHO, S.W.; CHUNG, M.S. Subcritical water extraction of flavonol quercetin from onion skin. **Journal of Food Engineering**, v. 102, n. 4, p. 327-333, Fev. 2011. ISSN 0260-8774.

KOBUS-CISOWSKA, J.; SZYMANOWSKA-POWAŁOWSKA, D.; SZCZEPANIAK, O.; KMIĘCIK, D.; PRZEOR, M.; GRAMZA-MICHAŁOWSKA, A; SZULC, P. Composition and

In Vitro Effects of Cultivars of *Humulus lupulus* L. Hops on Cholinesterase Activity and Microbial Growth. **Nutrients**, v. 11, n. 6, p. 1377, 2019.

LENZI, M.; ORTH, A. I. Caracterização funcional do sistema reprodutivo da aroeira-vermelha (*Schinus terebinthifolius* Raddi), em Florianópolis-SC, Brasil. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 26, 198-201, 2004.

LIMA, R. A. B. **Análise da secagem convectiva de folhas de manjeriço (*Ocimum basilicum* L.)**. 169f. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.

LORENZI, H.; MATOS, F. J. A. **Árvores brasileiras. Manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil**. Nova Odessa, Instituto Plantarum, 2002.

LORENZI, H.; MATOS, F.J.A. **Plantas Medicinais no Brasil: nativas e exóticas**. 2ª ed. Nova Odessa, Instituto Plantarum, 2008.

LUCCI, P.; SAURINA, J.; NÚÑEZ, O. Trends in LC-MS and LC-HRMS analysis and characterization of polyphenols in food. **Trac Trends in Analytical Chemistry**, v. 88, p. 1-24, 2017.

MARTINS, E. R.; CASTRO, D. M.; CASTELLANI, D. C. **Plantas medicinais**. Viçosa, MG: UFV, 2003.

MAIA, M.C.; LAURENTINOC, DA S.; CARNEIRO, G. A.; MUNIZI, C.; MUNIZI, I. S.; SILVA, A.; REIS, J. A.; SULTANUNR, F. S.; VASCONCELOST, R. L. C.; CORDEIROR, P. Propriedades terapêuticas da espécie *Schinus terebinthifolius* Raddi (aroeira-vermelha). **Revista Eletrônica Acervo Saúde**, v. 13, n. 4, 2021.

MARGRAF, T. **Avaliação de diferentes métodos analíticos e efeitos da origem geográfica, varietal e cultivo agrônômico na composição química e atividade antioxidante de sucos de uva ponta grossa**. 2015. 107f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.

MARTINAZZO, A. P. **Secagem, armazenamento e qualidade de folhas de *Cymbopogon citratus* (D.C) Stapf**. 2006. 156f. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2006.

MARTINAZZO, E. G.; ANESE, S.; WANDSCHEER, A. C. D.; PASTORINI, L. H. Efeito do Sombreamento sobre o Crescimento Inicial e Teor de Clorofila Foliar de *Eugenia uniflora* Linn (Pitanga) – Família Myrtaceae. **Revista Brasileira de Biociências**, v. 5, n. 2, p. 162-164, 2007

MEDEIROS, K. C.; MONTEIRO, J. C.; DINIZ, M. F.; MEDEIROS, I. A.; SILVA, B. A.; PIUVEZAM, M. R. Effect of the activity of the Brazilian polyherbal formulation: *Eucalyptus globulus* Labill, *Peltodon radicans* Pohl and *Schinus terebinthifolius* Radd in inflammatory models. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 17, p. 23-28, 2007.

MELECHI, M. I. S. **Extratos de *Hibiscus tiliaceus* L: caracterização química de estudo comparativo de métodos de extração**. 2005. 218 f. Tese (Doutorado) - Curso de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

MENDONÇA, L. **Desempenho do delineamento composto central em experimentos com alto coeficiente de variação**. 2012. 80f. Dissertação (Mestrado em Estatística Aplicada e Biometria) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2012.

