



**TALES MÁRCIO DE OLIVEIRA GIAROLA**

**EFEITO DA ADIÇÃO DE FARINHA DE  
LINHAÇA DOURADA NA RECRISTALIZAÇÃO  
DO GELO EM *SHERBETS DIET* DE UVAIA  
(*Eugenia piriformis* Cambess) FORTIFICADO  
COM FERRO**

**LAVRAS - MG**

**2016**

**TALES MÁRCIO DE OLIVEIRA GIAROLA**

**EFEITO DA ADIÇÃO DE FARINHA DE LINHAÇA DOURADA NA  
RECRISTALIZAÇÃO DO GELO EM *SHERBETS DIET* DE UVAIA  
(*Eugenia piriiformis* Cambess) FORTIFICADO COM FERRO**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de Doutor.

Orientador  
Dr. Jaime Vilela de Resende

Coorientador  
Ph.D. Luiz Ronaldo de Abreu

**LAVRAS – MG**

**2016**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Giarola, Tales Márcio de Oliveira.

Efeito da adição de farinha de linhaça dourada na  
recristalização do gelo em sherberts diet de uvaia (*Eugenia  
pyriformes* Cambess) fortificado com ferro / Tales Márcio de  
Oliveira Giarola. – Lavras : UFLA, 2016.

175 p. : il.

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Lavras, 2016.

Orientador(a): Jaime Vilela de Resende.

Bibliografia.

1. Linhaça. 2. Sherbet diet de uvaia. 3. Análise sensorial. 4.  
Recristalização do gelo. 5. Análises microestruturais em sherberts. I.  
Universidade Federal de Lavras. II. Título.

**TALES MÁRCIO DE OLIVEIRA GIAROLA**

**EFEITO DA ADIÇÃO DE FARINHA DE LINHAÇA DOURADA NA  
RECRISTALIZAÇÃO DO GELO EM *SHERBETS DIET* DE UVAIA  
(*Eugenia piriformis* Cambess) FORTIFICADO COM FERRO**

Tese apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, para a obtenção do título de Doutor.

APROVADA em 23 de março de 2016.

Ph.D. Luiz Ronaldo de Abreu	UFLA
Dra. Sandra Maria Pinto	UFLA
Dra. Lanamar de Almeida Carlos	UFSJ
Dra. Mônica Elisabeth Torres Prado	UFLA

Dr. Jaime Vilela de Resende  
Orientador

**LAVRAS – MG**  
**2016**

*A DEUS, pelas bênçãos, salvando-me nas horas de perigo e aflição,  
Aos meus filhos, Hernani Giarola Neto, Gabriel Felipe Borges Giarola e Marcus Vinícius Giarola, para que sirva de exemplo de dedicação e superação,  
A minha mãe, Clere, e meu pai Hernani Giarolla, (in memoriam) pela vida, educação e incentivos,  
À minha companheira, Josiana, por todo amor, carinho, compreensão e apoio,  
E a todos que, de alguma forma, contribuíram para que este trabalho fosse concluído.*

## **DEDICO**

## AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Jaime de Resende Vilela, pela amizade, orientação e confiança.

Ao Prof. PhD. Luiz Ronaldo de Abreu, pela amizade, coorientação e valiosos conselhos.

À Pró-Reitora de Planejamento e Gestão, Patrícia M. Silva e a toda direção executiva da Universidade Federal de Lavas, pelo importante apoio logístico dispensado e, especialmente, à Chefe de Gabinete, Prof(a) Ana Carla M. Pinheiro, pela amizade, interesse e apoio.

Aos colegas e amigos Cristina G. Pereira, Vanelle M. da Silva, Luciana A. Junqueira, Bárbara J. Gonçalves, Amanda M. T. Lago, Sérgio A. S. Campos, Sérgio D. Simão, Dayvid V. A. Dutra, Lucilene C. S. Cândido, a toda amizade, colaboração e profissionalismo.

Ao meu filho, Hernani Giarolla Neto, pela ajuda e companheirismo.

Às Técnicas em Laboratório Creuza P. A. Resende e Constantina M. B. Torres (Tina), pela amizade e inestimável ajuda na realização de diversas análises.

Ao cunhado, Nilson G. de Matos, pela amizade, confiança e ajuda nos momentos difíceis.

À companheira, Josiana da Silva, pela paciência, amor e dedicação.

Ao empresário João Resende pela disponibilização da estrutura para a elaboração da mistura base de *sherbet*.

A *Albitech Nutritionals*, pela doação do ferro triquelato *Iron Taste Free* e a *Tovani Benzaken Ingredientes*, pela doação da *SPLENDA*<sup>®</sup> sucralose-micronizada da *Tate&Lyle*.

Aos colegas e amigos que, direta ou indiretamente, contribuíram para realização deste trabalho.

À Universidade Federal de Lavras e ao Departamento de Ciência dos Alimentos pela oportunidade de realização do curso.

,  
OBRIGADO!

## RESUMO

A aceitação e o sucesso mercadológico de uma nova sobremesa gelada é devido a diversos fatores, como sabor, qualidade, apelo nutricional e textura. Neste trabalho, o efeito da adição de farinha de linhaça dourada (*Linum usitatissimum*) (FLD) nas proporções de 0 (T0), 1 (T1), 2 (T2) e 3% (T3), em *sherbet diet* de uvaia (*Eugenia pyriformis* Cambess) fortificado com ferro, foi estudado. Para simular os efeitos do transporte e exposição do produto, foram realizados experimentos com variação de temperatura, em que os tratamentos foram transferidos da armazenagem (-25 °C) para um freezer programado para realizar ciclos de temperatura, variando de -20 °C/12 h a -10 °C/12h, totalizando um ciclo de variação de temperatura em 48h por 14 vezes. Antes do início dos ciclos de temperatura e a cada 7 dias, por 4 semanas, foram avaliados os atributos sensoriais por Perfil Descritivo Otimizado (PDO) e caracterizados os parâmetros físicos de incorporação de ar (*overrun*), firmeza instrumental, térmicos, microestruturais de cristalização e recristalização do gelo por microscopia ótica/análise de imagens e reológicos de escoamento e oscilatórios por varredura de frequência a -10 °C, na tensão de 10 Pascal e de temperatura de -10 °C a 5 °C. Também foram determinados a composição centesimal, pH e acidez titulável antes dos ciclos de temperatura, a aceitação e intenção de compra de consumidores, aos 14 dias de ciclismo, e resistência ao derretimento antes e ao final dos ciclos de temperatura. Os resultados dos teores de cinzas, pH e ácido cítrico foram significativos, aumentando os valores, sendo T3 o único tratamento diferente no teor de cinzas, e os tratamentos T0 e T1 estatisticamente iguais, assim como T2 e T3 para o teor de ácido cítrico. A avaliação sensorial por PDO apresentou valores decrescentes de arenosidade e crescentes, quanto ao sabor com os níveis de adição de FLD. A aceitação e intenção de compra foram maior para os tratamentos com 0 e 1% de FLD. O *overrun* decresceu com a adição de FLD. Não houve diferença significativa para a temperatura de nucleação e o tratamento T3 foi estatisticamente diferente em relação à temperatura de derretimento. Resultados significativos positivos e/ou negativos foram determinados para firmeza instrumental, resistência ao derretimento inicial, comportamento reológico, varredura de frequência total e de temperatura, tamanho dos cristais de gelo e recristalização. Os resultados das análises sensoriais, principalmente quanto à aceitação e intenção de compra dos *sherbets*, foram correspondentes e justificados pelos resultados das análises de caracterização do tamanho e distribuição dos cristais de gelo e dos parâmetros obtidos nas análises reológicas. O tratamento contendo 1% de FLD obteve os melhores resultados de acordo com as análises realizadas.

Palavras-chave: Linhaça. *Sherbet Diet* de Uvaia. Análise Sensorial. Recristalização do Gelo. Análises Microestruturais em *Sherbets*.

## ABSTRACT

The acceptance and marketing success of a new frozen dessert is due to several factors such as taste, quality, nutritional appeal and texture. In this work, the effect of addition of golden flaxseed flour (*Linum usitatissimum*) (GFF) in proportions of 0 (T0), 1 (T1), 2 (T2) and 3% (T3), in *sherbet diet* of uvaia (*Eugenia pyriformis* Cambess) fortified with iron, has been studied. To simulate the effects of transportation and product display, temperature variation experiments were performed. Treatments were transferred from storage (-25 °C) to a freezer programmed to perform temperature cycles ranging from -20 °C/12h to -10 °C/12h, totaling a temperature variation cycle of 48h in 14 times. Before the start of temperature cycles and every 7 days during 4 weeks the sensory attributes were evaluated by Profile Description Optimized (PDO) and physical parameters characterized such as air entrainment (overrun), instrumental firmness, thermal, microstructural crystallization and ice-recrystallisation by optical microscopy/image analysis, rheological parameters of flow and oscillatory by frequency sweep at -10 °C, with a shear stress of 10 Pascal and a temperature of -10 °C to 5 °C. It was also determined the chemical composition, pH and titratable acidity before the temperature cycles, acceptance and purchase intent of consumers to 14 days of cycling and resistance to melting which was evaluated before and at the end of temperature cycles. The results of ash contents, pH and citric acid were significant and had their values increased with increasing the addition of GFF. Statistically, T3 was the only treatment which was found to be different in relation to the ash content, while T0 and T1 were equal. In relation to citric acid content, T2 and T3 were found to be statistically equivalent. The sensory evaluation by PDO showed decreasing values of grittiness and rising, such as the flavor with the addition levels of GFF. The acceptance and purchase intention was higher for treatments with 0 and 1% GFF. The *overrun* decreased with the addition of GFF. There was no significant difference in the temperature of nucleation and T3 treatment was statistically different in relation to the melting temperature. Positive and/or negative results were significant for instrumental firmness, initial melt strength, rheological behavior, frequency sweep and temperature, size of ice crystals and recrystallisation. The results of sensory analysis especially regarding the acceptance and purchase intent of sherbets were correspondent and justified by the results of the characterization analyzes of the size and distribution of the ice crystals and the parameters obtained in the rheological analysis. Treatment with 1% GFF obtained the best results according to the analyzes.

Keywords: Flaxseed. *Sherbet Diet* Uvaia. Sensory analysis. Recrystallization of ice. Microstructural analysis in *Sherbets*.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	O linho e suas partes: 1 e 2) planta inteira, 3 e 4) fruta jovem vista por diferentes ângulos, 5) fruta jovem vista por uma secção transversal, 6) fruta madura, 7 e 8) sementes marrom e dourada madura vistas por diferentes ângulos.....	20
Figura 2	Estruturas moleculares da sacarose e da sucralose mostrando os sítios de substituição das hidroxilas por cloro.....	23
Figura 3	Estrutura química da inulina.....	28
Figura 4	Classificação geral do comportamento reológico dos fluidos.....	51
Figura 5	Tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de deformação para diversos tipos de fluidos.....	55
Figura 6	Processo de fabricação de <i>sherbet</i> .....	63
Figura 7	Equipamentos utilizados na avaliação da resistência ao derretimento.....	73
Figura 8	Microscópio (a) e <i>cold stage</i> (b) utilizados na captura das imagens de cristais de gelo.....	75
Figura 9	Estação de reologia em que A é o controlador de temperatura, B reômetro rotacional, C banho termostático e D Sistema Computacional de captura de dados.....	79
Figura 10	Representação gráfica e coeficiente de regressão do teor de cinzas dos tratamentos dos <i>sherbets</i> .....	84
Figura 11	Representação gráfica e coeficiente de regressão do pH dos tratamentos de <i>sherbet</i> .....	85
Figura 12	Representação gráfica e coeficiente de regressão da porcentagem de acidez dos tratamentos dos <i>sherbets</i> .....	85
Figura 13	Escores médios do atributo arenosidade dos tratamentos em cinco momentos durante os ciclos de temperatura, aos 0, 7, 14, 21 e 28 dias.....	86
Figura 14	Escores médios do atributo sabor de linhaça em cinco momentos durante os ciclos de temperatura, aos 0, 7, 14, 21 e 28 dias.....	87

Figura 15	Distribuição gráfica do atributo sabor em que T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente .....	89
Figura 16	Distribuição gráfica do atributo textura em que T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente .....	90
Figura 17	Distribuição gráfica do atributo aspecto global em que T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente .....	91
Figura 18	Distribuição gráfica da intenção de compra dos consumidores em que T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente .....	92
Figura 19	Representação gráfica da incorporação de ar nas amostras de <i>sherbet</i> em que T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente .....	93
Figura 20	Curvas obtidas para textura instrumental dos tratamentos T0 (0% FLD), T1 (1% FLD), T2 (2% FLD) e T3 (3% FLD) aos vinte e oito dias de ciclos de temperatura.....	95
Figura 21	Gráfico representativo das curvas de força de cada tratamento ao longo dos tempos de análise antes e após os ciclos de temperatura em que T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente .....	97
Figura 22	Representação gráfica das curvas de nucleação e de derretimento para todos os tratamentos dos <i>sherbets</i> .....	100
Figura 23	Ilustração do derretimento inicial dos tratamentos nos tempos de 20 e 70 minutos na temperatura de 20 <sup>0</sup> C onde T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.....	102
Figura 24	Representação gráfica do comportamento de derretimento no tempo inicial em gramas no intervalo de tempo (minutos) dos tratamentos.....	103
Figura 25	Representação gráfica do comportamento de derretimento ao final dos ciclos de temperatura em gramas no intervalo de tempo (minutos) dos tratamentos.....	105

Figura 26	Processamento das fotomicrografias dos cristais de gelo. (A) T0 antes dos ciclos de temperatura, (B) T0 ao final dos ciclos de temperatura com 28 dias; (1) fotomicrografias originais; (2) aplicação dos recursos de análise de imagens .....	108
Figura 27	Representação gráfica do crescimento do tamanho dos cristais de gelo dos tratamentos em função dos tempos semanais de análise de dados.....	110
Figura 28	Representação gráfica das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo de cada tratamento antes da ciclagem em função do tempo de armazenamento, sendo (A) T0, (B) T1, (C) T2 e (D) T3. Continua... ..	112
Figura 29	Representação gráfica da dispersão dos valores da taxa de recristalização dos tratamentos em função dos intervalos dos tempos de análises.....	114
Figura 30	Representação gráfica dos valores médios da taxa de recristalização dos tratamentos em função dos intervalos de tempo das análises.....	119
Figura 31	Representação gráfica das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo dos tratamento antes e em cada uma das semanas (A-0, B-7, C-14, D-21 e E-28 dias) de ciclos de temperatura. Continua.....	121
Figura 32	Reograma das curvas de escoamento das misturas dos tratamentos contendo FLD antes do batimento .....	126
Figura 33	Reogramas representativos das curvas de escoamento dos tratamentos em função de cada um dos ciclos de temperatura em que (a) representa os tratamentos no tempo inicial, (b) aos 7 dias, (c) aos 14 dias, (d) aos 21 dias e (e) aos 28 dias...Continua .....	127
Figura 34	Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos antes dos ciclos de temperatura (tempo 0) em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente. ....	134
Figura 35	Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após sete dias de ciclos de temperatura em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente. ....	136

Figura 36	Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após quatorze dias de ciclos de temperatura em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.....	137
Figura 37	Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após vinte e um dias de ciclos de temperatura em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.....	139
Figura 38	Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após vinte e oito dias de ciclos de temperatura onde Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.....	141
Figura 39	Representação gráfica da varredura de temperatura no módulo elástico (A) e viscoso (B) dos tratamentos antes dos ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.....	144
Figura 40	Representação gráfica da varredura de temperatura nos módulos elástico (1) e viscoso (2) aos sete dias (A), aos quatorze dias (B), aos vinte e um dias (C) e aos vinte e oito dias (D) de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente. Continua.....	146

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Ingestão Diária Recomendada (IDR) de ferro. ....	32
Tabela 2	Modelos Reológicos de fluidos newtonianos e não Newtoniano independente do tempo. ....	80
Tabela 3	Valores médios, desvio-padrão e análise de variância para os componentes centesimais dos diferentes tratamentos de <i>sherbets</i> . ....	83
Tabela 4	Valores médios, desvio-padrão e análise de variância para Cinzas (%), pH e ácido cítrico (%) dos diferentes tratamentos de <i>sherbets</i> . ....	83
Tabela 5	Notas médias atribuídas pelos consumidores aos diferentes tratamentos de <i>sherbets</i> quanto aos atributos sensoriais e análise de variância, sendo T0 – <i>sherbet</i> com 0% FLD; T1 – <i>sherbet</i> com 1% FLD; T2 – <i>sherbet</i> com 2% FLD; T3 – <i>sherbet</i> com 3% FLD. ....	89
Tabela 6	Análise de variância dos resultados entre tratamentos em relação à firmeza ao longo dos ciclos de temperatura. ....	96
Tabela 7	Resumo da análise de variância para as temperaturas de nucleação (TN) e derretimento (TM) dos diferentes tratamentos de <i>sherbets</i> . ....	99
Tabela 8	Resultados obtidos para os valores médios dos tamanhos dos cristais de gelo antes e em cada período de análise durante os ciclos de temperatura. ....	109
Tabela 9	Resultados obtidos para taxa de recristalização do gelo dos tratamentos entre os intervalos de tempo das análises pelo teste de Tukey. ....	115
Tabela 10	Dados obtidos para as misturas base de <i>sherbets diet</i> de uvaia fortificado com ferro adicionado com diferentes teores de farinha de linhaça dourada. ....	125
Tabela 11	Dados obtidos para os tratamentos dos <i>sherbets diet</i> de uvaia fortificados com ferro e adicionados com diferentes teores de farinha de linhaça dourada. ....	130
Tabela 12	Valores médios obtidos para o módulo de armazenamento (G') ao longo dos ciclos de temperatura na frequência de 1 Hz. ....	142
Tabela 13	Valores médios obtidos para o módulo de perda (G'') ao longo dos ciclos de temperatura na frequência de 1 Hz. ....	143

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>16</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>	<b>18</b>
<b>2.1</b>	<b>Uvaia .....</b>	<b>18</b>
<b>2.2</b>	<b>A Linhaça .....</b>	<b>18</b>
<b>2.3</b>	<b>Adoçantes não nutritivos ou edulcorantes.....</b>	<b>21</b>
<b>2.3.1</b>	<b>Sucralose .....</b>	<b>22</b>
<b>2.4</b>	<b>Os edulcorantes calóricos .....</b>	<b>24</b>
<b>2.4.1</b>	<b>Maltitol.....</b>	<b>25</b>
<b>2.5</b>	<b>Inulina .....</b>	<b>28</b>
<b>2.6</b>	<b>Polidextrose.....</b>	<b>29</b>
<b>2.7</b>	<b>Ferro.....</b>	<b>31</b>
<b>2.7.1</b>	<b>Funções.....</b>	<b>31</b>
<b>2.7.2</b>	<b>Ingestão diária recomendada (IDR) .....</b>	<b>32</b>
<b>2.7.3</b>	<b>Absorção do ferro .....</b>	<b>33</b>
<b>2.7.4</b>	<b>Deficiência de ferro: consequências biológicas.....</b>	<b>33</b>
<b>2.7.4.1</b>	<b>Prevenção e combate da deficiência de ferro .....</b>	<b>34</b>
<b>2.8</b>	<b>Definição de sherbet.....</b>	<b>36</b>
<b>2.9</b>	<b>Incorporação de ar (overrun).....</b>	<b>37</b>
<b>2.10</b>	<b>A análise sensorial.....</b>	<b>38</b>
<b>2.10.1</b>	<b>Métodos alternativos.....</b>	<b>40</b>
<b>2.10.2</b>	<b>Perfil Descritivo Otimizado .....</b>	<b>40</b>
<b>2.11</b>	<b>Propriedades tecnológicas .....</b>	<b>43</b>
<b>2.12</b>	<b>Cristalização do gelo nos gelados comestíveis .....</b>	<b>45</b>
<b>2.13</b>	<b>Efeito das flutuações de temperatura .....</b>	<b>48</b>
<b>2.14</b>	<b>Qualidade dos gelados comestíveis .....</b>	<b>49</b>
<b>2.15</b>	<b>Reologia.....</b>	<b>50</b>
<b>2.15.1</b>	<b>Dependentes do tempo .....</b>	<b>53</b>
<b>2.15.1.1</b>	<b>Tixotrópico.....</b>	<b>53</b>
<b>2.15.1.2</b>	<b>Reopético.....</b>	<b>53</b>
<b>2.15.2</b>	<b>Independentes do tempo .....</b>	<b>54</b>

2.15.2.1	Pseudoplástico.....	54
2.15.2.2	Dilatante.....	54
2.15.2.3	Plástico de Bingham.....	55
2.16	Medidas Reológicas.....	56
2.17	Reologia oscilatória.....	56
2.17.1	Varredura de frequência.....	58
2.17.2	Varredura de temperatura.....	58
2.18	Estudos reológicos de sorvetes.....	59
3	MATERIAL E MÉTODOS.....	61
3.1	Preparação da calda.....	61
3.2	Produção dos sherbets.....	62
3.3	Teste microbiológico.....	63
3.4	Características físico-químicas da mistura base.....	64
3.4.1	pH e acidez titulável.....	64
3.4.2	Sólidos totais.....	64
3.4.3	Gordura.....	64
3.4.4	Proteína bruta.....	65
3.4.5	Cinzas.....	65
3.4.6	Carboidratos.....	65
3.5	Análise sensorial.....	65
3.5.1	Metodologia proposta: Perfil Descritivo Otimizado (PDO).....	66
3.5.2	Recrutamento de candidatos avaliadores.....	66
3.5.3	Pré-seleção.....	67
3.5.4	Determinação da terminologia descritiva e definição do material de referência.....	67
3.5.5	Familiarização dos juízes com o material de referência.....	68
3.5.6	Avaliação das amostras.....	68
3.6	Análise sensorial mapa de preferência e intenção de compra.....	69
3.7	Overrun.....	70
3.8	Textura.....	71
3.9	Temperatura de derretimento e nucleação.....	72

3.10	Resistência ao derretimento.....	72
3.11	Cristalização e recristalização do gelo.....	74
3.11.1	Processamento de imagem .....	75
3.11.2	Delineamento experimental .....	77
3.11.3	Análises estatísticas .....	77
3.12	Caracterização do comportamento reológico de escoamento .....	77
3.12.1	Testes oscilatórios .....	80
3.12.1.1	Análise estatística.....	81
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	82
4.1	Análises microbiológicas.....	82
4.2	Análises físico-químicas .....	82
4.3	Análise sensorial PDO.....	86
4.4	Aceitação sensorial e intenção de compra .....	88
4.5	Overrun.....	93
4.6	Análise de textura .....	95
4.7	Temperaturas de nucleação e de derretimento .....	99
4.8	Comportamento de derretimento.....	101
4.9	Cristalização e recristalização do gelo.....	107
4.9.1	Tamanho dos cristais de gelo.....	107
4.9.2	Taxa de recristalização .....	114
4.10	Análises Reológicas .....	124
4.10.1	Caracterização do comportamento reológico de escoamento .....	125
4.10.2	Testes oscilatórios .....	132
4.10.2.1	Varredura de frequência .....	133
4.10.2.2	Varredura de temperatura .....	143
5	CONCLUSÕES.....	154
	REFERÊNCIAS.....	155
	ANEXO A.....	172
	ANEXO B.....	175

## 1 INTRODUÇÃO

O *sherbet* é classificado como um gelado comestível, que é definido como produto alimentício obtido a partir de uma emulsão de gorduras e proteínas, com ou sem adição de outros ingredientes e substâncias, ou de uma mistura de água, açúcares e outros ingredientes ou substâncias que tenham sido submetidas ao congelamento, em condições tais que garantam a conservação do produto no estado congelado ou parcialmente congelado, durante a armazenagem, o transporte e a entrega ao consumo.

O *Sherbet light* de uvaia fortificado com ferro quelato foi desenvolvido e foi caracterizado como um produto de alta aceitação por suas características nutricionais, sensoriais e preventivas da anemia ferropriva (GIAROLA; PEREIRA; RESENDE, 2015). Um dos principais requisitos de qualidade de um sorvete, *sherbet* ou *sorbet* está relacionado com a cristalização de açúcares e a recristalização do gelo. A recristalização do gelo é um fenômeno indesejável no processamento e na armazenagem do sorvete. Durante as oscilações de temperatura, os cristais de gelo descongelam e recristalizam, aumentando de tamanho e, conseqüentemente, conferindo um aspecto arenoso ao produto.

Para a elaboração de uma nova formulação de *sherbet diet* fortificado com ferro, com uma menor carga glicêmica e tamanhos reduzidos de cristais de gelo, a adição de farinha de linhaça dourada é uma opção, além de melhorar a aceitação do produto por parte dos consumidores. A linhaça é o alimento com maior teor de ligninas, contendo 75 a 800 vezes mais dessa substância do que qualquer outro alimento (MOSCATTO; PRUDÊNCIO-FERREIRA; HAULY, 2004). Fitoestrogênios, tais como ligninas, agem sobre o metabolismo do estrogênio e têm o propósito de servir como um adjuvante na terapia de reposição hormonal e estratégias de prevenção do câncer de próstata (KNUST et al., 2006.; THOMPSON et al., 2005; DEMARK-WAHNEFRIED et al., 2001).

O consumo de linhaça é ainda muito baixo no Brasil, apesar do crescente interesse de grupos específicos de consumidores incentivados a adotar hábitos alimentares saudáveis. A mucilagem da linhaça ocorre principalmente na camada mais externa da casca. Essa casca, rica em fibras, é capaz de liberar material mucilaginoso (goma solúvel) facilmente, quando embebidas em água. Qian et al. (2012) mostraram que a goma de linhaça exibiu relativamente baixa viscosidade. Em uma concentração de 0,3% (p/v), a viscosidade da goma de linhaça era apenas metade daquela conseguida com a goma guar.

Portanto, uma formulação de *sherbet*, na qual os insumos geralmente usados, como a sacarose e a glucose de milho, ambas com alta carga glicêmica, sejam substituídos por sucralose/maltitol e polidextrose/inulina, traz os avanços tecnológicos desses novos materiais e conjuga a tendência de mercado por alimentos *diets* com o combate à anemia ferropriva, através de um *fast food* de grande aceitação por parte da população, principalmente crianças e jovens, os quais geralmente não se alimentam com vegetais ou alimentos ricos em ferro.

Seguindo a tendência da procura dos consumidores por alimentos com qualidade nutricional e sensorial, bem como alegação de propriedades funcionais, a hipótese é testar a mucilagem da linhaça aplicada na forma de farinha em *sherbets* para minimizar o problema da recristalização do gelo que afeta a aceitação do consumidor.

Dessa forma, o objetivo foi a avaliação do efeito da adição de três concentrações de FLD e as substituições totais da sacarose por sucralose e maltitol e da glucose de milho por inulina e polidextrose nas características físico-químicas, sensoriais, microestruturais e reológicas de *sherbet diet* de uvaia fortificado com ferro.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Uvaia

A Uvaia (*Eugenia uvalha* Cambess) é uma espécie arbórea da família *Mirtaceae*, também conhecida como uvalha, uvaia do mato e uvalheira. Os frutos da uvalheira são produzidos no período de agosto a setembro, apresentando estágio de maturação fisiológica em setembro, prolongando-se até novembro. Os frutos, drupas globosas de cor amarela, são deiscentes, carnosos, contendo de uma a três sementes que apresentam tegumento de coloração castanha, cotilédones carnosos e justapostos (SCALON; SCALON FILHO; RIGONI, 2004). Podem ser consumidos *in natura*, na forma de sucos, geleias e doce em pasta (ANDERSEN; ANDERSEN, 1988).

A qualidade dos frutos é atribuída ao seu tamanho e forma e à cor da casca. Esses fatores, associados à composição físico-química da polpa, oferecem aos frutos e aos produtos deles obtidos a qualidade organoléptica e nutricional, responsáveis pela aceitação definitiva deles no mercado (SCALON; SCALON FILHO; RIGONI, 2004). Apresentam umidade em torno de 90,7%; teor de vitamina C, variando de 33 a 39,52 mg/100g<sup>-1</sup>, 1,53% de acidez, sólidos solúveis de 7,5 °Brix e relação SST/ATT de 4,90 (CARVALHO, 1988; DONADIO, 1997).

### 2.2 A Linhaça

A linhaça ou linho (*Linum usitatissimum*) tem feito parte da dieta humana há milhares de anos e mais recentemente tem sido utilizada como fonte de nutracêuticos. Ela tem sido apontada como um alimento funcional, cujos benefícios para a saúde são geralmente atribuídos a altas concentrações de ácido

linoleico (ômega-3) e lignina, bem como a grandes quantidades de fibra dietética (MORAES et al., 2010). Semente de linhaça contém aproximadamente 28% de fibra, dos quais um terço é solúvel e provou reduzir o colesterol e regular a glicose no sangue. Os restantes dois terços de fibra alimentar insolúvel podem aumentar a massa fecal, reduzindo o tempo de trânsito na luz intestinal, evitando a constipação e a proteção contra o câncer do cólon (HUSSAIN et al., 2006; CUNNANE et al., 1995). O ácido linolênico é o ácido graxo predominante nos lipídios da semente de linhaça, e os estudos mostraram seu efeito benéfico sobre o crescimento e desenvolvimento das crianças, bem como na redução do risco de doença cardiovascular, derrame e doenças inflamatórias e imunológicas (HUSSAIN et al., 2006; MARTIN et al., 2006.; LUCAS et al., 2002).

A linhaça é o alimento com maior teor de ligninas, contendo 75 a 800 vezes mais dessa substância do que qualquer outro alimento (MOSCATTO; PRUDÊNCIO-FERREIRA; HAULY, 2004). Fitoestrogênios, tais como ligninas, agem sobre o metabolismo do estrogênio e têm o propósito de servir como um adjuvante na terapia de reposição hormonal e estratégias de prevenção do câncer de próstata (KNUST et al., 2006.; THOMPSON et al., 2005; DEMARK-WAHNEFRIED et al., 2001).

O consumo de linhaça é ainda muito baixo no Brasil, apesar do crescente interesse de grupos específicos de consumidores incentivados a adotar hábitos alimentares saudáveis. A crescente procura dos consumidores por alimentos com qualidade nutricional e sensorial, bem como alegação de propriedades funcionais (MOSCATTO; PRUDÊNCIO-FERREIRA; HAULY, 2004), incentivou o desenvolvimento de pesquisas para desenvolver novos produtos que incluem não só a caracterização nutricional e funcional, mas também considerar a aceitação do consumidor.

Suas propriedades técnico-funcionais também podem ser consideradas em mistura com outros componentes bioativos do linho, tais como ligninas e fibras para aumentar o valor da farinha de linhaça. (RABETAFIKA et al., 2011).

A Figura 1 representa um desenho botânico da planta do linho com seus componentes macroscópicos.

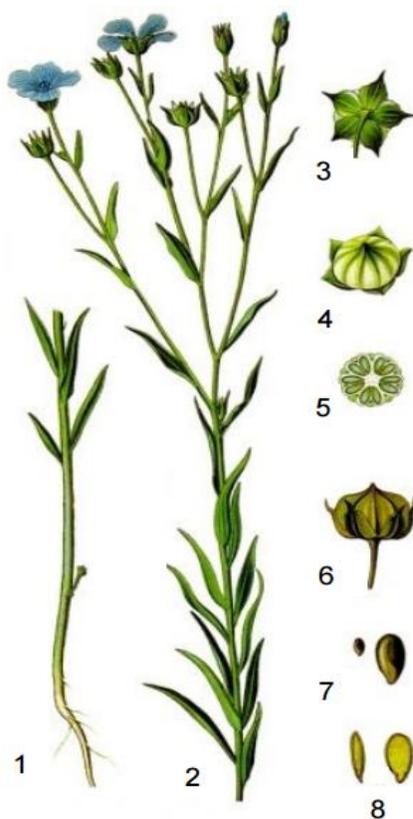


Figura 1 O linho e suas partes: 1 e 2) planta inteira, 3 e 4) fruta jovem vista por diferentes ângulos, 5) fruta jovem vista por uma secção transversal, 6) fruta madura, 7 e 8) semente marrom e dourada madura vistas por diferentes ângulos

Fonte: Adaptado de Köhler (1887)

A Legislação brasileira não define os alimentos como funcionais, mas emprega as terminologias de alegação de propriedade funcional e alegação de

propriedade de saúde para caracterizar esses alimentos. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (BRASIL, 1999a) dita que propriedade funcional é aquela relativa ao papel metabólico ou fisiológico do componente presente no alimento que atua no crescimento, desenvolvimento, na manutenção e outras funções normais do organismo humano. Alega-se que propriedade de saúde é vinculada pela existência de uma relação entre o alimento ou o ingrediente nele presente com uma doença ou condição relacionada à saúde. Os alimentos que apresentarem alegações de propriedade funcional e/ou de saúde devem ser, obrigatoriamente, registrados junto ao órgão competente. A proteína conlinina foi isolada por Madhusudhan e Singh (1985) em linhaça e caracterizada por um coeficiente de sedimentação de 1.6S, possuindo uma única cadeia polipeptídica de massa molecular entre 15 e 17 kDa. Quando comparada à linina, outra proteína de armazenamento 12S da linhaça dourada, a conlinina, apresenta uma estrutura mais ordenada e estável sob diferentes pH e temperaturas (BERTOLINO, 2015).

### **2.3 Adoçantes não nutritivos ou edulcorantes**

Incluem substâncias com a capacidade de conferir sabor doce quando adicionados em pequenas quantidades, sem fornecer energia adicional ao alimento, como sacarina, ciclamato, aspartame, acessulfame-k, sucralose e neotame. São chamados de adoçantes de alta intensidade e utilizados em alimentos para fins especiais, destinados a indivíduos com patologias específicas, como diabetes e outras doenças crônicas, além de auxiliar na saúde bucal, no controle da glicemia e na qualidade da alimentação (AMERICAN DIETETIC ASSOCIATION, ADA, 2004).

Adoçantes não nutritivos de alta intensidade são potentes substitutos de sacarose que contribuem com a redução energética do produto (FREELAND-

GRAVES; PECKHAM, 1996). Aspartame, sacarina, acesulfame-K e sucralose têm sido amplamente utilizados como substitutos da sacarose em produtos lácteos. A sucralose destaca-se pela elevada solubilidade e estabilidade em água e em meio ácido, por não possuir sabor amargo e residual metálico, além da alta estabilidade térmica durante o processamento e estocagem (PINHEIRO et al., 2005).

Como os adoçantes de alta intensidade conferem apenas o sabor doce, assim é necessária a adição de agentes de massa, tais como polidextrose, maltodextrina, celulose e polióis, com a finalidade de fornecer as propriedades funcionais (estrutura, saciedade) de adoçantes nutritivos, como a sacarose (MESICH, 2006; ADA, 2004; GIESE, 1993). Agentes de massa como a maltodextrina e a polidextrose são usados comumente em formulações com teor reduzido de sacarose em razão da sua mínima interferência no processo produtivo do sorvete, vida de prateleira e custo final (ROLAND; PHILLIPS; BOOR, 1999). A Legislação brasileira define agente de massa como a “substância que proporciona o aumento de volume e/ou da massa dos alimentos, sem contribuir significativamente para o valor energético do alimento” (BRASIL, 1997).

### **2.3.1 Sucralose**

Segundo Campos (2002), a sucralose, edulcorante não-calórico de última geração, é obtido a partir da sacarose, através de um processo patenteado de multi passos, que substitui seletivamente 3 grupos de hidroxilas na molécula do açúcar por cloro. Essa oportuna troca de átomos de cloro cria uma estrutura molecular que é excepcionalmente estável e aproximadamente 600 vezes mais doce que o açúcar. Essa estrutura química promove mudanças na estabilidade e na doçura sem interferir na qualidade sensorial, uma vez que mantém o sabor

doce similar ao da sacarose e não apresenta sabor residual. É caracterizada por ser um pó branco cristalino altamente solúvel em água, etanol e metanol (MILLER, 1991).

A empresa *Tate & Lyle* produz e comercializa adoçante exclusivamente à base de sucralose com o nome comercial Splenda. Esse edulcorante tem se tornado muito popular nos últimos anos, sendo constantemente utilizado em produtos livre ou com baixa adição de sacarose (MESICH, 2006).

A Figura 2 mostra as estruturas moleculares da sacarose e da sucralose e os sítios de substituição das hidroxilas por cloro.

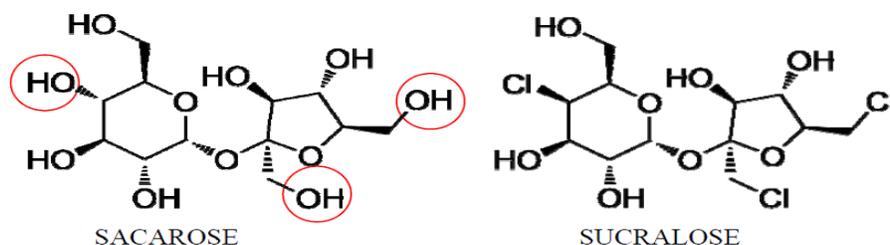


Figura 2 Estruturas moleculares da sacarose e da sucralose mostrando os sítios de substituição das hidroxilas por cloro

A sucralose não é metabolizada pelo organismo, sendo excretada inalterada na urina. Além disso, não altera os níveis de glicose sanguínea em indivíduos normais e diabéticos, pois não é reconhecida como carboidrato (GREENLY, 2003). Sua doçura, de percepção rápida, persiste por período ligeiramente maior que o da sacarose sem revelar residual amargo ou metálico. É compatível com outros ingredientes alimentícios, incluindo flavorizantes, temperos e conservantes (CÂNDIDO; CAMPOS, 1996). Diversos estudos demonstraram sua segurança, além de não ser cariogênica, não representar risco neurológico, teratogênico e tóxico a humanos. Foi aprovada pelo FDA como um adoçante geralmente intencional (ADA, 2004; MILLER, 1991). A sucralose apresenta o perfil de sabor mais semelhante ao do açúcar, em relação a todos os

outros edulcorantes; porém, sem o indesejável *after tast* amargo/metálico. Suas ligações carbono-cloro são estáveis e não hidrolisadas durante a digestão, sendo rapidamente excretadas nas fezes. Avaliada por quinze anos, foram realizados por volta de cento e quarenta estudos em animais e humanos, concluindo que não apresenta efeitos teratogênicos, toxicidade ou carcinogenicidade (VIGGIANO, 2003).

Entre as principais propriedades da sucralose como adoçante não calórico, podem ser citadas a alta resistência térmica, alta estabilidade e solubilidade em fase aquosa e alterações de pH. Suas propriedades físico-químicas permitem a aplicação em uma grande variedade de alimentos e bebidas, proporcionando qualidade, sabor agradável e reduzido valor energético (NACHTIGALL; ZAMBIAZI, 2006; MILLER, 1991).

#### **2.4 Os edulcorantes calóricos**

A segunda metade dos anos 70 e a primeira dos 80 são marcadas por um movimento de substituição da sacarose pelos edulcorantes extraídos do milho (isoglucose, frutose e glicose). Seus preços menos elevados e seu estado líquido proporcionavam vantagens desse tipo de matéria-prima. Entre esses novos edulcorantes, a isoglucose impôs-se largamente sobre os outros por causa de suas vantagens funcionais, tais como poder adoçante mais alto e sabor mais próximo ao da sacarose.

A produção mundial desses tipos de edulcorantes aumentou em 374% de 1975 a 1985, passando de 3,26 a 13,2 milhões de toneladas, respectivamente; dessas, 7 milhões foram produzidas pelos EUA e 1,9 milhão pela CEE. Observando-se a distribuição do consumo dos edulcorantes, no ano de 1988, nos países economicamente mais desenvolvidos, onde se consome a quase totalidade dos edulcorantes concorrentes do açúcar, verifica-se que é nos EUA que a

substituição da sacarose deu-se com maior intensidade (45,6% para os edulcorantes de milho), ultrapassando a porção de mercado do açúcar (40,9%).

#### **2.4.1 Maltitol**

O maltitol é um membro da família de adoçantes de volume conhecido como polióis ou álcoois de açúcar. Tem sabor doce e agradável – notavelmente semelhante à sacarose. O maltitol é cerca de 90% tão doce como o açúcar, não cariogênico com calorias significativamente reduzidas. O maltitol é especialmente útil na produção de doces, incluindo balas sem açúcar, gomas de mascar, chocolates, produtos de panificação e sorvetes. Comercializado em todo o mundo pelas empresas Cargill, Roquette, Ingredion e Towa Chemical Industry Co., Ltd.

O maltitol é produzido pela hidrogenação da maltose, a qual é obtida a partir do amido. Como outros polióis, não escurece nem carameliza como os açúcares. A doçura elevada do maltitol permite o seu uso sem outros adoçantes. Seu efeito de resfriamento é insignificante na boca, se comparado à maioria dos polióis. Embora o maltitol seja frequentemente usado para substituir os açúcares na fabricação de alimentos sem açúcar, também pode ser usado para substituir a gordura que dá a textura cremosa ao alimento (MCNUTT; SENTKO, 1996).

Atualmente, controle de glicemia, lipídios e peso são os três objetivos principais do controle do diabetes. O maltitol é absorvido lentamente. Portanto, se o maltitol for usado, o aumento da resposta da glicose e insulina no sangue associado com a ingestão de glicose fica significativamente reduzido. O valor calórico reduzido do maltitol (2,1 calorias por grama, contra 4,0 do açúcar) é coerente com o objetivo de controlar o peso. Os produtos que substituem o açúcar pelo maltitol podem ser utilizados por uma maior variedade de opções sem açúcar e de calorias reduzidas para diabéticos.

Considerando que o diabetes é complexo e as exigências para o seu controle podem variar entre os indivíduos, a utilidade do maltitol deve ser discutida entre os indivíduos e seus médicos responsáveis. Os alimentos adoçados com maltitol podem conter outros ingredientes que também contribuem com calorias e outros nutrientes. Esses fatores devem ser considerados no planejamento das refeições (FOSTER-POWELL; HOLT, 2002).