METAXAS, A.C., MEREDITH, R. J. **Industrial microwave heating**. London: Peter Peregrinus, 1983.

MEREDITH, R. J. **Engineers handbook of industrial microwave heating**, Ed. 25, The institution of electrical engineers, 1988.

MEREGALLI, M.M.; PUTON, B.M.S.; CAMERA, F.D.; AMARAL, A.U.; ZENI, J.; CANSIAN, R.L.; MIGNONI, M.L.; BACKES, G.T. Conventional and ultrasound-assisted methods for extraction of bioactive compounds from red araçá peel (*Psidium cattleianum* Sabine). **Arabian Journal of Chemistry**, v. 13, p. 5800-5809, 2020.

MICKYMARAY, S. Efficacy and mechanism of traditional medicinal plants and bioactive compounds against clinically important pathogens. **Antibiotics**, v. 8, n.4, p. 257, 2019.

MONTEIRO, R. L.; CARCIOFI, B. A. M.; MARSAIOLI, A.; LAURINDO, J. B. How to make a microwave vacuum dryer with turntable. **Journal of Food Engineering**, v.166, p. 276-284, 2015.

MONTEIRO, R. L.; LINK, J. V.; TRIBUZI, G. B.; CARCIOFI, A. M.; LAURINDO, J. B. Microwave vacuum drying and multi-flash drying of pumpkin slices. **Journal of Food Engineering**, v. 232, p. 1-10, 2018.

MUJUMDAR, A. S. **Manual de secagem industrial**. CRC press, 2006.

NEGRI, M. L. S., POSSAMAI, J. C.; NAKASHIMA, T. Atividade antioxidante das folhas de espinheira-santa-*Maytenus ilicifolia* Mart. ex Reiss., secas em diferentes temperaturas. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 19, p. 553-556, 2009.

OBIED, H. K.; ALLEN, M. S.; BEDGOOD, D. R.; PRENZLER, P. D.; ROBARDS, K.; STOCKMANN, R. Biactivity and phton analysis of biophenols recovered from olive mil waste. **Journal of Agricultural and Food chemistry**, v. 53, p. 823-837, 2008.

OLADELE, S.O; JIMOH, K. A. Microwave-drying of Scent leaf (*Ocimum gratissimum*). **J. Sustain. Technol.** v. 8, n. 2, p. 680-2281, 2017.

OLIVEIRA, M. E. C.; FRANCA, A. S. Microwave heating of foodtuffs. **Journal of Food Engineering**, v. 53, n. 4, p. 347-359, 2002.

OLIVEIRA, V. S.; AUGUSTA, I. M.; CONCEIÇÃO BRAZ, M. V.; RIGER, C. J.; PRUDÊNCIO, E. R.; SAWAYA, A. C. H. F.; SALDANHA, T. Aroeira fruit (*Schinus terebinthifolius* Raddi) as a natural antioxidant: chemical constituents, bioactive compounds and in vitro and in vivo antioxidant capacity. **Food chemistry**, p. 126274, 2020.

OLIVEIRA, F. M; ANTUNES, B. F; JACQUES, A. C; ZAMBIAZI, R. C. Teor de Clorofila em folhas de oliveira cultivada na região da Campanha gaúcha. **15ª Mostra da Produção**

**Universitária- MPU.** Rio Grande do Sul/RS, Brasil. 2016.

ONWUDE, D. I.; HASHIM, N.; JANUS, R.; NAWI, N. M.; ABDAN, K. Color change kinetics and total carotenoid content of pumpkin as affected by drying temperature. **Italian journal of food Science**, v. 2, n. 1, 2017.

PAGLIOSA, C. M.; VIEIRA, M. A.; PODESTÁ, R.; MARASCHIN, M.; ZENI, A. L. B.; AMANTE, E. R.; AMBONI, R. D. D. M. C. Methylxanthines, phenolic composition, and antioxidant activity of bark from residues from mate tree harvesting (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil.). **Food Chemistry**, v. 122, n. 1, p. 173-178, 2010.