A absorção do maltitol pelo organismo humano é lenta e permite que uma parte do maltitol ingerido alcance o intestino grosso onde o metabolismo produz menos calorias. Portanto, ao contrário do açúcar, que contribui com quatro calorias por grama, a contribuição calórica do maltitol é de apenas 2,1 calorias por grama. A Agência Federal de Alimentos e Medicamentos (FDA) dos EUA declarou que não se opõe à utilização desse valor para maltitol em rótulos nutricionais para alimentos. Nos Estados Unidos, para que o produto se qualifique como de “baixo valor calórico”, é preciso que haja uma redução de 25% em calorias, no mínimo. O maltitol, portanto, é útil na formulação de produtos de valor calórico reduzido (FOSTER-POWELL; HOLT; BRAND-MILLER, 2002).

O menor valor calórico do maltitol e de outros polióis também é reconhecido em outros países. Por exemplo, a União Européia elaborou uma diretiva para rotulagem nutricional que declara que os polióis, incluindo o maltitol, têm valor calórico de 2,4 calorias por grama.

Útil na produção de chocolates sem frutose e de calorias reduzidas - Antes do desenvolvimento do maltitol, a produção de chocolates “sem frutose” ou “sem adição de açúcar” era difícil devido à falta de um poliol que tivesse as propriedades físicas, químicas e organolépticas da sacarose. A forma cristalina e anidra do maltitol, sua baixa higroscopicidade, alto ponto de fusão e estabilidade permite-lhe substituir a sacarose em coberturas de chocolate de alta qualidade,

confeitos, doces de chocolate e sorvetes. A segurança do maltitol como ingrediente alimentício é fundamentada por inúmeros estudos em humanos e animais. O Comitê Conjunto de Especialistas em Aditivos Alimentares (JECFA) da OMS/FAO examinou os dados de segurança e concluiu que o maltitol é seguro. O JECFA estabeleceu uma ingestão diária aceitável (IDA) para maltitol “não especificada”, ou seja, sem limite de uso. IDA “não especificada” é a categoria mais segura que o JECFA pode atribuir a um ingrediente alimentício. Muitos países que não têm agências próprias para analisar a segurança de aditivos alimentícios adotam as decisões do JECFA.

O Comitê Científico para a Alimentação Humana da União Européia (UE) publicou uma avaliação abrangente dos adoçantes em 1985, concluindo que o maltitol é aceitável para o uso, sem estabelecer um limite para tal.

Nos Estados Unidos, uma petição de afirmação do status GRAS (geralmente reconhecido como seguro) do maltitol foi aceita para apresentação pela Agência Federal de Alimentos e Medicamentos dos EUA. Essa petição descreve o uso do maltitol como agente aromatizante, auxiliar na formulação, umectante, adoçante nutritivo, auxiliar no processamento, sequestrante, estabilizador e espessante, agente e texturizador de acabamento superficial. Especificamente, a petição trata do uso do maltitol em níveis de até 99,5% em balas e pastilhas para tosse, 99% em substitutos do açúcar, 85% em balas macias, 75% em gomas de mascar, 55% em compotas e gelatinas não padronizadas e 30% em *cookies* e pão de ló (NABORS, 1999).

Como com outros polióis, o maltitol pode ter um efeito laxativo quando consumido em níveis muito elevados. Recomenda-se uma declaração de informações semelhante àquela exigida para outros polióis na petição GRAS para consumo previsível superior a 100 gramas por dia de maltitol (OFFICE OF THE FEDERAL REGISTER, OFR, 2002).

O maltitol funciona bem com outros ingredientes e pode ser sinérgico com outros adoçantes. Isso significa que a combinação dos adoçantes é mais doce do que a soma dos adoçantes individualmente e resulta em misturas sinérgicas que fornecem o sabor, com vantagens econômicas e de estabilidade. Com a crescente demanda por produtos com calorias e gorduras reduzidas, o uso do maltitol deverá aumentar.

## 2.5 Inulina

A inulina é um carboidrato do grupo de polissacarídeos chamados frutanas. É composto por uma cadeia principal de unidades de frutose com uma unidade de glicose terminal, conforme mostra a Figura 3.

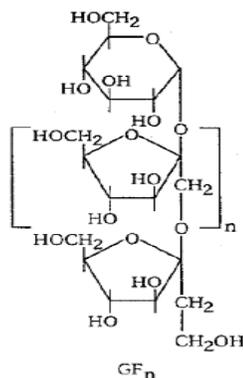


Figura 3 Estrutura química da inulina

A fórmula pode ser descrita como GF<sub>n</sub>, em que G representa a molécula de glicose, F a molécula de frutose e n o número de unidades de frutose (ROBERFROID; GIBSON; DELZENNE, 1993). Os fruto-oligossacarídeos são definidos como polímeros de D-frutose, terminando com uma molécula de glicose e, dessa forma, a inulina pode ser classificada como um frutooligossacarídeo (FOS) (MARCHETTI, 1993). A dose diária aceitável para

inulina é estabelecida em 40 gramas. Não existem evidências de toxicidade ou distúrbios gastrointestinais associados ao consumo de inulina (LOO et al., 1995). Após a ingestão, a inulina não é quebrada no sistema digestivo humano, não resultando, portanto, em contribuição calórica nesse processo. Apenas a nível de 14 cólon ocorre a degradação de inulina por fermentação de bactérias, e conseqüentemente ocorre uma baixa contribuição calórica indireta em níveis de 1,0 a 1,5 kcal/g inulina (ROBERFROID; GIBSON; DELZENNE, 1993). A ingestão de inulina resulta em um significativo incremento dos benefícios das bifidobactérias. A flora bifidus estimula o sistema imunológico, a absorção de minerais, e inibe o crescimento de bactérias nocivas ao organismo (ROBERFROID; LOO; GIBSON, 1998). A inulina é metabolizada da mesma maneira que as fibras e mostra os efeitos delas quando ingerida. Por alguns de seus efeitos, a inulina pode ser comparada a outras fibras solúveis, como as pectinas (DRUNKLER, 2009).

## **2.6 Polidextrose**

Polidextrose é um polímero constituído basicamente por glicose, de estrutura altamente ramificada e grau de polimerização de aproximadamente 12 unidades, obtido pela policondensação térmica a vácuo da glicose em presença de um catalisador ácido, utilizando sorbitol como plastificante (CRAIG; HOLDEN; KHALED, 2000). Estudos clínicos comprovaram os benefícios atribuídos à ingestão da polidextrose, evidenciando seu papel como fibra dietética. Essa substância é parcialmente metabolizada no 19 cólon pela microbiota intestinal, originando ácidos graxos de cadeia curta, sobretudo acetato e butirato. É capaz de aumentar o volume fecal, favorecer o trânsito intestinal e reduzir o pH fecal. Modula a microbiota intestinal, aumentando em número os micro-organismos benéficos, em especial as cepas de *Lactobacillus* e

*Bifidobacterium*, e diminuindo aqueles prejudiciais, tais como as cepas de *Clostridium*. Além disso, a fermentação da polidextrose reduz a concentração de determinadas substâncias carcinogênicas no cólon e auxilia a homeostase de glicose no sangue devido ao seu baixo índice glicêmico (CRAIG; HOLDEN; KHALED, 2000). Embora desempenhe inúmeros benefícios à saúde humana, o potencial prebiótico de polidextrose parece não estar consolidado, e seu emprego em produtos lácteos sob esse propósito é pouco relatado. Semelhantemente à inulina, a polidextrose apresenta valor energético reduzido e é reconhecida por aprimorar aspectos tecnológicos e nutricionais dos alimentos que a contêm, especialmente aqueles com teor reduzido de gorduras (FRANCK, 2002; DEVEREUX et al., 2003).

O produto *Litesse*®, polidextrose beneficiada produzida pela empresa *Danisco Sweeteners* do Reino Unido, é um polímero de condensação aleatória da D-glucose com algumas unidades de sorbitol e um ácido. Fornece cerca de 1 kcal/g, sendo capaz de reduzir em 75% o teor energético quando utilizada em sorvetes, além de melhorar a viscosidade, abaixar o ponto de congelamento e possibilitar a substituição do “corpo” da sacarose e das propriedades funcionais da gordura (DANISCO SWEETENERS, 2002).

Entre suas propriedades, a capacidade de manter a umidade do produto e agir como um agente de massa favorecem sua utilização como substituto de sacarose e de gordura nos alimentos, pois contribuem na textura e na palatabilidade, proporcionando cremosidade. Quando hidrolisada, a polidextrose forma um gel que mimetiza algumas das características tecno-funcionais das gorduras (ADA, 2005).

A Legislação brasileira considera a polidextrose um aditivo com função de espessante, agente de massa, estabilizante, umectante e veículo de adoçantes dietéticos (BRASIL, 1999b). Devido ao efeito laxativo, indica-se a moderação no consumo de alimentos contendo polidextrose; para produtos em que a

ingestão diária forneça 90g desta substância no rótulo ou embalagem deve constar a informação “Este produto pode ter efeito laxativo” (BRASIL, 1998).

A maioria dos substitutos de gordura derivados de carboidratos são hidrocolóides (compostos com características hidrofílicas) que apresentam propriedades específicas, tais como a estabilização de espumas, emulsões e suspensões, gelatinização, estabilidade a diferentes pH e temperaturas, resistência mecânica e sinergismo com outros hidrocolóides.

Estes derivados são utilizados há décadas pela indústria de alimentos, sendo classificados pela Legislação brasileira como espessantes e estabilizantes e considerados substâncias GRAS (BRASIL, 2002; LUCCA; TEPPER, 1994).

## **2.7 Ferro**

O ferro é um metal de transição, considerado um nutriente essencial para humanos desde 1860. A extensão da sua utilidade biológica está na capacidade de existir em diferentes estados de oxidação e de formar muitos complexos diferentes (LÖNNERDAL; DEWEY, 1996). Como constituinte da hemoglobina, o ferro é requerido para o transporte de oxigênio e dióxido de carbono, estando, assim, diretamente envolvido no processo de respiração celular (GUYTON, 1991; KRAUSE; MAHAN, 1991).

### **2.7.1 Funções**

Os compostos de ferro presentes no organismo humano podem ser agrupados em duas categorias: os que exercem funções metabólicas ou enzimáticas (hemoglobina, mioglobina e enzimas), e os associados com o ferro de reserva. Cerca de 67% do ferro total do organismo está presente na hemoglobina, que é constituída por quatro subunidades, cada qual com um

grupo heme associado. Essa molécula tem somente quatro átomos de ferro, considerados essenciais, pois se combinam com oxigênio nos pulmões e o libera nos tecidos (KRAUSE; MAHAN, 1991; ANDERSON, 2005).

A ferritina e a hemossiderina são os compostos férricos de reserva e estão envolvidos na manutenção da homeostase do ferro no organismo (KRAUSE; MAHAN, 1991).

O ferro atua também em processos metabólicos, como na síntese de purinas (compostos estruturais do DNA e RNA), carnitina, colágeno e neurotransmissores (dopamina, serotonina e norepinefrina) (ANDERSON, 2005).

### 2.7.2 Ingestão diária recomendada (IDR)

As quantidades recomendadas de ingestão de ferro são baseadas nas perdas fisiológicas e no aumento de ferro corporal devido ao crescimento. A Tabela 1 apresenta os valores de Ingestão Diária Recomendada (IDR) de ferro adotados no Brasil (BRASIL, 2005b).

Tabela 1 Ingestão Diária Recomendada (IDR) de ferro.

	Estágio de vida	Quantidade (mg/dia)
Adultos		14
Lactantes	0-6 meses	0,27
	7-11 meses	9,00
Crianças	1-3 anos	6,00
	4-6 anos	6,00
	7-10 anos	9,00

\*10% biodisponibilidade

Fonte: Brasil (2005b)

Um homem adulto saudável perde aproximadamente 1mg de ferro por dia. Considerando que apenas de 10 a 15 % do ferro presente na *dieta* é absorvido, recomenda-se uma ingestão média de 14 mg de ferro por dia,

quantidade essa que varia de acordo com o sexo e o estágio da vida. No caso de uma mulher adulta, ocorre perda adicional de cerca de 0,5 mg de ferro por dia, correspondente ao fluxo menstrual mensal. No Brasil, a IDR de ferro para mulheres em idade reprodutiva não é especificada, porém o Food and Nutrition Board (2001) recomenda a ingestão de 18 mg de ferro por dia nessa fase.

### **2.7.3 Absorção do ferro**

A homeostase de ferro no organismo é mantida pelo processo de absorção, pois apenas pequenas quantidades são excretadas. O excesso de ferro é armazenado sob a forma de ferritina, sendo facilmente mobilizado quando as necessidades corporais desse mineral aumentam. Quantidades menores de ferro são armazenadas como hemossiderina, uma forma de depósito mais estável e menos acessível. O ferro do corpo é perdido através de sangramento e, em quantidades muito pequenas, pela excreção fecal, transpiração e esfoliação normal do cabelo e da pele (ANDERSON, 2005; FINCH, 1994).

### **2.7.4 Deficiência de ferro: consequências biológicas**

A deficiência de ferro é, isoladamente, a mais comum das deficiências nutricionais do mundo. Estimativas recentes situam em mais de cinco bilhões o número de pessoas portadoras dessa deficiência, ressaltando que metade das pessoas afetadas apresentam-se anêmicas, a manifestação mais severa da deficiência de ferro (BLACK, 2003).

Atualmente a anemia por deficiência de ferro não pode ser considerada uma simples carência, facilmente combatida com uma terapia adequada; deve ser entendida como uma enfermidade sistêmica que afeta vários órgãos e

sistemas, possivelmente de forma irreversível (LÖNNERDAL; DEWEY, 1996; UMBELINO; ROSSI, 2006).

A elevada incidência e as graves consequências da deficiência de ferro fizeram com que Organizações Nacionais e Internacionais estabelecessem como meta a eliminação dessa carência nutricional (INTERNATIONAL CONFERENCE ON NUTRITION, 1992; WORLD HEALTH ORGANIZATION, 2001; BRASIL, 2002; 2005b).

#### **2.7.4.1 Prevenção e combate da deficiência de ferro**

A prevenção e o combate da deficiência de ferro são uma das prioridades na promoção da saúde devido às suas graves consequências biológicas e implicações econômicas e sociais. As estratégias propostas para alcançar esse objetivo variam de acordo com o estágio de desenvolvimento do paciente.

Entretanto, a adição de ferro ao produto alimentício é considerada a melhor forma de se combater a deficiência de ferro em longo prazo, pois não requer cooperação individual e o custo inicial e de manutenção é menor, quando comparado ao programa de suplementação medicamentosa (BALTUSSEN et al., 2004).

O Programa Nacional de Suplementação de Ferro, instituído no Brasil pela Portaria nº 730, de 13 de maio de 2005, preconiza a suplementação universal de crianças de seis a 18 meses de idade, gestantes a partir da 20ª semana gestacional e mulheres até o 3º mês após o parto, como forma de prevenir a anemia ferropriva (BRASIL, 2005a).

Em países industrializados, como os Estados Unidos, Canadá e vários países da Europa, a prática do enriquecimento ou fortificação de alimentos é recomendada e estimulada como uma forma de repor as perdas nutricionais que

ocorrem durante o processamento e prevenir carências específicas (RAMAKRISHNAN; YIP, 2002). No Brasil, a partir de 18 de junho de 2004, tornou obrigatória a adição de ferro nas farinhas de trigo e de milho, devendo cada 100g de farinha fornecerem, no mínimo, 4,2 mg de ferro (BRASIL, 2002).

O produto alimentício utilizado como veículo no enriquecimento deve ser acessível à parcela da população mais vulnerável à deficiência, consumido constantemente, apresentar baixa probabilidade de ser ingerido em altas quantidades e a adição de ferro não deve elevar o seu custo final. Produtos que contenham outros nutrientes que são afetados pela adição de ferro ou substâncias que inibem a sua absorção devem ser evitados (UMBELINO; ROSSI, 2006).

O enriquecimento com ferro é tecnicamente difícil, pois as formas biodisponíveis são quimicamente reativas e frequentemente produzem efeitos indesejáveis quando adicionadas aos alimentos. Desta forma, torna-se indispensável a utilização de fontes de ferro e de tecnologias que minimizem tais efeitos (UMBELINO; ROSSI, 2006). Os sais solúveis de ferro, como o sulfato ferroso heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), são os mais absorvidos; porém, frequentemente produzem mudanças de cor, ao formarem complexos com compostos sulfurados, polifenóis e outras substâncias e catalisam reações de oxidação, resultando em odores e sabores indesejáveis. Devido à sua alta biodisponibilidade e baixo custo, os sais solúveis de ferro são utilizados para enriquecer alimentos estocados por tempo limitado. Compostos nos quais o ferro se encontra quelado, como o ferro aminoácido quelato e o sódio-ferroetilenodiaminotetracético ( $\text{NaFeEDTA}$ ), apresentam boa biodisponibilidade, entretanto, com o inconveniente de serem mais caros (VITERI; GARCIA-IBANEZ; TORUN, 1978; PINEDA, 1994).

## 2.8 Definição de *sherbet*

Segundo Portaria nº 379, de 26 de abril de 1999, são definidos como gelados comestíveis os produtos alimentícios obtidos a partir de uma emulsão de gorduras e proteínas, com ou sem adição de outros ingredientes e substâncias, ou de uma mistura de água, açúcares e outros ingredientes ou substâncias que tenham sido submetidas ao congelamento, em condições tais que garantam a conservação do produto no estado congelado ou parcialmente congelado durante a armazenagem, o transporte e a entrega ao consumo. Os gelados comestíveis, segundo Brasil (1999b), são classificados em:

- a) Sorvetes de creme, que são os produtos elaborados basicamente com leite e ou derivados lácteos e/ou gorduras comestíveis, podendo ser adicionado de outros ingredientes alimentares;
- b) Sorvetes de leite, que são os produtos elaborados basicamente com leite e/ou derivados lácteos, podendo ser adicionados de outros ingredientes alimentares;
- c) Sorvetes, que são os produtos elaborados basicamente com leite e/ou derivados lácteos e/ou outras matérias primas alimentares e nos quais os teores de gordura e ou proteína são total ou parcialmente de origem não láctea, podendo ser adicionados de outros ingredientes alimentares;
- d) *Sherbets*, que são produtos elaborados basicamente com leite e ou derivados lácteos e ou outras matérias primas alimentares e que contêm apenas uma pequena proporção de gorduras e proteínas, as quais podem ser, total ou parcialmente, de origem não láctea, podendo ser adicionados de outros ingredientes alimentares;
- e) Gelados de frutas, ou sorbets, que são os produtos elaborados basicamente com polpas, sucos ou pedaços de frutas e açúcares, podendo ou não ser adicionados de outros ingredientes alimentares;

- f) Gelados, que são produtos elaborados basicamente com pedaços de frutas e outras matérias-primas, podendo ou não ser adicionados de outros ingredientes alimentares.

*Sherbet* é um produto congelado à base de água, açúcares, frutas ou aromatizantes de frutas, sólidos do leite, estabilizante e corantes, quando necessários. Esse produto contém de 1% a 2% de gordura do leite e/ou substituto e de 2% a 5% de sólidos totais de leite (BRASIL, 1999a). Similarmente ao sorvete, o *sherbet* é processado com maior quantidade de polpa de fruta, apresentando, portanto, sabor mais ácido. Além disso, apresenta menor *overrun*, isto é, menor incorporação de ar (de 25% a 50%), maior teor de açúcar, menor ponto de fusão, e textura mais grosseira do que o sorvete (MARSHALL; ARBUCKLE, 1996). Assim como no sorvete, a qualidade final do *sherbet* depende das propriedades funcionais dos ingredientes, das propriedades físicas da calda e do processo de fabricação.

## **2.9 Incorporação de ar (*overrun*)**

A incorporação de ar à mistura-base ocorre no interior de equipamentos denominados produtoras, que podem ser contínuas ou descontínuas. Nas produtoras contínuas, o ar é injetado por um sistema de filtros e compressores, ao passo que, na descontínua, o sistema de incorporação se processa, exclusivamente, pela agitação constante a que a mistura é submetida (PEREIRA, 2010).

A geração da espuma pode ser considerada um processo dinâmico entre as forças de dispersão e aglomeração. Em outras palavras, a tensão de cisalhamento do fluxo de fluido age no sentido de romper as bolhas em tamanhos menores, enquanto que os mecanismos responsáveis pela aglomeração originam bolhas de ar de maior tamanho (CHANG; HARTEL, 2002a).

As principais funções do ar na estrutura do sorvete ou *sherbet* são: a) tornar sua textura mais leve e suave. Um *sherbet* sem ar incorporado teria uma textura semelhante à de um picolé à base de água. b) as bolhas de ar dispersam a luz e, portanto, afetam a aparência do produto. Por esse motivo, os *sherbets* são mais brancos que a mistura-base que os originou. c) auxiliam no controle do tamanho dos cristais de gelo por oferecem uma barreira ao crescimento dos cristais. d) aumentam a resistência ao derretimento (CLARKE, 2004; SOFJAN; HARTEL, 2004).