PANISSET, C. M. A. **Novas alternativas para o sistema de separação sólido-líquido na perfuração de poços de petróleo: teste de uma unidade de VCS; busca do aumento de eficiência da operação de hidrociclonação e tratamento da borra de centrifugação por micro-ondas.** Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG, 2014.

PAIVA, E. **Otimização de processos de manufatura com múltiplas respostas baseada em índices de capacidade.** 2008. 118 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Produção), Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2008.

PARK, K. J.; YADO, M. K. M.; BROD, F. P. R. Estudo de secagem de pêra bartlett (*Pyrus sp.*) em fatias. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, n. 3, p. 288-292, 2001.

PEREIRA, M. S.; PANISSET, C. M. A.; MARTINS, A. L.; SÁ, C. H. M.; BARROZO, M. A. S.; ATAÍDE, C. H. Microwave treatment of drilled cuttings contaminated by synthetic drilling fluid. **Separation and purification technology**, v. 124, p. 68-73, 2014.

PEREIRA, N. R. **Estudo da aplicação de Microondas na secagem de bananas tratadas osmoticamente.** 2007. 188f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

PECORARO, É.; DAVOLOS, M. R.; JAFELICCI JUNIOR, M. Adaptações em forno de microondas doméstico para utilização em laboratório. **Química Nova**, v. 20, p. 89-92, 1997.

PINHO, L.; SOUZA.; SOBRINHO, M. E.; ALMEIDA, C. A.; MARTINS, R. E. Atividade antimicrobiana de extratos hidroalcoólicos das folhas de alecrim-pimenta, aroeira, barbatimão, erva baleeira e do farelo de casca de pequi. **Ciência Rural**, v. 42, n. 2, p. 326-331.

PONTES, P. V. A. **Estudo dos compostos fenólicos, potencial antioxidante e perfil dos ácidos graxos presentes em bagaço de uva da variedade Cabernet Sauvignon.** 2014. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2014.

PONTES, S. M.; SOUZA, A. P. M.; BARRETO, B. F.; OLIVEIRA, H. S. B.; OLIVEIRA, L. B. P. D.; SARAIVA, A. M.; Carmo, E. S. Utilização de plantas medicinais potencialmente nocivas durante a gestação na cidade de Cuité-PB. **Comunidade de ciências da saúde**, v.23, n.4, p. 305-311, 2012.

PRATES, M. F. O.; REIS, R. D.; DEVILLA, I. A.; FARIA, R. Q.; LIMA JUNIOR, A. F. Cinética de secagem de folhas de *Solanum lycocarpum* A. St-Hil (fruta-de-lobo). **Revista**

**Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 14, n. 3, p. 514-521, 2012.

PROCÓPIO, T. F.; FERNANDES, K. M.; PONTUAL, E. V.; XIMENES, R. M.; DE OLIVEIRA, A. R. C.; SOUZA, C. D. S.; NAPOLEÃO, T. H. *Schinus terebinthifolius* leaf extract causes midgut damage, interfering with survival and development of *Aedes aegypti* larvae. **PLoS One**, v. 10, n. 2, p. e0126612, 2015.

QUINTINO, A.; ANDRADE, P.; SILVA, T. J.; CANEPPELE, M. A.; ABREU, J. Métodos de determinação de umidade nos solos de cerrado. **Enciclopédia Biosfera**, v. 11, n. 22, 2015.

RADOIU, M. Microwave drying process scale-up. **Chemical Engineering and Processing-Process Intensification**, v. 155, p. 108088, 2020.

RAHIMMALEK, M.; GOLI, S. A. H. Evaluation of six drying treatments with respect to essential oil yield, composition and color characteristics of *Thymys daenensis* subsp. *daenensis*. Celak leaves. **Industrial Crops and Products**, v. 42, n. 1, p. 613–619, 2013.

RISPAIL, N., MORRIS, P., WEBB, J. K. Phenolic Compounds: Extraction and analysis. In: Lotus Japonicus Handbook. MÁRQUEZ, A. (Ed.), **Berlin: Springer**, 2005.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 2a.Ed. ed. Campinas, SP: [s.n.], 2009.

ROESLER, R.; MALTA, L.G.; CARRASCO, L.C.; HOLANDA, R.B.; SOUSA, C.A.S.S.; PASTORE, G. M. Atividade antioxidante de frutas do cerrado. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v2, n.1, p. 53-60, 2007.

ROSA, J. G. **Secagem de cenoura (*Dacus carota* L.) em micro-ondas**. 78f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.

ROSA, C. D. A; CÂMARA, S. G.; BÉRIA, J. U. Representações e intenção de uso da Fitoterapia na atenção básica à saúde. **Ciência & Saúde Coletiva**, v. 16, n. 1, p. 311-318, 2011.

ROSANOVA, A. H. **Desenvolvimento de um secador de tambor rotativo para a secagem de folhas condimentares e fitoterápicas**. 2017. 155f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2017.

ROSSI, A. S. **Cinética de aquecimento e secagem, propriedades dielétricas e simulação computacional aplicado ao tratamento de cascalho de perfuração por micro-ondas**. 2017. 117f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

SANTOS, K. B; TONIN, L. T. D. Estudo da influência da temperatura de secagem e solvente extrator na capacidade antioxidante de folhas *Plantago major*. **Revista Fitos**, Rio de Janeiro. 310 v.13, n. 3, p. 200-211, 2019.

SANTOS, O. J. D.; RIBAS FILHO, J. M.; CZECZKO, N. G.; CASTELO BRANCO NETO, M. L.; NAUFEL JR, C.; FERREIRA, L. M.; DOBROWOLSKI, S. Avaliação do extrato de Aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) no processo de cicatrização de gastrorrafias em ratos. **Acta Cirúrgica Brasileira**, v. 21, p. 39-45, 2006.

SANTOS, C. T. C.; DE AZEVEDO, M. M. R.; ROCHA, T. J. M.; DOS SANTOS, A. F.; PIRES, L. L. S. Comparação da atividade entre os óleos essenciais de frutos verdes e maduros de *Schinus terebinthifolius* Raddi sobre isolados de *Acinetobacter baumannii* multirresistentes. **Diversitas Journal**, v. 4, n. 1, p. 285-291, 2019.

SALDANHA, C.; MORO, T.; MISSIO, E. L.; MALDANER, J.; STEFFEN, G. Escarificação mecânica e química na germinação de sementes de *Schinus terebinthifolius* Raddi. **Enciclopédia Biosfera**, v. 14, n. 25, 2017.

SALVI JUNIOR, A. ***Schinus terebinthifolius* Raddi: estudo farmacognóstico e investigação da atividade biológica de extratos e frações**. 2013. 140f. Tese (Doutorado em Ciências Farmacêuticas) – Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2013.

SANTOS, H. C. M. **Secagem de alimentos por micro-ondas: desenvolvimento de um protótipo de secador a vácuo, análise do processo e aplicação sobre diferentes tipos de alimentos**. 2021. 95f. Tese de Doutorado. Universidade Estadual do Sudoeste Da Bahia, 2021.

SARIMESELI, A. Microwave drying characteristics of coriander (*Coriandrum sativum* L.) leaves. **Energy Conversion and Management**, v. 52, n. 2, p. 1449-1453, 2011.

SERENIKI A.; LINARD-MEDEIROS C. F. B.; SILVA S. N.; SILVA J. B.R.; PEIXOTO SOBRINHO T. J. S.; SILVA J. R. *Schinus terebinthifolius* administration prevented behavioral and biochemical alterations in a rotenone model of Parkinson's disease. **Rev. Bras. Farmacogn**, v. 26, n. 2, p. 240-245, 2016.

SCHIFFMANN, R. F. Microwave and dielectric drying. In: **Handbook of Industrial Drying**. 2ª Edição. New York: Ed. Arun S. Mujumdar, 1995, 345-372p.