## 2.10 A análise sensorial

Análise sensorial descritiva é uma das principais ferramentas da ciência sensorial de alimentos. A sua aplicação tem crescido constantemente no final do século XX e no início do XXI. Essa metodologia proporciona informações qualitativas e/ou quantitativas detalhadas dos atributos que compõem um alimento (MURRAY; DELAHUNTY; BAXTER, 2001; STONE; SIDEL, 2012; MOUSSAOUI; VARELA, 2010).

A principal importância da análise descritiva é obter informações do perfil sensorial dos alimentos, possibilitando a sua utilização no controle de qualidade, na comparação de protótipos de alimentos com o intento de entender o comportamento do consumidor em relação aos atributos sensoriais e para o mapeamento sensorial de produtos (GACULA, 1997). Também podem ser utilizadas para acompanhar as mudanças do produto ao longo do tempo em relação aos prazos de validade e aos efeitos da embalagem, ou ainda, para investigar a variabilidade dos ingredientes ou do processamento na qualidade sensorial final de um produto (MURRAY; DELAHUNTY; BAXTER, 2001).

Segundo Bleibaum et al. (2002), uma das principais contribuições da análise descritiva quantitativa é a sua capacidade de possibilitar a correlação

entre as medidas sensoriais e instrumentais, além de permitir segmentar os consumidores de acordo com as suas preferências por meio da correlação dos dados de descrição sensorial com os testes afetivos.

As metodologias descritivas se dividem basicamente em métodos tradicionais, que utilizam julgadores treinados e métodos alternativos, os quais utilizam julgadores com baixo grau de treinamento, podendo ser julgadores semi treinados ou até mesmo consumidores. Nos métodos tradicionais, os julgadores recebem um treinamento extensivo, que consiste em uma série de etapas e procedimentos que irão melhorar a sua acuidade sensorial. Logo, esses irão fornecer respostas mais acuradas, com elevado grau de precisão. Além disso, o treinamento possibilita aos julgadores descrever os produtos em relação a diversas características, até mesmo atributos mais suaves ou presentes em baixa intensidade. Por outro lado, as técnicas tradicionais demandam de um longo tempo de execução da prática, uma vez que a etapa de treinamento é extensiva, o que é uma desvantagem para a aplicação dessas técnicas nas indústrias (SILVA et al., 2012; 2013).

Neste sentido, diversos pesquisadores propuseram metodologias alternativas, que visam a reduzir o tempo das análises. Essas técnicas utilizam julgadores com menor grau de treinamento, denominadas equipes semi treinadas ou sem nenhum tipo de treinamento, denominadas de consumidores. Diversos estudos comprovaram que os métodos descritivos que utilizam julgadores semi treinados e, principalmente, consumidores, conferem resultados com menor precisão (LABBE et al., 2004; ARES; BRUZZONE; GIMÉNEZ; 2011; SILVA et al., 2013). Logo, essas metodologias não são as mais indicadas para a aplicação nas indústrias de alimentos, nos setores de controle de qualidade e desenvolvimento de novos produtos; portanto, o treinamento é uma das principais maneiras de melhorar o desempenho dos julgadores e, assim, obter resultados com maior precisão.

### **2.10.1 Métodos alternativos**

Diversos pesquisadores têm trabalhado no intuito de desenvolver metodologias alternativas aos métodos descritivos convencionais, as quais necessitem de menor tempo para obtenção do perfil sensorial, de forma a viabilizar sua utilização na indústria de alimentos. Encontram-se na literatura recente metodologias que utilizam julgadores com menor grau de treinamento, denominadas de equipes semi treinada, tais como a Análise Descritiva por Ordenação (ADO) (RODRIGUE et al., 2000; RICHTER et al., 2010) e o Perfil Descritivo Otimizado (PDO) (SILVA et al., 2012). Dentre as técnicas descritivas apresentadas, o PDO se destaca por permitir a obtenção de dados quantitativos das características avaliadas nos alimentos. As demais metodologias citadas utilizam o procedimento de ordenação ou classificação para avaliar os produtos em relação aos atributos descritores; logo obtêm resultados apenas qualitativos do perfil sensorial dos alimentos, exceto o Polarised Sensory Position.

Sendo assim, essas metodologias apresentam limitações na sua aplicabilidade nas indústrias, uma vez que não é possível identificar a magnitude da diferença entre as amostras e, portanto, esses métodos não são recomendados no setor de controle de qualidade.

### **2.10.2 Perfil Descritivo Otimizado**

O Perfil Descritivo Otimizado (PDO), proposto por Silva et al. (2012), teve o objetivo de suprir a demanda por métodos descritivos rápidos e, ao mesmo tempo, fornecer informações quantitativas sobre os atributos sensoriais presentes nos alimentos. Nesta metodologia, os julgadores são classificados como semi treinados, uma vez que passam por diversas etapas antes de avaliar as

amostras. Isso proporciona aos julgadores uma certa acuidade sensorial, mesmo sem receber o treinamento. O PDO compreende as seguintes etapas: recrutamento e pré-seleção dos candidatos, levantamento dos atributos sensoriais e definição dos materiais de referência, familiarização da equipe de julgadores com as referências e, por último, a avaliação dos produtos por meio da escala de intensidade. É recomendada, neste método, a utilização da escala não estruturada de 9 cm ancorada nos extremos pelos termos “fraco” e “forte”, os quais são representados pelos materiais de referência (SILVA et al., 2012).

Na etapa de familiarização dos julgadores com os atributos, os materiais âncoras são apresentados a eles em uma única sessão, com o objetivo de padronizar a forma de avaliação dos atributos. Em seguida, os julgadores iniciam a avaliação dos produtos, utilizando o protocolo atributo por atributo.

Nessa forma de avaliação, os julgadores recebem todas as amostras de uma só vez e são orientados a comparar as amostras entre si, em relação a um único atributo, e indicar a intensidade das amostras em uma escala não estruturada ancorada nos extremos pelos materiais de referência (fraco e forte).

Nesse protocolo de avaliação, a redegustação dos produtos e reavaliação da pontuação pode ser realizada até o convencimento de que as pontuações representam o "espaçamento" correto entre as intensidades, o que possibilita que julgadores com baixo grau de “calibração” avaliem a intensidade dos produtos de forma consistente (ISHII; STAMPANONI; O’MAHONY, 2008).

No desenvolvimento da metodologia, a técnica foi aplicada na descrição sensorial de cinco formulações de requeijão cremoso, os quais diferiam entre si nas concentrações de gordura e água. Os produtos também foram avaliados por meio da técnica descritiva convencional (Perfil Convencional) para comparação dos dados. Foi verificado que o PDO permitiu a obtenção de um perfil sensorial muito semelhante à avaliação da equipe treinada em relação à configuração

gráfica das amostras e da correlação dos atributos com os componentes da Análise de Componentes Principais, além de possibilitar a redução de 54% do tempo do teste sensorial, sem perda de informações (SILVA et al., 2012).

O PDO também foi aplicado na caracterização sensorial de outra matriz alimentar (SILVA et al., 2013), com menor magnitude de diferença na intensidade dos atributos sensoriais. Para tanto, foram utilizados chocolates produzidos por diferentes misturas de chocolate ao leite, meio amargo e amargo. Os produtos também foram avaliados por meio da técnica descritiva convencional (Perfil Convencional) e por meio da metodologia alternativa (Análise Descritiva por Ordenação) para comparação dos dados. Foi verificado que as três técnicas descritivas apresentaram perfis sensoriais dos chocolates similares entre si. O PDO e o PC apresentaram maior discriminação das formulações quando comparados à ADO. A forma de utilização da escala não estruturada pelos julgadores apresentou comportamento diferenciado nas duas técnicas quantitativas; no PDO, os escores foram utilizados de forma mais homogênea em comparação ao PC. Dessa forma, a caracterização sensorial por meio do PDO foi semelhante ao método alternativo e ao convencional; porém, com poder superior de discriminação das formulações. O PDO possibilitou redução de 50% do tempo do teste sensorial frente ao PC, sem perda de informações, com elevado poder de discriminação dos chocolates e descrição quantitativa dos atributos sensoriais (SILVA et al., 2013).

Por outro lado, em outro estudo (SILVA et al., 2014b), os autores observaram que o método descritivo PDO apresentou grande variabilidade nos resultados, assim como a metodologia convencional (PC). Em ambas as técnicas descritivas, os valores obtidos do quadrado médio do resíduo foram elevados, o que gerou resultados com baixa precisão. Portanto, mesmo fornecendo dados quantitativos do perfil sensorial dos alimentos, o PDO não é a técnica mais indicada para ser aplicada em análises de estabilidade e controle de qualidade.

## 2.11 Propriedades tecnológicas

A viscosidade da mistura influencia o tratamento térmico durante o processamento, afetando as transições de fases, como a fusão dos lipídeos e cristalização da água durante o batimento e a incorporação de ar está relacionada com a textura do produto (REID, 1998). A relação direta entre essas duas propriedades e o tempo de batimento influi na suavidade e maciez e, assim, na qualidade do produto durante o congelamento (CHANG; HARTEL, 2002b).

Vários estudos têm sido realizados sobre a influência do tipo e da concentração de estabilizantes no comportamento da viscosidade de sorvete (KAYA; TEKIN, 2001; INNOCENTE; CAMPARIN; CORRADINI, 2002) e sobre o crescimento de cristais de gelo e textura do produto final (HARTEL, 1996; MARSHALL; ARBUCKLE, 1996). A influência da concentração de estabilizantes que interagem com diferentes constituintes de sobremesas lácteas congeladas também foi estudada (WITTINGER; SMITH, 1986; BOLLIGER et al., 2000; MINHAS et al. 2000; EL-NAGAR et al., 2002).

Segundo Varnam e Sutherland (1994), a viscosidade da calda aumenta como resultado da interação entre o estabilizante e outros solutos, como os açúcares. Além disso, a cristalização da água no processamento e estocagem de sorvetes é afetada pela presença de açúcares, que provocam redução do ponto de congelamento (HARTEL, 1996).

Normalmente, considera-se que apenas 50% da água do sorvete está congelada à temperatura de fusão, aumentando para 82% a -15 °C, e acima de 90% a -25 °C (HARTEL, 1998); no entanto, esse comportamento depende da formulação. Bolliger, Goff, e Tharp (2000) mostraram que os estabilizantes contribuem para a proteção do sorvete contra a recristalização, em virtude do

aumento da viscoelasticidade do produto causado pelo aumento da concentração dos polissacarídeos na fase não congelada do sorvete.

A cristalização é a organização das moléculas em uma fase contínua dentro de um líquido. Isso pode ocorrer em diversas maneiras diferentes. O vapor pode cristalizar-se diretamente do gás à fase contínua, com o exemplo principal, que é a neve. Um soluto pode ser cristalizado fora da solução, como na cristalização da lactose nos produtos lácteos (COOK; HARTEL, 2010).

As condições de cristalização ou recristalização da água podem ser afetadas pela  $T_g'$  (temperatura de transição vítrea da fração maximamente crioconcentrada) que, por sua vez, também é influenciada pela composição da calda. Segundo Goff, Caldwell e Stanley (1993), a  $T_g'$  de sorvetes pode variar de  $-23$  a  $-3$  °C, dependendo da formulação. Na transição vítrea, o material apresenta alta viscosidade (em torno de 1012 Pa.s), sendo caracterizado como um estado metaestável (LEVINE; SLADE, 1988). O armazenamento de sorvetes em temperaturas abaixo de  $T_g'$  resultaria em não recristalização da água; porém, esse procedimento é impraticável. Sorvetes normalmente são armazenados em temperaturas ( $-10$  a  $-20$  °C) acima do ponto de transição vítrea (HARTEL, 1998). Além da  $T_g'$ , a fração de água não congelada (wnc) pode influenciar a recristalização da água em virtude de flutuações de temperatura durante o armazenamento (GOFF, 1992). Essa recristalização é minimizada ao se conseguir manter uma temperatura de estocagem baixa e constante, abaixo de  $-18$  °C. A alta capacidade de retenção de água é uma das principais características desejáveis de alguns sistemas alimentícios, tais como iogurtes, bebidas lácteas e sorvetes (FENNEMA, 1997).

## 2.12 Cristalização do gelo nos gelados comestíveis

De acordo com Garsid (1987), o processo de cristalização, inicialmente ocorre com a formação de pequenos agregados cristalinos estáveis denominados núcleos ou embriões, em uma solução supersaturada submetida a uma taxa de resfriamento, cujo processo se divide em nucleação primária e nucleação secundária.

Na nucleação primária, um número de partículas é gerado em regiões de elevada supersaturação em superfícies de resfriamento e nas zonas de ebulição. O surgimento de novas partículas ocorre sem a influência de qualquer interferente, como a presença de sólidos diversos, a parede do equipamento ou partículas diminutas de qualquer natureza. A nucleação primária é resultado de oscilações locais de dimensões em uma fase homogênea, e o seu acontecimento está baseado na união de moléculas ou partículas formando aglomerados. Na nucleação secundária, a presença de um cristal na solução supersaturada induz à formação de mais cristais que não se formariam espontaneamente. A taxa de nucleação de produtos alimentícios depende da supersaturação, da temperatura, da energia oriunda do processo de agitação e do nível de impurezas ou aditivos presentes na formulação do alimento. Para o crescimento dos cristais a partir de uma solução, ocorre primeiro o transporte do soluto da solução supersaturada para a vizinhança da superfície do cristal. Logo após, desenvolvem-se alguns processos na superfície do cristal, provavelmente envolvendo a adsorção na camada superficial, seguida pela orientação de moléculas ao cristal e, finalmente, a dissipação de calor de cristalização liberada na superfície do cristal (GARSID, 1987).

Segundo Guegov (1981), na cristalização, condições favoráveis são alcançadas para agregação em um arranjo ordenado de um grupo de moléculas, formando partículas chamadas núcleos de cristalização. Tais condições são

determinadas pela correlação entre temperatura, velocidade de resfriamento, concentração dos solutos e magnitude das forças, orientando as moléculas no líquido. Dois tipos de cristalização primária podem ocorrer: a homogênea e a heterogênea (catalítica).

Os centros de cristalização homogêneos são formados durante uma agregação aleatória de moléculas de água em estruturas de gelo acima de um tamanho crítico. A nucleação homogênea é aquele processo no qual agregados de moléculas surgem espontaneamente por flutuações de densidades aleatórias. Em termos termodinâmicos, o ponto de equilíbrio do congelamento ( $T_e = 273,16\text{K}$ ) indica a temperatura em que as energias livres de Gibbs (potencial químico) das fases líquidas e sólidas (gelo) são as mesmas. A formação de um núcleo leva a um desequilíbrio: energia superficial positiva e energia livre de volume negativa. A soma desses dois componentes e as contribuições relativas delas à energia livre global com o aumento do raio é a razão para a existência de um tamanho de núcleo crítico a uma temperatura (GUEGOV, 1981).

A nucleação heterogênea ocorre quando partículas sólidas atuam como sítios para a formação do cristal. A presença de uma superfície ativa de uma partícula dentro do sistema introduz uma região de energia livre superficial que aumenta a probabilidade de formação de um agregado de dimensões críticas. Normalmente, tais partículas são substâncias que são insolúveis em água, e o tamanho, localização e características moleculares determinam o caráter de formação do gelo, visto que o número de moléculas de água que necessitam de ordenação inicial é mais baixo, e a temperatura de nucleação é mais alta que aquela da nucleação homogênea (COSTA, 2008).

A cristalização, de acordo com McCabe, Smith e Harriot (1993), é um processo de formação de partículas sólidas dentro de uma fase homogênea que pode ocorrer a partir do vapor de um líquido em fusão ou de uma solução, cujo processo pode ser caracterizado pela formação de um espectro de partículas

cristalinas de diferentes tamanhos. Segundo Aguilera e Stanley (1990), a estrutura dos sólidos pode variar das formas simples (amorfas) às mais complexas (cristalinos). A diferença entre um sólido cristalino e um sólido amorfo está nas condições geométricas dadas pelas ligações e no acondicionamento dos átomos e moléculas, formando o retículo cristalino.

A fase amorfa presente no sorvete ou *sherbets* é, basicamente, formada por uma solução supersaturada composta de açúcares, proteínas e minerais. Flint (1966) descreve que o sólido amorfo não possui forma geométrica natural e sua estrutura interna é irregular como as partículas distribuídas nos líquidos. Os sólidos amorfos são considerados como líquidos sobrefundidos e se caracterizam, principalmente, pela falta de temperatura nítida de fusão e pela invariabilidade das propriedades com a mudança de direção (isotropia).

A fase cristalina presente em sorvete é composta por cristais de gelo formados a partir da separação da água pura da solução supersaturada que compõe o sorvete. Segundo McCabe, Smith e Harriot (1993), o cristal é o tipo de matéria inanimado mais organizado e constitui o estado mais estável, possuindo menor energia livre. Os sólidos cristalinos se classificam em cinco tipos principais: os metais, formados de átomos de elementos eletropositivos; os cristais iônicos, formados por combinações dos elementos altamente eletropositivos e eletronegativos; os cristais de valência, estabilizados pelos pares de elétrons compartilhados das ligações interatômica; os semicondutores e os cristais moleculares, como o gelo. Jancic e Grootsholten (1984) enfatizam que, para ocorrer uma mudança de estado, deve ser fornecida energia suficiente para romper a barreira desse estado, e uma subsequente mudança para um estado de energia mais baixo deve acontecer. Na etapa de cristalização, a barreira de energia a ser vencida é a necessária à nucleação, e o estado de energia mais baixo é alcançado com o crescimento dos cristais.

Cook e Hartel (2010) afirmam que compreender os mecanismos responsáveis para produzir os cristais discoidais encontrados no *sherbet* ajudará extremamente a fabricantes em prever como as mudanças do processamento e da formulação afetarão seu produto. Porque a mistura dos *sherbets* são opacas, não foi ainda possível observar *in situ* a cristalização do gelo no sorvete. Os estudos até agora, conseqüentemente, usaram análogos ou relacionaram efeitos observados a um suposto mecanismo. Ainda assim, alguns elementos do mecanismo da cristalização são bem aceitos.

Por causa do grande resfriamento na parede do congelador, núcleos do gelo lá se formam antes de ser varridos para o volume central do congelador de superfície raspada. No volume, o calor e transferência maciça fazem com que alguns cristais derretam e outros cresçam. Antes de o sorvete alcançar a saída do congelador, os cristais de gelo transformaram-se em discos pequenos, arredondados (COOK; HARTEL, 2010).

### **2.13 Efeito das flutuações de temperatura**

Na estocagem ou no transporte do sorvete ou *sherbets*, deve-se evitar as oscilações de temperatura, durante as quais o sorvete recebe pequenas taxas de calor que são suficientes para o crescimento do cristal ou são responsáveis pelo processo de recristalização. Nesse processo, grandes estruturas de cristais de gelo com tamanho médio superior 50 $\mu$ m de diâmetro se formam, conferindo o aspecto arenoso encontrado frequentemente em sorvetes de baixa qualidade (COSTA, 2006). Uma condição de temperatura ideal para a retenção da qualidade de sorvetes congelados é mantê-lo a uma temperatura constante de -18 °C ou a temperaturas inferiores, o que é geralmente possível. O problema é que, durante o manuseio, o transporte e o armazenamento, a temperatura do

alimento pode flutuar, o que produz efeitos adversos e cumulativos sobre a qualidade do sorvete congelado (GOFF, 2003).

De acordo com Sangh e Wang (1977), existem dois tipos de flutuações na temperatura de armazenamento. A primeira é regular e inevitável ( $1^{\circ}\text{C} - 2^{\circ}\text{C}$ ), resultante de operações periódicas do equipamento de refrigeração. Tais flutuações são quase desprezíveis sobre a vida de prateleira do alimento, se o sistema de refrigeração é bem projetado. A outra flutuação está relacionada ao carregamento ou à remoção de produtos da câmara de refrigeração, ao transporte e à distribuição do produto e é da ordem de  $10^{\circ}\text{C}$  e pode ter um efeito prejudicial significativo sobre a qualidade do alimento congelado.

#### **2.14 Qualidade dos gelados comestíveis**

A qualidade do sorvete ou *sherbet*, levando em consideração a textura suave ou a sensação de frescor percebida pelos consumidores enquanto o consomem, está diretamente relacionada com a formulação (ingredientes), a estrutura da espuma, o tamanho e a morfologia das bolhas de ar e dos cristais de gelo incorporados ao produto (CHANG; HARTEL, 2002b).

O tamanho médio dos cristais de gelo, de açúcar e as bolhas de ar presentes no sorvete, recomendado por Goff, Verespej e Smith (1999), deve ser de 20 a 50  $\mu\text{m}$  de diâmetro. De acordo com Donhowe e Hartel (1996), o tamanho médio dos cristais de gelo pode ser afetado pelo fenômeno de recristalização, o qual está diretamente relacionado à quantidade e a qualidade dos estabilizantes adicionados e às oscilações de temperatura durante o transporte e a armazenagem.

A taxa de derretimento do sorvete é extremamente importante na percepção global do consumidor quanto à qualidade do produto. Se o sorvete derrete rapidamente, por melhor que sejam seus outros atributos sensoriais, sua

qualidade acaba sendo prejudicada. Vale ressaltar que esse processo é mais intenso em países de clima tropical, como o Brasil, em função das altas temperaturas anuais (PEREIRA et al., 2011).

Giarola, Pereira e Resende (2015), estudando *sherbet light* de uvaia fortificado com ferro, determinaram que o único quesito no qual não houve uma boa aceitação por parte dos consumidores foi a textura, devido ao gosto dos brasileiros por textura mais cremosa em sorvetes e pelo desconhecimento da textura usual em *sherbets*, que ainda não são consumidos no país.

### **2.15 Reologia**

Reologia é a ciência que estuda a deformação e o escoamento de materiais, ou seja, o modo como os materiais respondem à aplicação de uma tensão ou deformação. Tem a finalidade de prever a força necessária para causar uma deformação ou escoamento em um corpo. Essa força pode ser de compressão, tração ou cisalhamento (VIANA, 2010). A deformação ocorre no caso de a matéria estar no estado sólido e o escoamento, quando a matéria está no estado líquido. A propriedade reológica de interesse no caso dos sólidos é a elasticidade e, no caso dos líquidos, é a sua viscosidade (DINIZ, 2009).

Há numerosas áreas nas quais os dados reológicos são necessários na indústria de alimentos, sendo importantes para o controle e o dimensionamento de processos industriais, envolvendo uma ampla gama de equipamentos, como tubulações, bombas, extrusoras, misturadores, trocadores de calor, homogeneizadores, viscosímetros; no acondicionamento em tambores, estocagem a granel e transporte; na determinação de ingredientes no desenvolvimento de produtos; no controle de qualidade de produtos finais; em testes de vida de prateleira e na avaliação da textura de alimentos por correlação com os dados sensoriais (STEFFE, 1996; PEREIRA et al., 2011).

A complexidade envolvida no comportamento reológico dos materiais é elevada, pois, além de sua natureza variada, eles podem ter comportamentos diferentes em virtude das condições a que se encontram submetidos (RODRIGUES et al., 2003). Os fluidos são classificados de acordo com seu comportamento reológico por meio da análise da relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação e às condições de temperatura (STEFFE, 1996). Reologicamente, os fluidos são divididos em duas categorias: newtonianos e não newtonianos (DINIZ, 2009). Na Figura 4, é apresentada uma classificação geral para o comportamento reológico dos fluidos.

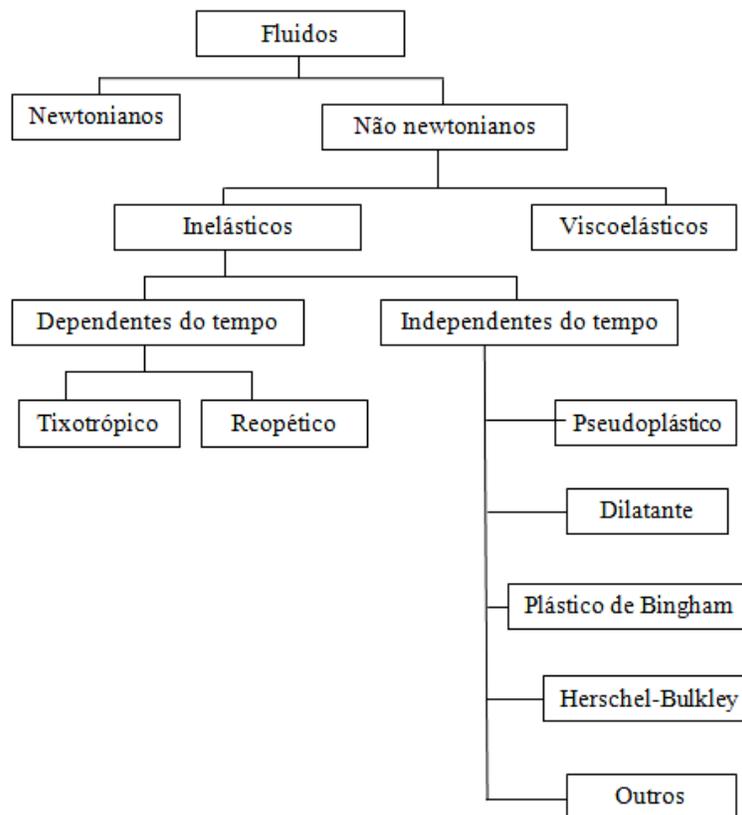


Figura 4 Classificação geral do comportamento reológico dos fluidos  
Fonte: Oliveira (1997)

Os fluidos newtonianos são aqueles que apresentam uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação, independentemente da taxa de deformação e da tensão de cisalhamento inicial, dependendo somente de sua composição e da temperatura. Sua viscosidade é constante com a taxa de deformação. Para esses fluidos, o escoamento acontece logo após a tensão ser aplicada; portanto, não resistem sequer a uma força infinitesimal; por isso, escoam e se moldam ao recipiente que os contém (PELEGRINE, 1999).

A equação 1 é a representação matemática do comportamento reológico dos fluidos newtonianos.

$$\tau = \eta(\dot{\gamma}) \quad (1)$$

em que

$\tau$  : tensão de cisalhamento (Pa);

$\eta$  : viscosidade absoluta (Pa.s);

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

Os fluidos que não seguem um comportamento newtoniano são caracterizados por uma relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação não linear. Nos fluidos não newtonianos, que não são homogêneos e nem puros (como grande parte dos alimentos), o termo viscosidade absoluta ( $\eta$ ) é substituído por viscosidade aparente ( $\eta_a$ ), como demonstrado na equação 2 (PELEGRINE, 1999).

$$\eta_a = \tau/\dot{\gamma} \neq \text{constante} \quad (2)$$

em que

$\eta_a$  : viscosidade aparente (Pa.s);

$\tau$  : tensão de cisalhamento (Pa);

$\gamma$  : taxa de deformação ( $s^{-1}$ ).

### **2.15.1 Dependentes do tempo**

Os fluidos dependentes do tempo têm um comportamento chamado de histerese, isto é, a viscosidade dos sistemas sujeitos a uma força por um intervalo de tempo não é a mesma, quando medida no mesmo tempo, depois de cessada a ação dessa força (DINIZ, 2009; PEREIRA et al., 2011).

#### **2.15.1.1 Tixotrópico**

Esse tipo de fluido apresenta comportamento semelhante ao pseudoplástico; entretanto, diferencia-se, pois a viscosidade aparente não está relacionada somente com a taxa de deformação, mas também com o tempo de aplicação da tensão (PEREIRA et al., 2011). No entanto, Diniz (2009) afirma que, após o repouso, tendem a retornar à condição inicial de viscosidade. Exemplos desse fluido são pastas de frutas, gelatinas, manteigas e iogurte.

#### **2.15.1.2 Reopético**

Em Diniz (2009), para fluidos reopéticos, um acréscimo na viscosidade aparente é observado com o aumento da taxa de deformação. Assim como os fluidos tixotrópicos, após o repouso, o fluido tende a retornar ao seu comportamento reológico inicial. Esse tipo de comportamento não é comum em alimentos, mas pode ocorrer em soluções de amido altamente concentradas.

## **2.15.2 Independentes do tempo**

Vários são os tipos de fluidos independentes do tempo sendo o principal, no caso de sobremesas geladas, o comportamento pseudoplástico.

### **2.15.2.1 Pseudoplástico**

Nesse tipo de fluido, a aplicação de uma taxa de deformação crescente gera um aumento mais que proporcional na tensão de cisalhamento, mas a curva começa na origem (BOURNE, 2002). Molhos para saladas são um bom exemplo desse tipo de fluido. Segundo Diniz (2009), a viscosidade aparente de um fluido pseudoplástico é dependente da tensão de cisalhamento, demonstrando um decréscimo na viscosidade quando há um aumento na tensão. Esses fluidos em repouso apresentam um estado desordenado e, quando submetidos a uma tensão de cisalhamento, suas moléculas tendem a se orientar na direção da força aplicada. Quanto maior a tensão aplicada, maior será a ordenação e, conseqüentemente, menor será a viscosidade aparente (PEREIRA et al., 2011).

### **2.15.2.2 Dilatante**

O comportamento desse tipo de fluido para tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação começa na origem, mas é caracterizado por incrementos maiores na taxa de deformação do que na tensão de cisalhamento. Exemplos podem ser citados, como alguns xaropes de chocolate e amido de milho em água. Esse tipo de fluido só é encontrado em líquidos que contêm uma alta proporção de partículas rígidas insolúveis em suspensão. Fluido dilatante é bastante raro na indústria de alimentos e extremamente rara em produtos alimentares acabados (BOURNE, 2002).

### 2.15.2.3 Plástico de Bingham

Para esse tipo de fluido, uma tensão mínima de cisalhamento, conhecida como a "elasticidade", deve ser excedida para que o escoamento comece. Caso contrário, ele se comportará como um sólido. É frequentemente encontrado em alimentos, como ketchup, maionese, creme chantilly, clara em neve e margarina (BOURNE, 2002).

Na Figura 5, estão apresentadas as curvas típicas de escoamento para fluidos newtonianos e os não newtonianos: pseudoplástico, dilatante, plástico de Bingham e Herschel-Bulkley.

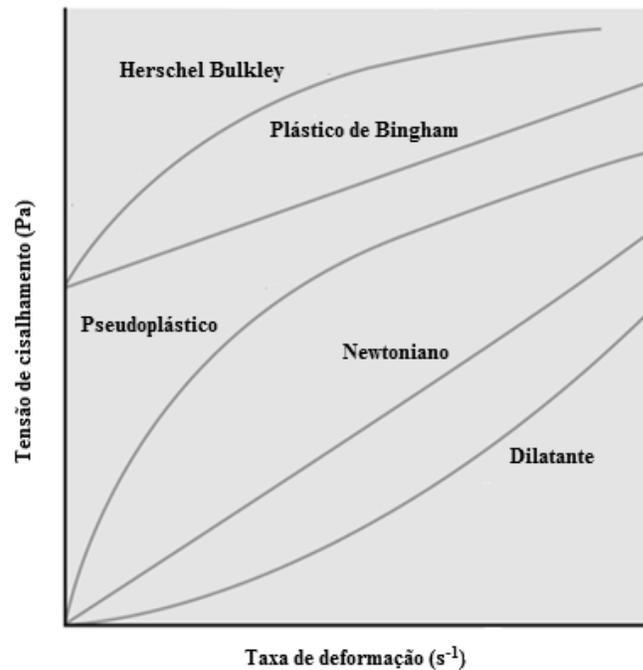


Figura 5 Tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação para diversos tipos de fluidos

Fonte: Adaptado de Bourne (2002)

## 2.16 Medidas Reológicas

O viscosímetro (ou reômetro) é uma ferramenta essencial para a realização de estudos reológicos envolvendo alimentos. Esse equipamento permite medir as tensões de cisalhamento de um fluido ao longo das taxas de deformação aplicadas. Viscosímetros capilares, reômetros rotacionais e reômetros oscilatórios, entre outros, são utilizados para obtenção dos dados reológicos. O reômetro capilar possui um arranjo bastante simples e de fácil operação. O fluido escoar no interior de um tubo de seção circular, devido à diferença entre as pressões de entrada e saída dele, que podem ser geradas pela gravidade ou outros meios mecânicos. Com os dados da geometria do reômetro e dos ensaios experimentais, é possível determinar a viscosidade do fluido.

## 2.17 Reologia oscilatória

Os alimentos, em sua maioria, não podem ser classificados simplesmente como sólidos ou líquidos e são então classificados como viscoelásticos (GÓMEZ-DIAS; NAVAZA, 2004). O método mais utilizado para estudo das propriedades viscoelásticas dos alimentos são os testes dinâmicos. Os testes dinâmicos fornecem dados de viscosidade e elasticidade relacionados a uma frequência aplicada, relacionando a frequência ou velocidade angular com a deformação ou tensão.

Na reologia oscilatória, pode-se medir o caráter sólido da amostra através do módulo  $G'$ . O módulo de armazenamento,  $G'$ , também denominado módulo de cisalhamento elástico, é a razão entre a tensão aplicada e a deformação provocada em fase; indica que a energia de tensão é armazenada

temporariamente durante o teste e pode ser recuperada mais tarde (MORRIS, 1995; SCHRAMM, 2006; VALENGA, 2007).

O módulo de cisalhamento dinâmico, viscoso ou de perda,  $G''$ , que indica o caráter líquido do material, é a razão entre a tensão aplicada e a deformação provocada fora de fase; faz alusão ao fato de que a energia usada para iniciar o fluxo é irreversivelmente dissipada ou perdida, sendo transformada em calor de cisalhamento (MORRIS, 1995; SCHRAMM, 2006; VALENGA, 2007).

A interação entre as partículas da amostra em teste determina se o sistema é elástico ou viscoso. Quando a amostra apresenta o módulo de cisalhamento elástico ( $G'$ ) muito maior do que o módulo de cisalhamento viscoso ( $G''$ ), ambos independentes da frequência, tem-se um material de caráter predominantemente sólido, tratando-se, portanto, de um gel forte e as deformações serão elásticas ou recuperáveis (FARIA-TISCHER, 2006; VALENGA, 2007).

Através de análise em sistema oscilatório, é possível determinar também a viscosidade dinâmica complexa ( $\eta^*$ ) da amostra, obtida pela razão entre o módulo de cisalhamento dinâmico complexo ( $G^*$ ) e a frequência ( $\omega$ ).  $G^*$  representa a resistência total de uma substância contra uma deformação aplicada (VALENGA, 2007). A pequena deformação dos testes oscilatórios é uma boa ferramenta para estudar a microestrutura de sorvetes, por causa da sensibilidade para tratamento térmico e mecânico do método. Através da termo reologia oscilatória, análises mecânicas e térmicas estão acopladas, possibilitando a correlação entre as características sensoriais e as características microestruturais (WEIPERT; TSCHEUSCHNER; WINHAB, 1993).

### **2.17.1 Varredura de frequência**

A rampa de frequência mostra como o comportamento da viscosidade e da elasticidade dos materiais muda com a taxa de aplicação da deformação ou da tensão. A frequência é aumentada enquanto a tensão ou deformação é mantida constante. A varredura de frequência é muito utilizada para comparar diferentes produtos ou para comparar o efeito da adição de diferentes ingredientes e /ou processos.

Mantendo-se a temperatura constante, a rampa de frequência nos indica a estrutura do sistema com base nas curvas dos módulos de armazenamento ( $G'$ ) e de dissipação ( $G''$ ). Por exemplo, em soluções diluídas, os valores de  $G''$  são maiores que  $G'$ , por toda a faixa de frequência, sendo que aumentando as concentrações, a diferença entre os módulos tende a diminuir. Em soluções muito concentradas, as curvas  $G'$  e  $G''$  se interceptam em algum ponto, conforme se aumenta a frequência, mostrando comportamento parecido ao dos sólidos nas frequências mais altas. Quando se trata de um gel, os valores de  $G'$  serão sempre maiores que os valores de  $G''$  (MARFIL, 2010; STEFFE, 1996).

### **2.17.2 Varredura de temperatura**

Nesse tipo de teste, medimos os valores de  $G'$  e  $G''$ , em função da temperatura, numa frequência fixa. Esse tipo de ensaio é muito comum no estudo de problemas que envolvem a temperatura como fonte de mudanças no comportamento reológico do material. Ex: aumento da consistência de produtos cárneos e de ovos devida à desnaturação proteica, gelatinização de amidos, derretimento de chocolate através da fusão da gordura, etc. (STEFFE, 1996).

## 2.18 Estudos reológicos de sorvetes

A literatura relata poucos estudos com objetivo de caracterização reológica e obtenção dos seus parâmetros. A aplicação dos modelos reológicos para sorvetes também não tem sido discutida (OLIVEIRA, 2005). Aime et al. (2001) realizaram análises sensoriais e instrumentais de viscosidade e textura em quatro sorvetes de creme com diferentes percentuais de gordura. Foram utilizados sorvetes de creme: com quantidade regular de gordura (10%), sorvete light (5%), sorvete com baixa quantidade de gordura (2,5%) e sorvete sem gordura (0,4%). Um viscosímetro rotacional (Bohlin VOR Rheometer) foi utilizado para a análise instrumental da viscosidade dos diferentes sorvetes. Os ensaios reológicos foram realizados a uma temperatura constante de 30°C, para obtenção dos dados reológicos. A viscosidade aparente, índice de comportamento e índice de consistência das amostras foram calculados a partir do ajuste dos dados reológicos ao modelo Lei da Potência. Os autores obtiveram índices de comportamento menores que um para as suas amostras, variando de 0,370 a 0,661, caracterizando comportamento pseudoplástico. Smith, Bakshi e Lomauro (1984) apud Aime et al. (2001), avaliando o comportamento reológico de uma mistura de sorvete contendo 10% de gordura láctea, 37,3% de sólidos totais e 0,3% de estabilizantes, encontraram, também, comportamento não newtoniano. O índice de comportamento ( $n$ ) das amostras variou de 0,48 a 0,55, caracterizando comportamento pseudoplástico. Os ensaios reológicos dos autores foram realizados a uma temperatura constante de 2°C.

Kaya e Tekin (2001) estudaram o efeito de diferentes concentrações de um estabilizante natural na reologia de duas misturas de sorvete típicas da Turquia. Sendo uma das misturas preparadas à base de leite e a outra a base de água. Os ensaios reológicos foram realizados em um viscosímetro Brookfield nas temperaturas de 10°C, 20°C, 30°C, 40°C e 50°C. As medidas reológicas

foram ajustadas ao modelo empírico da Lei da Potência para obtenção dos parâmetros reológicos. Os autores encontraram comportamentos pseudoplásticos para a maioria de suas amostras, nas diferentes temperaturas utilizadas. O índice de comportamento das diferentes misturas de sorvete à base de leite variou de 0,77 a 0,96, ao longo das diferentes temperaturas. Nas diferentes misturas de sorvetes à base de água, o índice de comportamento variou de 0,85 a 1,01, nas diversas temperaturas de ensaio.

Kaya e Tekin (2001) citam em seu trabalho que Goff e Davidson (1992), ao pesquisarem sobre a reologia de sorvetes, encontraram valores de índice de comportamento em torno de 0,7. Kaya e Tekin (2001), ao estudarem o efeito de estabilizantes no comportamento reológico de sorvete, encontraram valores de índice de comportamento na faixa de 0,98 a 0,68, para sorvetes com estabilizante goma guar, e 0,88 a 0,48, para sorvetes com estabilizante goma locusta. Nenhum estudo envolvendo outras formulações de sorvetes foi encontrado. Apenas foram publicados trabalhos de misturas de sorvetes à base de leite e água. Contudo, a maioria deles foi apresentada com sabor de creme. Também não foram encontrados estudos de outros modelos reológicos aplicados a sorvetes. Todos os trabalhos encontrados utilizaram o modelo Lei da Potência para a caracterização do comportamento reológico dos sorvetes.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Este projeto foi aprovado pela Comissão de Ética de Experimentação Humana da Universidade Federal de Lavras, sob o número Plataforma Brasil CAAE 12370113.2.0000.5148.

#### 3.1 Preparação da calda

A formulação básica foi constituída de 2% de gordura de origem láctea (creme de leite, 60 % de gordura, Laticínios Verde Campo, Lavras, Brasil), 4% de sólidos totais desengordurados do leite ou MSNF (leite em pó desnatado, 95 % de sólidos, Itambé Alimentos S/A, Uberlândia, Minas Gerais, Brasil), 0,0014% de sucralose (SPLENDAS<sup>®</sup>sucralose-micronizada da Tate&Lyle), 8% de Polidextrose (Litesse<sup>®</sup> Ultra<sup>™</sup>, DuPont do Brasil S.A. Baruerí, São Paulo, Brasil), 5% Maltitol (Nutramax Com. Imp. e Exp. Ltda. Catanduva, São Paulo, Brasil), 5% Inulina (inulina 92 % e glicose/frutose/sacarose 8 %, com grau de polimerização (DP) maior que 10, Orafti<sup>®</sup>GR, BENEIO-Orafti, Tienen, Bélgica) 2% de estabilizante/emulsificante Selecta<sup>®</sup> (Duas Rodas Industrial Ltda., Jaraguá do Sul, Santa Catarina, Brasil), 25% de polpa de uvaia e 47,2% de água mineral,

A calda foi pasteurizada a 75 °C (Sumá, modelo F-405, Campinas, São Paulo, Brasil) e homogeneizada em homogeneizador de linha sob pressão de 180 Bar (Artepeças, modelo 05-973/12, São Paulo, São Paulo, Brasil).