SCHIMITBERGER, V. M. B.; ALMEIDA PRATTI, D. L.; CAVALCANTI, L. C.; RAMALHO, V. F.; COSTA, A. P. F.; SCHERER, R.; DA SILVA, A. G. Volatile compounds profile changes from unripe to ripe fruits of Brazilian pepper (*Schinus terebinthifolia* Raddi). **Industrial Crops and Products**, v. 119, n. April, p. 125–131, 2018.

SCHEIBE, C. L.; RIBAS-FILHO, J. M.; CZECZKO, N. G.; MALAFAIA, O.; BARBOZA, L. E. D.; RIBAS, F. M.; SCAPINI, J. G. S. *Schinus terebinthifolius* Raddi (aroeira) and *Orbignya phalerata* mart. (Babassu) effect in cecorrahphy healing in rats. **Acta cirúrgica brasileira**, v. 31, p. 402-410, 2016.

SCHEID, T.; MORAES, M. S.; HENRIQUES, T. P.; RIFFEL, A. P. K.; BELLÓ-KLEIN, A.; POSER, G. L. V.; PARTATA, W. A. Effects of methanol fraction from leaves of *Schinus terebinthifolius* Raddi on nociception and spinal-cord oxidative biomarkers in rats with neuropathic pain. **Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2018, 2018.

SCHOEFS, B. Chlorophyll and carotenoid analysis in food products. Properties of the pigments and methods of analysis. **Trends in Food Science & Technology**, v.13, p.361-371, 2002.

SHANG, H.; SNAPE, C. E.; KINGMAN, S. W.; ROBINSON, J. P. Microwave treatment of oil-contaminated North Sea drill cuttings in a high power multimode cavity. **Separation and**

**purification technology**, v. 49, n. 1, p. 84-90, 2006.

SLEDŹ, M.; NOWAK, P.; WITROWA-RAJCHERT, D. Drying of parsley leaves pre-treated by ultrasound. **Zeszyty problemowe postępow nauk rolniczych**, n. 579, p. 91-99, 2013.

SILVA, R. H. **Secagem convectiva da folha de aroeira (*Schinus terebinthifolius* Raddi) em tambor rotativo com parede perfurada: influência das condições operacionais na preservação da cor e compostos bioativos**. 2021. 120f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2021.

SILVA, J. S. **Secagem e armazenagem de produtos agrícolas**. Viçosa, MG: Aprenda Fácil, p. 560, 2008.

SINGLETON, V. L. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. **Methods in enzymology**, v. 299, p. 152-178, 1999.

SIMÕES, C. M. O. **Farmacognosia: Da Planta ao Medicamento**, Porto Alegre/Florianópolis Ed. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1999. UFRGS, 1999.

SPIGNO, G.; TRAMELLI, L.; DE FAVERI, D. M. Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidante activity of grape marc phenolics. **Journal of food engineering**, v. 81, n. 1, p. 200-208, 2007.

SONAGLIO, D.; ORTEGA, G. G.; PETROVICK, P. R; BASSANI, V.L. **Desenvolvimento Tecnológico e Produção de Fitoterápicos**. In: SIMÕES, C.M.O.; SCHENKEL, E.P.; GOSMANN, G.; MELLO, J.C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. *Farmacognosia, da planta ao medicamento*. 6. ed. Porto Alegre/Florianópolis: UFRS, cap. 13, 2010, p. 290- 326.

SONG, F.; ZHONG, Q.; YU, Y.; HU, J.; SONG, Y. Obtaining well-dispersed Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst for CO<sub>2</sub> methanation with a microwave-assisted method. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 7, p. 4174-4183, 2017.

SOUZA, G. B.; NOGUEIRA, A. R. A.; RASSINE, J. B. Determinação de matéria seca e umidade em solos e plantas empregando forno de micro-ondas doméstico. **Circular Técnica**, v. 33, 2002.

SONG, J.; WANG, X.; LI, D.; MENG, L.; CHUNQUAN, L. Degradation of carotenoids in pumpkin (*Cucurbita maxima* L.) slices as influenced by microwave vacuum drying. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 7, p. 1479-1487, 2017.