A temperatura da calda na saída do homogeneizador foi de 2 °C. A calda foi dividida em quatro porções de 6 Kg cada uma. Três das porções foram adicionadas de 1, 2 e 3% de FLD. Posteriormente, as quatro porções foram novamente pasteurizadas em banho termostático à temperatura de 72-75 °C por 30 minutos, resfriadas em banho de gelo e colocadas em uma câmara frigorífica

a 5 °C com agitação mecânica (modelo RW 20.n, IKA LABORTECHNIK - Alemanha) a 300 RPM, por 24 horas para maturação.

As quatro porções foram misturadas com 12 mg/100g de ferro *Iron Taste Free*(19% Fe) 3462 da *Albitech Nutritionals* usando um *mixer* (Refrigás, Garça, São Paulo, Brasil. Essa concentração de ferro foi definida após otimização, conforme trabalho de Giarola, Pereira e Resende (2015).

### **3.2 Produção dos *sherbets***

A produção dos *sherbets* foram realizadas em batelada, de acordo com técnicas tradicionais descritas por Arbuckle (1977), conforme ilustrado na Figura 6.

A operação de batimento foi feita em um trocador de calor de superfície raspada (Refrigás, modelo 80/100, Garça, São Paulo, Brasil), com tempo de operação de 10 minutos.

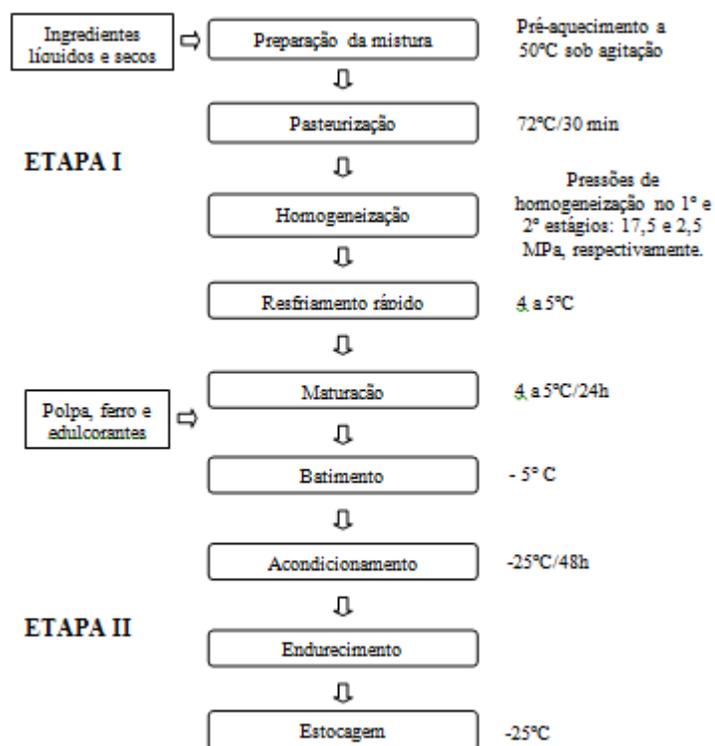


Figura 6 Processo de fabricação de *sherbet*  
 Fonte: Adaptado de Goff (2002)

Cada um dos tratamentos foram separados em porções de 51 e 250g destinadas à avaliação microbiológica, análises sensoriais, estudos físico-químicos, reológicos, textura e análises térmicas.

### 3.3 Teste microbiológico

Após o processamento foram realizadas as análises microbiológicas especificadas pelo padrão fixado pela Anvisa - Agência Nacional de Vigilância sanitária - Ministério da Saúde, Resolução RDC Nº 12, de 02 de Janeiro de 2001. Para avaliação microbiológica, realizaram-se diluições em solução peptonada estéril 0,1%. As amostras foram avaliadas após o preparo quanto à

presença de *Staphylococcus aureus*, bolores, leveduras, coliformes totais e termotolerantes e ainda *Salmonella*, de acordo com a Instrução Normativa nº 62 (BRASIL, 2003).

### **3.4 Características físico-químicas da mistura base**

A caracterização físico-química é importante para a determinação das características das formulações.

#### **3.4.1 pH e acidez titulável**

A determinação do pH foi feita mediante o método eletrométrico, utilizando-se um pHmetro digital (IAL, 2008). A acidez titulável, em forma de ácido cítrico, foi realizada em conformidade com a metodologia padrão, segundo Association Official Analytical Chemists, AOAC (2007).

#### **3.4.2 Sólidos totais**

Os sólidos totais foram quantificados por método gravimétrico em consequência da perda de umidade em banho-maria e, posteriormente, em estufa a 100 °C até peso constante, segundo técnica descrita pela AOAC (2007).

#### **3.4.3 Gordura**

A gordura foi determinada pelo método de extração de *Rose-Gottlieb*, segundo metodologia da AOAC (2007).

#### **3.4.4 Proteína bruta**

A proteína bruta foi obtida pela determinação do teor de nitrogênio total por destilação em aparelho *MicroKjedahl* (AOAC, 2007), usando o fator 6,25 para cálculo da concentração de proteína.

#### **3.4.5 Cinzas**

A fração de cinzas foi obtida, gravimetricamente, avaliando-se a perda de peso do material submetido ao aquecimento a 550 °C em mufla (AOAC, 2007).

#### **3.4.6 Carboidratos**

Os carboidratos foram quantificados por diferença, ou seja, subtraindo-se a concentração de sólidos totais do somatório dos teores de gordura, proteína bruta, cinzas e fibras.

Para se obter o teor de fibras, foi pesquisado na literatura o valor médio das fibras da FLD e polpa de uvaia.

Os efeitos dos diferentes tratamentos sobre as características físicas e químicas foram avaliados por análise de variância (ANAVA), seguida de regressão em casos significativos ( $p < 0,05$ ). Essas análises foram realizadas por meio do *software* Sisvar, versão 5.4 *Build* 80 (FERREIRA, 2010).

### **3.5 Análise sensorial**

A utilização de métodos otimizados facilita a obtenção dos resultados da avaliação sensorial do produto.

### **3.5.1 Metodologia proposta: Perfil Descritivo Otimizado (PDO)**

Essa metodologia sugere que depois de determinar os atributos a serem avaliados, uma sessão de apresentação dos materiais de referência é realizada para familiarizar os avaliadores com as normas que definem os extremos da escala não estruturada, com o objetivo de padronizar o processo de avaliação. No momento da avaliação final das amostras, os materiais de referência deve também estar presente na cabina de colheita de amostras, permitindo que os avaliadores semi treinados para comparar as amostras com os materiais de referência. A estrutura desse teste (amostras apresentadas de uma vez e a presença de materiais de referência) permite aos avaliadores semi classificar os produtos e consistentemente para a informação quantitativa.

### **3.5.2 Recrutamento de candidatos avaliadores**

Cinquenta questionários de recrutamento (anexo A) foram distribuídos para aqueles que demonstraram interesse em participar nos testes sensoriais. Os candidatos recrutados para a pré-seleção apresentaram disponibilidade, afinidade para o produto sob avaliação, a compreensão dos termos descritivos, não possuíam condições de saúde que pudessem comprometer as análises e a capacidade de trabalhar com uma escala não estruturada. A capacidade de trabalhar com escalas não estruturadas foi avaliada por meio de testes, utilizando figuras com diferentes níveis de enchimento, tal como proposto por Meilgaard, Civille e Carr (2006). A variação máxima de 10% do valor correto foi aceito.

### **3.5.3 Pré-seleção**

Para avaliar a capacidade de discriminação sensorial dos candidatos, uma série de quatro testes diferenciais mundial (teste triangular) foi aplicada. O critério de seleção foi a afirmação de 75% dos testes, tal como recomendado por Meilgaard, Civille e Carr (2006). Uma das marcas comerciais locais de sorvete de goiaba, com tempos de estocagem de 24 h sem oscilação de temperatura e 40 dias em freezer expositor da loja própria, foi utilizada para construir uma série de testes de diferenciação de textura (uma amostra com muitos cristais grandes e outra sem recristalização). Nos ensaios preliminares, esses produtos apresentaram uma diferença significativa ( $p < 0,05$ ).

### **3.5.4 Determinação da terminologia descritiva e definição do material de referência**

O desenvolvimento da terminologia descritiva foi realizada por treze julgadores pré-selecionados. A técnica de uma lista anterior foi usada para fornecer suporte à aquisição atributos sensoriais, como recomendado por Damásio e Costell (1991). Assim, a discussão aberta sob a supervisão de um moderador foi usado para determinar os atributos que caracterizaram as amostras e eram objetos do estudo em questão, utilizando uma lista anterior de termos descritivos para sorvete. Os julgadores foram divididos em dois grupos para a sessão aberta, com o objetivo de facilitar a discussão e suscitar opiniões. As quatro formulações foram apresentadas juntamente com a lista de termos descritivos. Foram separados somente dois atributos para compor o formulário de teste em relação ao efeito desejado quando da adição de farinha de linhaça dourada devido ao objetivo deste estudo. Os atributos determinados foram a arenosidade para comparação com os dados de reologia, textura, derretimento,

overun, cristalização e recristalização e o sabor de linhaça para comparação com os mapas de preferência dos consumidores. Numa sessão posterior, definidos os julgadores, foram apresentados cada termo sensorial e os materiais de referência representando os extremos na escala não estruturada de 9 cm (anexo B). Os juízes também foram solicitados a completar uma ficha de avaliação que continha uma escala de 9 cm desestruturada associado a cada atributo sensorial e ancorado nas extremidades (fraca ou forte) em relação aos dois atributos selecionados.

### **3.5.5 Familiarização dos juízes com o material de referência**

A sessão de familiarização dos julgadores com os materiais de referência foi realizada separadamente para cada atributo. Os julgadores foram instruídos a ler a definição do atributo e, em seguida, analisar o material correspondente para padronizar o estímulo sensorial correspondente a cada um dos atributos estudados, evitando erros na interpretação dos atributos e padronizar o processo de avaliação.

### **3.5.6 Avaliação das amostras**

Nesta metodologia, foi proposto que os materiais de referência devem estar presentes no momento da avaliação do produto final, permitindo aos julgadores comparar as amostras com as referências. Devido aos julgadores precisarem provar apenas dois atributos e as referências (fortes e fracos) e da característica de ser um atributo físico (arenosidade) e outro atributo de paladar, não promove fadiga sensorial, sendo possível a análise dos dois atributos determinados em conjunto. Cinco sessões de julgamento foram realizadas a partir do dia após o congelamento e a cada semana no mesmo dia e horário.

A avaliação das quatro amostras devidamente rotuladas foi realizada utilizando o design equilibrado Block (BBD), em que cada julgador avaliou todas as formulações. A apresentação de todas as amostras simultaneamente permite a comparação entre os produtos e facilita a avaliação pelos julgadores, permitindo uma melhor alocação de amostras na escala não estruturada (ISHII; CHANG; O'MAHONY, 2007).

As amostras referentes às quatro formulações foram apresentadas em copos plásticos de 50 mL, acondicionadas em suportes de poliestireno expandido de seis seções codificadas com números aleatórios de três dígitos nas quatro seções internas e nas duas seções externas, sendo que na seção esquerda foi marcada como "fraco" e, na direita, "forte", sendo cada amostra constituída de 30g de *sherbet*, com temperatura entre -8 °C e -10 °C (KEMP; HOLLOWOOD; HORT, 2009; STONE; SIDEL, 2012). Os procedimentos foram conduzidos em cabines individualizadas, sob luz branca equivalente à do dia.

Os scores obtidos por cada um dos juízes foram digitados em planilhas do Excel e analisados no programa SAS com duas fontes de variação para cada amostra (amostra e julgador), antes e após cada uma semana de ciclos de temperatura. Após a obtenção da listagem geral de todos os dados de "arenosidade" e de "sabor de linhaça", foi realizada uma análise descritiva por amostra (amostra x julgador) e uma análise descritiva por julgador (julgador x julgador) para comprovação da especificação de qualidade e eliminação dos dados de julgadores fora dos parâmetros estabelecidos.

### **3.6 Análise sensorial mapa de preferência e intenção de compra**

Foi realizada com a participação de 121 provadores não treinados e após o décimo quarto dia das amostras sob ciclos de temperatura. Os provadores foram convidados entre os alunos, professores e servidores do Departamento de

Ciência dos Alimentos da Universidade Federal de Lavras. Primeiramente, foi entregue o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE) e questionado verbalmente se o provador possuía intolerância à lactose. Se negativa a resposta, se recolheu o TCLE após sua leitura e assinatura. As amostras referentes às formulações foram apresentadas em copos plásticos de 50 mL, acondicionadas em suportes de poliestireno expandido, com quatro seções codificadas com números aleatórios de três dígitos, sendo cada amostra constituída de 30 g de *sherbet*, com temperatura entre -8 °C e -10 °C (KEMP; HOLLOWOOD; HORT, 2009; STONE; SIDEL, 2012). Os procedimentos foram conduzidos em cabines individualizadas, sob luz branca equivalente à do dia. O teste de aceitação foi realizado utilizando-se escala hedônica estruturada mista de nove pontos (variando de 1 = desgostei extremamente a 9 = gostei extremamente), cujos provadores avaliaram os atributos aparência, sabor, textura e aceitação global. Por sua vez, a intenção de compra foi analisada, por meio de escala estruturada mista de cinco pontos (variando de 1 = certamente não compraria a 5 = certamente compraria), segundo Meilgaard, Civille e Carr (2006). Os resultados foram avaliados utilizando análise de variância (ANOVA) e um mapa de preferência vetorial por meio do Programa SensoMaker (PINHEIRO; NUNES; VIETORIS, 2013).

### **3.7 *Overrun***

O *overrun* foi determinado de acordo com o método descrito por Whelan et al. (2008). Volumes iguais (50 mL) de mistura base e de sorvete foram pesados e o *overrun* foi calculado, conforme a Equação 7.

Foi avaliada a capacidade de incorporação de ar de cada tratamento. O tempo em que a mistura ficou no interior da produtora foi fixo para todos esses

tratamentos. O percentual de overrun foi calculado de acordo com metodologia descrita por Pereira et al. (2011) e Giarola, Pereira e Resende (2015).

$$\% \textit{Overrun} = \frac{(\textit{Massa da calda} - \textit{Massa do sorvete})}{\textit{Massa do sorvete}} \times 100 \quad (7)$$

As medidas de incorporação de ar foram realizadas em triplicata, após o batimento na produtora de superfície raspada.

Os dados foram analisados no programa estatístico SAS<sup>®</sup> (*Statistical Analysis System*) e a análise de variância foi realizada pelo teste de Duncan, a 95% de confiança.

### 3.8 Textura

A análise de firmeza foi conduzida em um texturômetro (TA-XT2i, Texture Tech. Corp., Scarsdale, USA), usando-se o acessório *Knife Edge* (HDP/B50). As dimensões da *probe* foram: 0,3 cm de espessura (extremidade sem corte); 7 cm de comprimento e 10 cm de altura. Antes da realização dos testes, as amostras de sorvete foram transferidas para um freezer a -10 °C e mantidas nessa temperatura durante 24 horas. As condições de análise foram as seguintes: distância de penetração de 60 mm; velocidade da probe antes e durante a penetração de 2 mm s<sup>-1</sup> e velocidade da probe após a penetração de 10 mm s<sup>-1</sup>. Todos os dados obtidos foram analisados com o auxílio do *software* Exponent Lite (Stable Micro Systems, Godalming, UK). A firmeza foi medida como a força de compressão máxima (N), durante a penetração da *probe*, na amostra (AIME et al., 2001).

Para a análise estatística, utilizou-se neste caso o pacote R DEVELOPMENT CORE TEAM (2015). O teste foi realizado em triplicata.

### 3.9 Temperatura de derretimento e nucleação

As temperaturas de derretimento e nucleação foram determinadas, usando-se um calorímetro diferencial de varredura (DSC-60A, Shimadzu, Tokyo, Japan) conectado a um computador para o tratamento simultâneo dos dados. O controle de temperatura do sistema foi realizado com nitrogênio líquido. O instrumento foi calibrado para temperatura e fluxo de calor com índio ( $T = 156,6 \pm 6 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $\Delta H = -30,25 \text{ J/g}$ ) e zinco ( $T = 28,5 \pm 1,5 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $\Delta H = 104,71 \text{ J/g}$ ).

Aproximadamente 3 mg de amostra foram transferidos para um cadinho que, em seguida, foi hermeticamente fechado. O protocolo de temperatura utilizado foi o seguinte: as amostras foram equilibradas a  $30^\circ\text{C}$  e resfriadas a  $-80^\circ\text{C}$  e novamente aquecidas de  $-80^\circ\text{C}$  a  $30^\circ\text{C}$  a uma taxa de  $5^\circ\text{C min}^{-1}$ .

Os dados foram avaliados por análise de variância (ANAVA), seguida de regressão em casos significativos ( $p < 0,05$ ). Essas análises foram realizadas por meio do *software* Sisvar, versão 5.4 *Build* 80 (FERREIRA, 2010).

### 3.10 Resistência ao derretimento

Para o teste de resistência ao derretimento, 51 g de cada tratamento dos *sherbets* foram armazenados em potes de 100 mL. Um dia antes da realização dos testes, as amostras foram transferidas para um freezer a  $-10^\circ\text{C}$ , onde permaneceram por um período de 12 horas. As amostras de sorvete (51 g) foram removidas dos potes em que estavam contidas e colocadas em uma peneira de aço (abertura de 0,3 cm x 0,3 cm), no topo de um funil, que foi anexado a uma proveta (Figura 10). Os testes foram realizados em uma sala com temperatura controlada ( $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ). O peso do material que passou por meio da peneira foi

anotado a cada 5 minutos durante um intervalo de 85 minutos e o peso de material derretido foi plotado em função do tempo (SOUKOULIS; CHANDRINOS; TZIA, 2008; TOSAKI et al., 2009; PEREIRA et al., 2011).



Figura 7 Equipamentos utilizados na avaliação da resistência ao derretimento

Gráficos representando a massa derretida como função do tempo antes e ao final dos ciclos de temperatura (28 dias) foram traçados, com verificação da equação de melhor ajuste às curvas. Para isso, foi utilizado o pacote estatístico R CORE TEAM (2015). O teste foi realizado em triplicata.

### 3.11 Cristalização e recristalização do gelo

Para a avaliação da cristalização inicial e recristalização do gelo, foram realizados experimentos com variação de temperatura, em que as amostras foram transferidas da armazenagem (-25 °C) para um freezer (-20 °C), programado para simular variações de temperatura em que as amostras foram mantidas à temperatura de -20 °C/12 h, aquecidas à temperatura de -10 °C/12h, resfriadas a -20 °C/12h e novamente aquecidas a -10 °C/12h (totalizando um ciclo de variação de temperatura em 48h). Esse ciclo foi repetido 14 vezes para cada amostra, adaptado de Regand e Goff (2006) e analisados todos os tratamentos a cada sete dias, a partir do primeiro dia após a produção e congelamento dos *sherbets*.

As amostras de cada tratamento foram coletadas (cubos de aproximadamente 3mm<sup>3</sup>) e espalhadas em lâminas para microscopia (-10 °C).

Após espalhamento das amostras nas lâminas, gotas de iso-amil-butanol (previamente resfriado a -10 °C) foram usadas para dispersar os cristais de gelo presentes nas amostras dos *sherbets*. As lâminas foram cobertas com lamínulas colocadas sobre um *cold stage* de fabricação própria (Figura 10b), por onde passa nitrogênio líquido. Esse equipamento foi construído no laboratório.

As imagens dos cristais de gelo dispersos nas lâminas de cada tratamento e em cada semana dos ciclos de temperatura foram obtidas usando uma câmera de vídeo (Cole-Palmer 49901-35, Cole-Palmer, Vernon Hills, USA), acoplada a um microscópio fotônico (Meiji ML 5000, Meiji Techno América, Santa Clara, USA). As imagens de campo claro obtidas foram tratadas, e medidas dos cristais de gelo foram realizadas usando um software livre (*Image J*) e tabuladas em planilhas eletrônicas para posterior análise estatística do diâmetro de Feret dos cristais de gelo.

A Figura 8 ilustra o microscópio (a) e o *cold stage* (b) utilizado para captura das imagens.

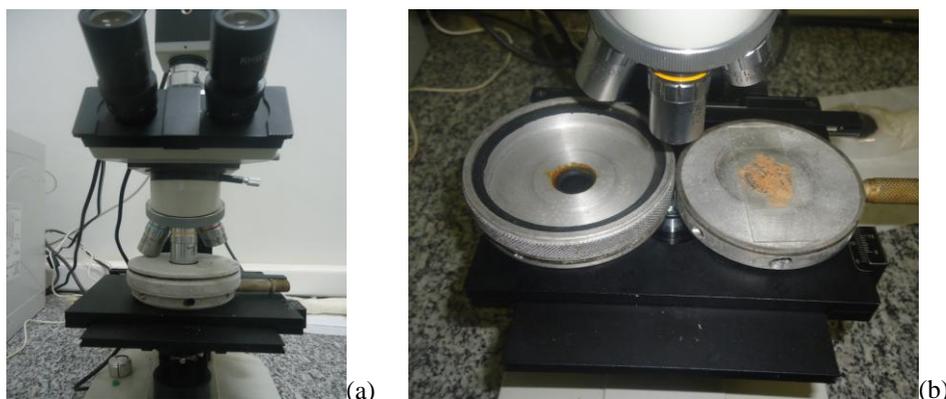


Figura 8 Microscópio (a) e *cold stage* (b) utilizados na captura das imagens de cristais de gelo

Para o processamento e análise das imagens, foi utilizado o programa *ImageJ* (*National Institutes of Health*).