SOYSAL, Y. Microwave drying characteristics of Parsley. **Biosystems Engineering**, v. 89, n. 2, p. 167-173, 2004.

STRUMILLO, C. Z.; KUDRA, T. Drying: principles, applications and design. In: HUGHES, R. *Topics in chemical engineering*. UK: **Gordon and Breach Science Publisher**, v. 3, 1986.

SULTANA, B.; ANWAR, F. Flavonols (kaempferol, quercetin, myricetin) contents of selected fruits, vegetables and medicinal plants. **Food chemistry**, v. 108, n. 3, p. 879-884, 2008.

TAIZ, L.; ZEIGER, E. **Fisiologia vegetal**. 4. ed. Porto Alegre: Artmed, 2008. 820 p.

TIAN, Y.; ZHAO, Y.; HUANG, J.; ZENG, H.; ZHENG, B. Effects of different drying methods on the product quality and volatile compounds of whole shiitake mushrooms. **Food Chemistry**, v. 197, p. 714-722, 2016.

THERDTHAI, N.; ZHOU, W. Characterization of microwave vacuum drying and hot air drying of mint leaves (*Mentha cordifolia* Opiz ex Fresen). **Journal of Food Engineering**, v. 91, n. 3, p. 482-489, 2009.

TORKI-HARCHEGANI, M.; Ghasemi Pirbalouti, A.; Ghanbarian, D. Influence of microwave power on composition kinetics, composition chemical and antioxidant capacity of peppermint leaves. **Journal of essential oil bearing plants**, v. 21, n. 2, p. 430-439, 2018.

ULIANA, M. P.; FRONZA, M.; DA SILVA, A. G.; VARGAS, ANDRADE, T. U.; SCHERER, R. Composition and biological activity of Brazilian rose pepper (*Schinus terebinthifolius* Raddi) leaves. **Industrial Crops and Products**, v. 83, p. 235–240, 2016.

VILLAÑO, D.; FERNÁNDEZ-PACHÓN, M. S.; MOYÁ, M. L.; TRONCOSO, A. M.; GARCÍA-PARRILLA, M. C. Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. **Talanta**, v. 71, n. 1, p. 230-235, 2007.

VON ELBE, J.H.E.; SCHWARTZ, S.J. Colorants. In: FENNEMA, O. R. **Food chemistry**. (3. ed.) New York: Marcel Dekker, p.651-722, 1996.

XU, F.; CHEN, Z.; HUANG, M.; LI, C.; ZHOU, W. Effect of intermittent microwave drying on biophysical characteristics of rice. **Journal of food process engineering**, v.40, n. 6, 2017.

XU H.; VAVILIN D.; VERMAAS W. Chlorophyll b can serve as the major pigment in functional photosystem II complexes of cyanobacteria. **Proc Natl Acad Sci U S A**, v. 98, n. 24, p. 14168-14173, 2001.

WANG, J; XI Y. S. **Drying characteristics and drying quality of carrot using a twostage microwave process**. *Journal of Food Engineer*, v. 68, p. 505-511, 2005.

WENZEL, G. E. **Radicais livres, antioxidantes nutracêuticos fenólicos e polifenólicos vegetais** – São Leopoldo: Ed. UNISINOS, 2012.

WIJEKOON, M. M. J. O.; BHAT, R.; KARIM, A. A. Effect of extraction solvents on the phenolic compounds and antioxidant activities of bunga kantan (*Etlingera elatior* Jack.) inflorescence. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 24, n. 4-5, p. 615-619, 2011.

ZHANG, M.; TANG, J.; MUJUMDAR, A. S.; WANG, S. Trends in microwave-related drying of fruits and vegetables. **Trends in Food Science and Technology**, v.17, n. 10, p. 524-534.

ZLOTEK, U.; SZYMANOWSKA, U.; KARA, M.; WIECA, M. Antioxidative and antiinflammatory potential of phenolics from purple basil (*Ocimum basilicum* L.) leaves induced by jasmonic, arachidonic and -aminobutyric acid elicitation. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 51, n. 1, p. 163-170, 2016.