A análise típica inclui determinar onde as bordas de um objeto são, contando objetos semelhantes, calculando a área, perímetro, comprimento e outras medidas úteis de cada objeto. Uma abordagem comum é criar uma máscara de imagem que inclui apenas os pixels que correspondem a determinados critérios; em seguida, executar operações de digitalização simples sobre a máscara resultante, para ser possível realizar as análises necessárias.

### 3.11.1 Processamento de imagem

Foram escolhidas três imagens de cada tratamento em cada tempo de análise estipulado. Depois de aberta, cada imagem foi processada utilizando os seguintes recursos do programa:

Primeiramente foi aberta uma imagem de uma régua micrometrada realizada no aumento total de quarenta vezes, mesmo aumento utilizado na aquisição das imagens de cristais de gelo. A imagem da régua foi utilizada para se estabelecer o conjunto da escala onde a escala em pixels corresponde ao tamanho em micrometros, sendo estabelecido, na medição da régua, que a distância de 243,0005 pixels corresponde à distancia de 500  $\mu\text{m}$  nas imagens dos cristais. Posteriormente, realizou-se o tratamento e a análise nos parâmetros estabelecidos. As imagens capturadas dos cristais em RGB foram duplicadas e a imagem foi convertida para 8 bits. As imagens então foram ajustadas quanto ao brilho/contraste.

Utilizou-se então o recurso "*threshold*" para tons de cinza, estabelecendo-se o valor de 200 em brilho para todas as imagens. Posteriormente foram processadas e binarizadas, se convertendo-se as imagens brilhantes em negras num fundo branco. O recurso "*fill holes*" foi utilizado para corrigir defeitos no interior dos cristais e o recurso "*watershed*" para corrigir sobreposição de cristais. Ele corrige o viés devido a grandes recursos, sendo mais susceptível de interceptar a aresta do campo e ser incomensurável. As imagens binárias foram então medidas quanto à área, desvio padrão, diâmetro de Feret e perímetro.

Os dados de interesse foram colados em planilhas do Excel 2011 e foram calculados quanto à média da área e perímetro, diâmetro de Feret entre cada período de coleta de dados após ciclos de temperatura. Primeiramente, as distribuições de tamanho de cristais de gelo foram caracterizados pelo modelo logístico com uma distribuição cumulativa de diâmetros equivalentes, como descrito anteriormente por Flores e Goff, (1999 a, b) adaptado para a obtenção do diâmetro dos cristais de gelo a 50% da distribuição cumulativa de amostra (D. Feret). A taxa de recristalização foi calculada como a inclinação da regressão

linear da curva representada graficamente com os valores do diâmetro de Feret em cada semana, após os ciclos de temperatura.

### 3.11.2 Delineamento experimental

Os cristais foram então medidos quanto à área, desvio padrão, centro de massa, perímetro, diâmetro de Feret, compacidade e circularidade. Foram analisadas três fotos de cada tratamento em cada tempo de análise e medidos quinhentos cristais de cada foto; realizou-se a média entre as medidas de cristais de gelo de cada tratamento em cada tempo.

O foi realizado o estudo do tamanho dos cristais de gelo (DFeret) e sua distribuição de cada tratamento em função dos ciclos de temperatura e o estudo da recristalização e taxa de crescimento dos cristais de gelo do tempo 0 e a cada semana até 28 dias. A taxa de crescimento dos cristais de gelo foi calculada conforme adaptação de Regand e Goff (2006) e está representada na equação 10:

$$Tx \text{ de crescimento}(\%) = \frac{(D.Feret \text{ após o ciclo} - D.Feret \text{ antes do ciclo}) \times 100}{D.Feret \text{ antes do ciclo}} \quad (10)$$

### 3.11.3 Análises estatísticas

As planilhas plotadas para o Excel foram analisadas no pacote R CORE TEAM (2015).

## 3.12 Caracterização do comportamento reológico de escoamento

As curvas de escoamento das misturas base foram realizada a 5 °C, sendo essa a temperatura utilizada durante a maturação no processamento dos

*sherbets*. As medidas foram realizadas logo após o período de maturação ( $24 \pm 2$  horas) e a cada 7 dias ou 3,5 ciclos de temperatura.

Para eliminar a influência do tempo no comportamento do escoamento das misturas e dos sorvetes, todas as amostras foram submetidas a uma faixa de taxa de deformação de  $0-300 \text{ s}^{-1}$  durante 2 minutos para rampa de subida quanto para rampa de descida, objetivando a quebra da tixotropia. Os dados experimentais de tensão de cisalhamento e taxa de deformação foram ajustados aos modelos reológicos de lei de Newton e lei de Potência.

Para determinação das características reológicas das misturas dos *sherbets*, após a maturação e dos *sherbets* após processamento, foi utilizado um reômetro oscilatório HAAKE MARS ReoStress 6000 (Modular Advanced Reometer System, Thermo Scientific, Alemanha) equipado com um banho termostático (HAAKE A10, Thermo Scientific, Alemanha), utilizando o conjunto de sensor de geometria de cilindro (CCB25 DIN e CC25 DIN Ti) para todas as amostras. O copo do conjunto possui um diâmetro de  $D_1 = 27,201 \text{ mm}$  e o rotor possui as seguintes especificações: volume da amostra de  $16,1 \text{ mL}$ ,  $L = 37,603 \text{ mm}$ ;  $D = 25,079$  e um ângulo do cone de  $\beta = 120^\circ$ . A Figura 9 ilustra a estação reológica utilizada.

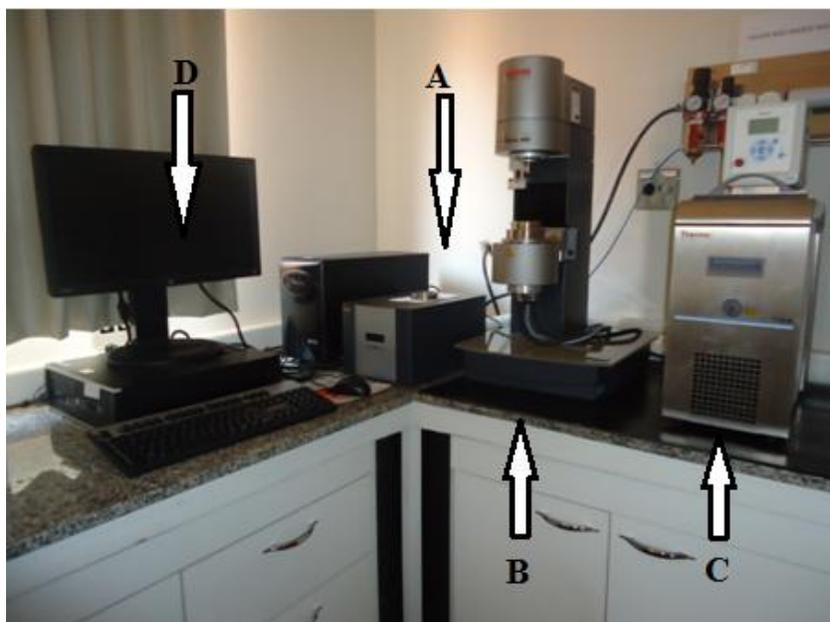


Figura 9 Estação de reologia onde A é o controlador de temperatura, B reômetro rotacional, C banho termostático e D Sistema Computacional de captura de dados

Os *sherbets* foram analisados à temperatura de  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , sendo armazenados nessa temperatura por 12 horas permitindo a homogeneidade da temperatura na amostra e garantindo a estabilidade da temperatura.

As medidas de tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e a viscosidade aparente ( $\eta_a$ ) foram realizadas aplicando uma rampa contínua de taxa de deformação ( $\dot{\gamma}$ ) na faixa de 0 a  $300\text{ s}^{-1}$  durante 2 min. As medidas foram tomadas a cada 1,2 s, totalizando 100 pontos.

Antes de cada experimento, a quebra da tixotropia das misturas e dos *sherbets* foi realizada também aplicando uma rampa contínua de taxa de deformação ( $\dot{\gamma}$ ) na faixa de 0 a  $300\text{ s}^{-1}$  durante 2 minutos, para a rampa de subida e 2 minutos para a rampa de descida.

Os dados reológicos obtidos foram ajustados aos modelos mostrados na Tabela 2.

Tabela 2 Modelos Reológicos de fluidos newtonianos e não newtoniano independente do tempo.

MODELO	EQUAÇÃO
<b>Newtoniano</b>	$\tau = \mu \cdot \dot{\gamma}$ (8)
<b>Lei da Potência</b>	$\tau = K(\dot{\gamma})^n$ (9)

Em que  $\tau$  = tensão de cisalhamento (Pa);  $\dot{\gamma}$  = taxa de deformação ( $s^{-1}$ );  $\mu$ = viscosidade (Pa.s);  $K$ = índice de consistência (Pa.s<sup>n</sup>) e  $n$ = índice de comportamento ao escoamento (adimensional).

O valor da viscosidade aparente ( $\eta_{50}$ ) foi calculado tomando por base a taxa de deformação de  $50 s^{-1}$ , na qual os estímulos orais associados com a percepção de viscosidade em produtos de baixa viscosidade são geralmente desenvolvidos (AKHTAR; MURRAY; DICKINSON, 2006).

Para ajustar os modelos aos dados experimentais, foi utilizado o pacote R CORE TEAM (2015). A qualidade do ajuste do modelo foi verificada segundo o nível de significância (p) e o coeficiente de determinação ( $R^2$ ).

### 3.12.1 Testes oscilatórios

Para determinação das propriedades viscoelásticas dos *sherbets*, foi utilizado um reômetro oscilatório HAAKE MARS ReoStress 6000 (Modular Advanced Reometer System, Thermo Scientific, Alemanha), equipado com um banho termostático (HAAKE A10, Thermo Scientific, Alemanha), utilizando-se o sensor de geometria de placas paralelas (PP35) com gap de 1mm para todas as amostras. Esse sensor possui volume da amostra de 1,0 mL.

A região de viscoelasticidade linear de cada formulação foi determinada por meio da aplicação de uma varredura de tensão (1 a 100 Pa), à frequência constante de 1 Hz à temperatura de -10 °C. Todos os testes foram realizados em duplicata.

No teste oscilatório, foi aplicada uma varredura de frequência (0,01 Hz a 10 Hz) a uma tensão constante e à temperatura de -10 °C referente à temperatura na qual o sorvete foi servido. Os valores dos componentes elástico ( $G'$ ) e viscoso ( $G''$ ) foram calculados usando o software Haake RheoWin Data Manager. Antes dessa análise, as amostras foram mantidas em repouso, no sensor, por 5 minutos para estabilização da temperatura e rearranjo estrutural a exatamente -10 °C.

Também foi realizada uma varredura de temperatura (de -10 °C a 5 °C), a frequência de 1 Hz e a uma taxa de aquecimento de 0.5 °C/min, para verificar o comportamento viscoelástico dos *sherbets* em função da temperatura. Para a realização desta análise as amostras também foram mantidas em repouso, no sensor, por cinco minutos para estabilização da temperatura e rearranjo estrutural a exatamente -10 °C.

Para as análises estatísticas dos resultados, utilizou-se o valor de  $G'$  e  $G''$  na frequência de 1Hz (ADAPA et al., 2000), visto que o consumo de sorvete está relacionado a baixas frequências de oscilação.

### **3.12.1.1 Análise estatística**

O efeito do teor de farinha de linhaça dourada nas análises reológicas foi avaliado por análise de regressão simples, regredindo-se as variáveis respostas em função dos teores de farinha de linhaça dourada e tempo de estocagem sob ciclos de temperatura, em seus componentes lineares e quadráticos, para a escolha do modelo de regressão que melhor descrevesse as variações, de acordo com o teste de Tukey, avaliando-se também o ajustamento. Por último, foi calculado o coeficiente de correlação  $R^2$ . As análises para o ajuste dos modelos foram realizadas utilizando o software SAS (*Statistical Analysis System*), versão 9.1.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **4.1 Análises microbiológicas**

Todas as formulações apresentaram presença inferior a 5 UFC/g para os microrganismos coliformes totais e termotolerantes, *Staphylococcus* coagulase negativa e ausência de *Salmonella*, atendendo aos padrões microbiológicos estabelecidos pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Ministério da Saúde, Resolução RDC N°12, de 02 de Janeiro de 2001.

Desse modo, os resultados indicaram que o preparo dos *sherbets* foi realizado atendendo às Boas Práticas de Fabricação (BPF), possibilitando a utilização dos produtos nas análises sensoriais. Também mostra que se as BPF forem seguidas, o produto apresenta qualidade/segurança sanitária durante o período de armazenamento e tem condições de ser processado de maneira satisfatória em termos sanitários.

### **4.2 Análises físico-químicas**

As Tabelas 3 e 4 mostram os resultados para as análises de composição centesimal para todas as formulações testadas.

Tabela 3 Valores médios, desvio padrão e análise de variância para os componentes centesimais dos diferentes tratamentos de *sherbets*.

Trat.	Umidade (%)	Extrato Etéreo (%)	Proteína (%)	Carboidrato (%)	M. S. Mat. Integral (%)	Matéria Seca (%)
T0	72,00±0,10 <sup>a</sup>	1,83±0,07 <sup>a</sup>	5,88±0,67 <sup>a</sup>	19,55±0,47 <sup>a</sup>	2,01±0,10 <sup>a</sup>	28,00±0,12 <sup>a</sup>
T1	72,00±0,10 <sup>a</sup>	1,88±0,01 <sup>a</sup>	6,76±0,16 <sup>a</sup>	18,53±0,23 <sup>a</sup>	1,99±0,09 <sup>a</sup>	28,00±0,10 <sup>a</sup>
T2	72,33±2,07 <sup>a</sup>	1,91±0,01 <sup>a</sup>	7,04±0,42 <sup>a</sup>	17,83±0,02 <sup>a</sup>	2,08±0,07 <sup>a</sup>	27,67±2,08 <sup>a</sup>
T3	69,67±0,14 <sup>a</sup>	1,95±0,03 <sup>a</sup>	7,27±0,71 <sup>a</sup>	19,85±0,86 <sup>a</sup>	2,10±0,02 <sup>a</sup>	30,33±0,86 <sup>a</sup>

T0–*sherbet* com 0% FLD; T1 –*sherbet* com 1% FLD; T2 –*sherbet* com 2% FLD; T3 –*sherbet* com 3% FLD

Não houve diferença significativa entre os componentes centesimais demonstrados na Tabela 3 e, portanto, os gráficos não foram construídos.

Tabela 4 Valores médios, desvio padrão e análise de variância para Cinzas (%), pH e ácido cítrico (%) dos diferentes tratamentos de *sherbets*.

Tratamentos	Cinzas (%)	pH	Ácido Cítrico (%)
T0	0,155±0,001 <sup>a</sup>	4,85±0,01 <sup>a</sup>	0,589±0,04 <sup>a</sup>
T1	0,156±0,005 <sup>a</sup>	4,93±0,01 <sup>b</sup>	0,598±0,01 <sup>a</sup>
T2	0,162±0,018 <sup>a</sup>	5,00±0,01 <sup>c</sup>	0,649±0,01 <sup>b</sup>
T3	0,195±0,004 <sup>b</sup>	5,08±0,01 <sup>d</sup>	0,691±0,00 <sup>b</sup>

T0 –*sherbet* com 0% FLD; T1 –*sherbet* com 1% FLD; T2 –*sherbet* com 2% FLD; T3 –*sherbet* com 3% FLD

Os critérios usados para avaliar esses dados experimentais foram a significância das estimativas dos parâmetros (nível de confiança de 90%) e os coeficientes de determinação ( $R^2 > 75\%$ ) entre as respostas observadas e os valores estimados para o modelo ajustado. O valor de  $R^2$  para o parâmetro cinza, mostrado na Tabela 4, indica que somente houve influência da adição de FLD no tratamento T3 contendo 3% de FLD. Em relação ao pH, os resultados mostram que todos os tratamentos diferem entre si, comprovando que a adição de FLD aumenta o pH dos tratamentos gradativamente. Tal resultado sugere que a FLD

tem a capacidade de neutralizar a acidez dos *sherbets*, dependendo do nível de adição, sendo diferente significativamente entre os tratamentos T0/T1 e T2/T3.

A Figura 10 demonstra a regressão realizada para o parâmetro resíduo mineral na matéria integral (cinzas) entre os tratamentos, apresentando um  $R^2$  de 0,978.

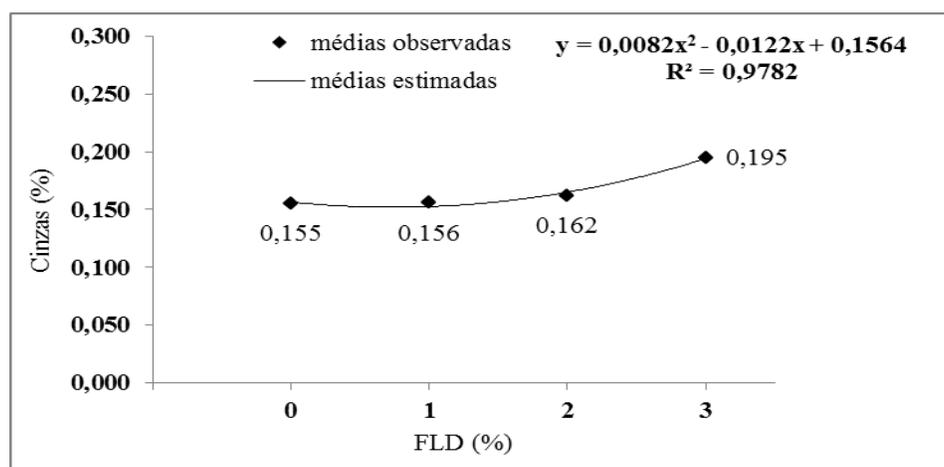


Figura 10 Representação gráfica e coeficiente de regressão do teor de cinzas dos tratamentos dos *sherbets*

O gráfico demonstra que somente houve influência do teor de FLD para o tratamento T3, o que era esperado, devido à crescente adição de FLD.

As Figuras 11 e 12 representam os gráficos e os coeficientes de regressão de pH e de % de acidez para os tratamentos dos *sherbets*.

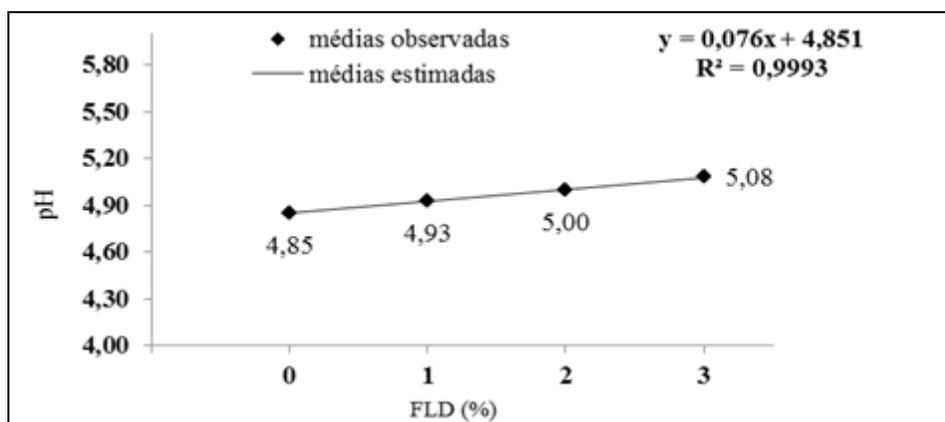


Figura 11 Representação gráfica e coeficiente de regressão do pH dos tratamentos de *sherbet*

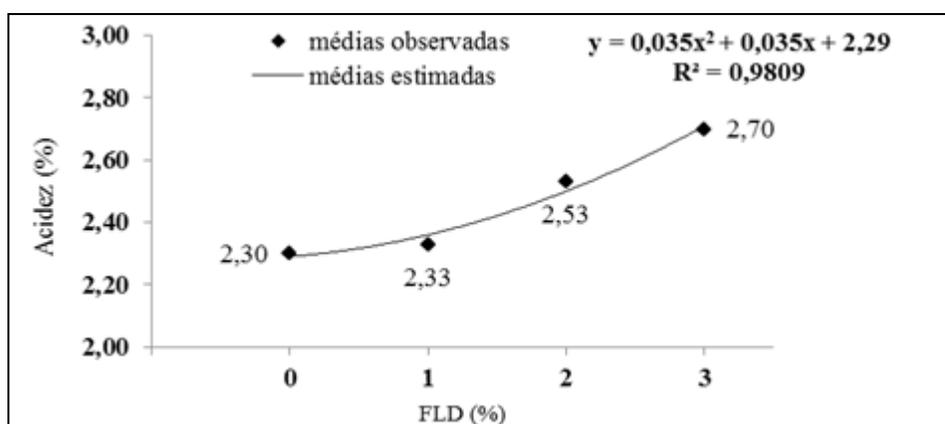


Figura 12 Representação gráfica e coeficiente de regressão da porcentagem de acidez dos tratamentos dos *sherbets*

Observa-se que o aumento da adição da FLD aumenta os valores de pH e % de acidez. De acordo com Pereira et al. (2011) é importante o pH em que as emulsões são feitas nos respectivos estudos, pois esses fatores influenciam fortemente as propriedades funcionais de proteínas. Os resultados demonstram que a proporção de proteínas solúveis e demais compostos presentes na FLD aumentaram significativamente esses valores e influenciou também em outros aspectos estudados.

### 4.3 Análise sensorial PDO

Houve a existência de interação, indicando que havia pelo menos dois julgadores avaliando as amostras de forma diferente da equipe, dessa forma, foram eliminados os dados dos julgadores 8 e 10 por estarem fora da especificação de qualidade e para o melhor ajuste dos dados.

Os resultados da PDO foram analisados por meio do pacote estatístico SAS com duas fontes de variação (tratamento e julgador), interação tratamento x julgador e julgador x julgador. Ambos os atributos avaliados apresentaram efeito significativo ( $p < 0,05$ ). Os resultados obtidos foram plotados em planilhas do programa livre QtiPlot. O Qtiplot é um software livre (*open source*) para análise de dados.

Os escores médios obtidos pelos julgadores treinados, ao longo de cinco períodos e após os ciclos de temperatura de cada semana, estão demonstrados nas Figuras 13 e 14. A Figura 13 representa o atributo arenosidade.

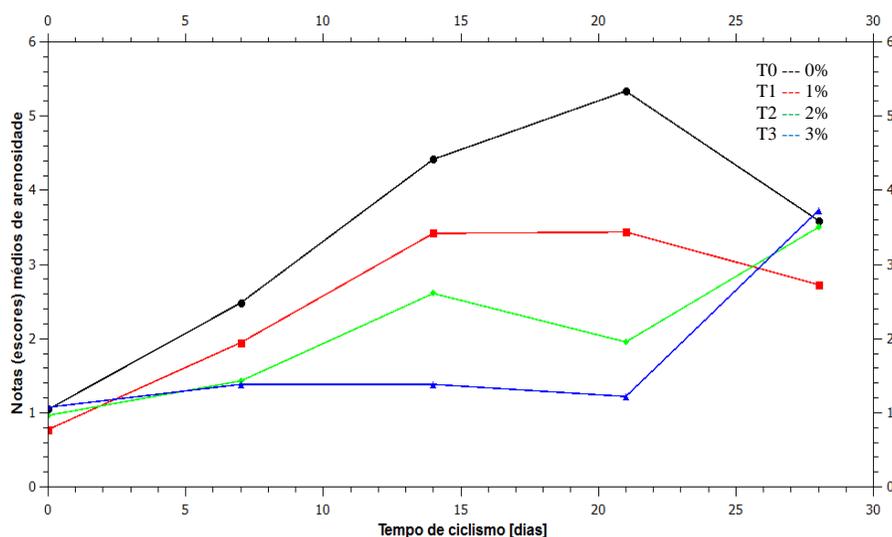


Figura 13 Escores médios do atributo arenosidade dos tratamentos em cinco momentos durante os ciclos de temperatura aos 0, 7, 14, 21 e 28 dias

Observa-se que no primeiro dia após o congelamento e no início dos ciclos de temperatura, obtiveram escores entre semelhantes entre os julgadores, próximos à amostra de referência como "fraco". Após a primeira semana de ciclos de temperatura, o efeito emulsificante e/ou estabilizante da farinha de linhaça dourada se pronuncia crescentemente em relação à proporção da adição de FLD. Nota-se claramente que esse efeito é persistente até o vigésimo primeiro dia, sendo que ao final dos ciclos de temperatura, aos 28 dias de armazenagem, os tratamentos T0, T2 e T3 obtiveram escores semelhantes e o tratamento T1, contendo 1% de FLD, apresentou uma maior linearidade ao longo do tempo e obteve o melhor escore no final do tempo estipulado. As propriedades funcionais das proteínas da linhaça têm capacidade emulsificante e espumante e são compatíveis com as de outras proteínas de semente oleaginosas (RABETAFIKA et al., 2011).

A Figura 14 representa os escores obtidos entre os julgadores em relação ao atributo "sabor de linhaça".

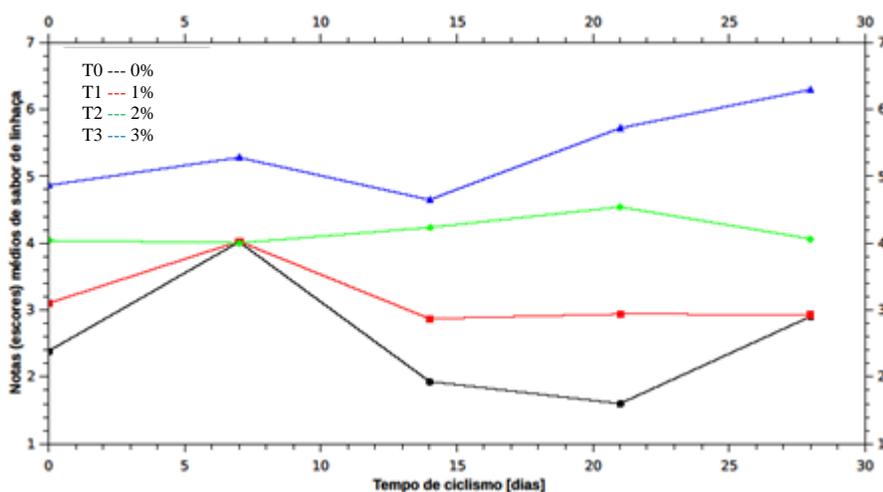


Figura 14 Escores médios do atributo sabor de linhaça em cinco momentos durante os ciclos de temperatura, aos 0, 7, 14, 21 e 28 dias

Observou-se que, no primeiro dia, os juízes perceberam sabor de linhaça gradativamente com o aumento da percentagem de FLD.

Aos sete dias de ciclos de temperatura e com o primeiro aumento da arenosidade, principalmente dos tratamentos T0 e T1, a percepção do sabor de linhaça foi mascarado por esse atributo, exceto para o tratamento contendo a maior concentração de FLD. Nos dois próximos momentos, os dados demonstram que a percepção sensorial dos julgadores tem pouca alteração e estão dentro dos valores estimados, devido à crescente concentração da adição de linhaça. Após o último ciclo de temperatura, o resultado do tratamento T0 é semelhante ao encontrado para o tratamento T1, contendo 1% de FLD. Tal resultado sugere que o crescimento dos cristais de gelo mascaram a percepção da presença ou não da linhaça na proporção de 1%.

#### **4.4 Aceitação sensorial e intenção de compra**

Participaram da avaliação sensorial de aceitação e intenção de compra 127 consumidores, entre alunos, professores e técnicos administrativos da Universidade Federal de Lavras, que leram e assinaram o termo de consentimento e livre esclarecimento (TCLE). Os resultados foram analisados nos programas Sisvar e SENSOMAKER e estão demonstrados na Tabela 5 e nos gráficos 15 a 18, em relação a cada atributo estudado.

Tabela 5 Notas médias atribuídas pelos consumidores aos diferentes tratamentos de *sherbets* quanto aos atributos sensoriais e análise de variância, sendo T0 – *sherbet* com 0% FLD; T1 – *sherbet* com 1% FLD; T2 – *sherbet* com 2% FLD; T3 – *sherbet* com 3% FLD

Tratamentos	Aparência*	Sabor*	Textura*	Aspecto Global*	Intenção de Compra*
T0	7,09±1,35 <sup>a</sup>	6,96±1,47 <sup>b</sup>	7,21±1,48 <sup>b</sup>	7,01±1,32 <sup>c</sup>	3,59±1,13 <sup>b</sup>
T1	7,02±1,36 <sup>a</sup>	6,86±1,69 <sup>b</sup>	7,19±1,40 <sup>b</sup>	7,31±1,29 <sup>c</sup>	3,85±0,98 <sup>b</sup>
T2	6,88±1,41 <sup>a</sup>	6,23±1,75 <sup>a</sup>	6,65±1,75 <sup>a</sup>	6,61±1,44 <sup>b</sup>	3,17±1,14 <sup>a</sup>
T3	6,84±1,28 <sup>a</sup>	5,89±1,94 <sup>a</sup>	6,47±1,82 <sup>a</sup>	6,13±1,54 <sup>a</sup>	2,90±1,22 <sup>a</sup>

\*Médias seguidas de mesmas letras minúsculas na coluna não diferem entre si pelo teste Scott-Knott ( $p < 0,05$ ).

Os resultados demonstram que somente no atributo aparência não houve diferença significativa entre os tratamentos e o respectivo gráfico não foi construído.

A Figura 15 representa os resultados em relação ao atributo sabor.

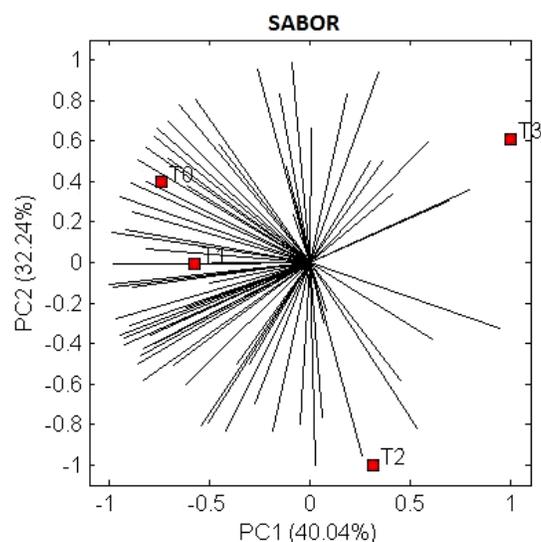


Figura 15 Distribuição gráfica do atributo sabor, em que T0, T1, T2 e T3 representam as porcentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

Os resultados demonstram que os tratamentos T0 e T1 contendo 0 e 1% de FLD foram os mais aceitos pela maioria dos consumidores. Marpalle, Sonawane e Arya (2014), estudando a substituição da farinha de trigo por farinha de linhaça marrom na produção de pães, concluiu que a adição de até 10% era aceitável pelos consumidores. O presente estudo demonstra que os tratamentos contendo 2 e 3% de FLD foram as que obtiveram os piores resultados; contudo, todos os tratamentos obtiveram escores médios entre 6 e 7 aproximadamente, ficando entre "gostei ligeiramente" e "gostei moderadamente". Dessa forma, todos os tratamentos obtiveram boa aceitação pelos consumidores.

Na Figura 16, estão representados os resultados obtidos em relação ao atributo textura, tal atributo está relacionado com o tamanho dos cristais de gelo presentes na amostra e é a principal característica estudada nessa etapa, pois se correlaciona com os dados obtidos no derretimento, *overrun*, textura, reologia, cristalização e recristalização do gelo.

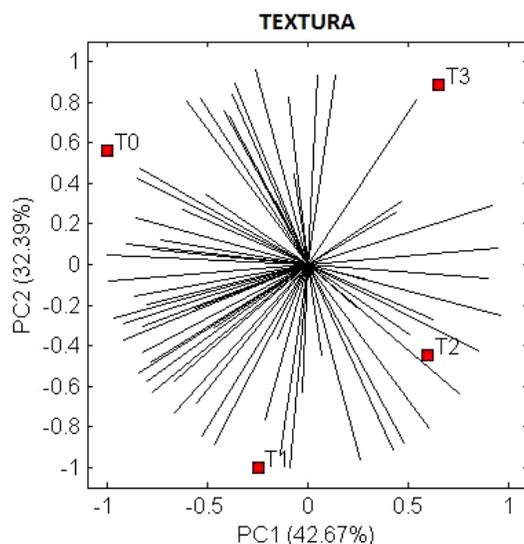


Figura 16 Distribuição gráfica do atributo textura em que T0, T1, T2 e T3 representam as porcentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

Os tratamentos T0 e T1 foram os preferidos pelos consumidores em relação à textura do produto. Tal resultado demonstra que a adição de FLD na proporção de 1% mantém as características do produto e foram mais bem aceitas pelos consumidores. As amostras T2 e T3 foram as menos preferidas neste importante atributo, demonstrando que a adição superior a 1% de FLD piora a aceitação dos *sherbets diet* fortificado com ferro.

Não foram encontrados na literatura artigos científicos da adição de FLD em sorvetes ou similares, dificultando a discussão em relação a outros trabalhos.

A Figura 17 demonstra a distribuição da preferência em relação ao atributo aspecto global. Tal atributo se refere à percepção geral em relação aos atributos experimentados anteriormente.

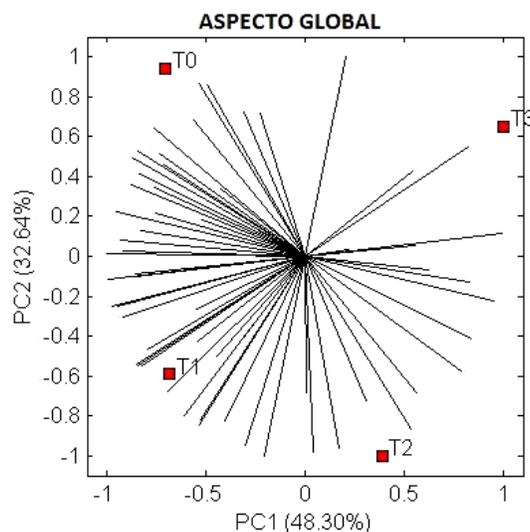


Figura 17 Distribuição gráfica do atributo aspecto global em que T0, T1, T2 e T3 representam as porcentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

Os resultados demonstram que os tratamentos T0 e T1 foram os que obtiveram os melhores scores, comprovando os resultados obtidos em relação

aos demais atributos. O tratamento T1 obteve maior média que o tratamento T0, apesar de serem estatisticamente iguais.

Na figura 18 está representada a distribuição da intenção de compra pelos consumidores.

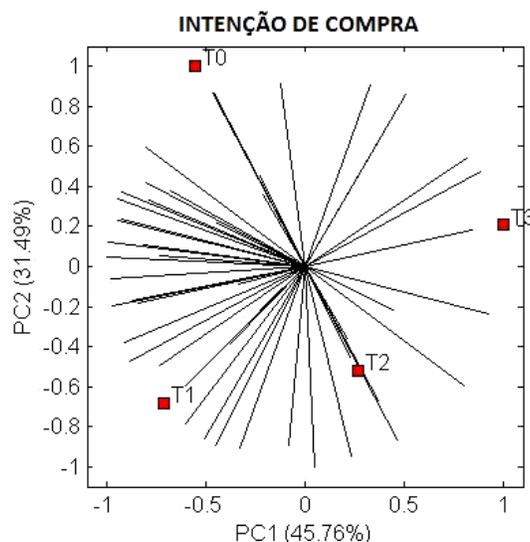


Figura 18 Distribuição gráfica da intenção de compra dos consumidores em que T0, T1, T2 e T3 representam as porcentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

O tratamento T1 foi aquele com maior intenção de compra, obtendo um escore médio próximo à nota 4, o que significa que os consumidores "provavelmente comprariam" o produto; contudo foi significativamente igual a T0. Os tratamentos T2 e T3 obtiveram a menor intenção de compra, ficando próximos à nota 3, representando que os consumidores "talvez comprassem/talvez não comprassem" o produto. Tal resultado corrobora para se concluir que, para os consumidores, a adição de farinha de linhaça dourada até a proporção de 1% melhora os atributos sensoriais do produto em estudo. Rabatafika et al. (2011) concluíram que a vantagem de proteínas de linhaça, comparadas outras proteínas de origem vegetal, decorre da sua associação com a

mucilagem, um co produto na semente de linhaça, que pode aumentar suas propriedades na formulação de alimentos.

#### 4.5 Overrun

O ar em sorvetes fornece uma textura mais suave e influencia as propriedades físicas de derretimento e textura (SOFJAN; HARTEL, 2004). Diversos fatores são determinantes para o desenvolvimento de bolhas de ar em sorvetes, como a força de cisalhamento, aplicada durante o congelamento, a viscosidade da matriz não congelada, o tamanho e o grau de coalescência parcial dos glóbulos de gordura (CHANG; HARTEL, 2002 a; b).

A Figura 19 mostra a incorporação de ar nos tratamentos após o batimento dos *sherbets* na produtora.

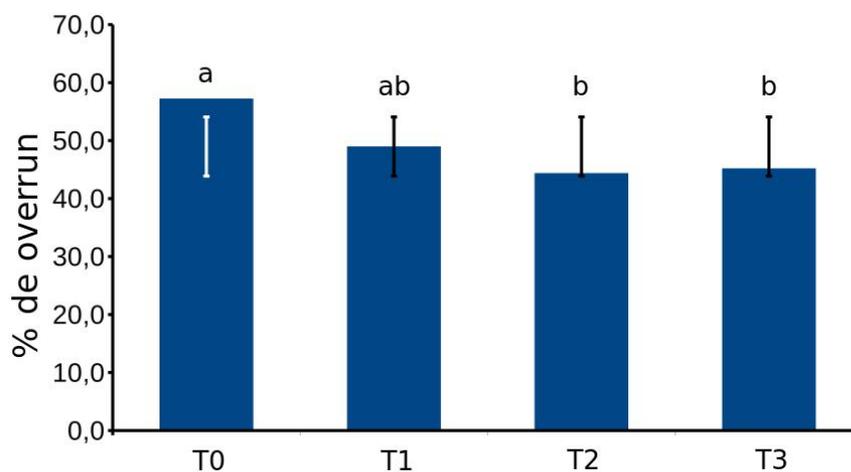


Figura 19 Representação gráfica da incorporação de ar nas amostras de *sherbet* em que T0, T1, T2 e T3 representam as porcentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

Chang e Hartel (2002a) mostraram que o aumento da viscosidade da matriz não congelada permite, além de um maior *overrun*, uma maior microdispersão e estabilização das bolhas de ar. Porém, apesar das propriedades emulsificantes e estabilizantes da proteína da linhaça, o tratamento-controle apresentou uma maior incorporação de ar. Isso pode ser explicado em função do aumento da viscosidade da matriz não congelada e do processo produtivo.

A adição de FLD promoveu uma elevação na viscosidade da mistura base dos *sherbets* e, conseqüentemente, da matriz não congelada após o abaixamento da temperatura. Esse aumento da viscosidade possibilitaria uma maior incorporação de ar, o que não ocorreu ao final do batimento. Eisner, Wildmoser e Windhab (2005); Chang e Hartel (2002a), citados por Pereira et al., (2011) mostraram que o aumento da viscosidade da matriz não congelada permite, além de um maior *overrun*, uma maior microdispersão e estabilização das bolhas de ar. Porém, da mesma forma que o tempo de batimento da mistura base na produtora foi o mesmo para todos os tratamentos (10 minutos) e como os tratamentos com maior concentração de FLD tendem a reter ar mais rapidamente, as bolhas de ar se coalesceram e dissiparam da microestrutura dos *sherbets*, em função das forças cisalhantes, durante o batimento.

De acordo com Chang e Hartel (2002b), o *overrun* em produtoras descontínuas aumenta até um valor máximo e depois tende a decrescer, durante os últimos estágios do congelamento, em função do excesso de batimento. Lim et al. (2008), ao pesquisarem a capacidade de incorporação de ar em misturas base de sorvete com baixo teor de gordura contendo concentrado de soro de leite tratado sob alta pressão hidrostática, verificaram um acréscimo no *overrun* até o tempo de batimento de 10 minutos. A partir daí, o *overrun* sofreu um ligeiro declínio. Adapa et al. (2000) encontraram resultado semelhante, quando avaliaram o *overrun* de misturas-base de sorvete que continha gordura e substitutos de gordura na formulação. Observou-se que, para todas as amostras

com gordura na formulação (6, 8 e 12 %), ocorreu um aumento no *overrun* até o tempo de 8 minutos de batimento, ao passo que, depois de decorridos 12 minutos, o *overrun* reduziu.

Esses resultados reforçam o fato de que a incorporação de ar alcança um valor máximo e, após esse momento, tende a decrescer se o batimento ou ação de forças cisalhantes permanecerem (PEREIRA et al., 2011). Dessa forma, o presente estudo também apresentou valores semelhantes em relação à incorporação de ar dos *sherbets*.

#### 4.6 Análise de textura

A textura do sorvete está relacionada à sua estrutura (AIME et al., 2001) e depende de alguns fatores, tais como o estado de agregação dos glóbulos de gordura, a quantidade de ar incorporado (*overrun*), o tamanho das bolhas de ar e o tamanho dos cristais de gelo (KAYA; TEKIN, 2001).

A Figura 20 mostra algumas curvas obtidas nas análises texturométricas no tempo de vinte e oito dias, sendo o pico máximo da força de compressão determinado como valor da firmeza instrumental.

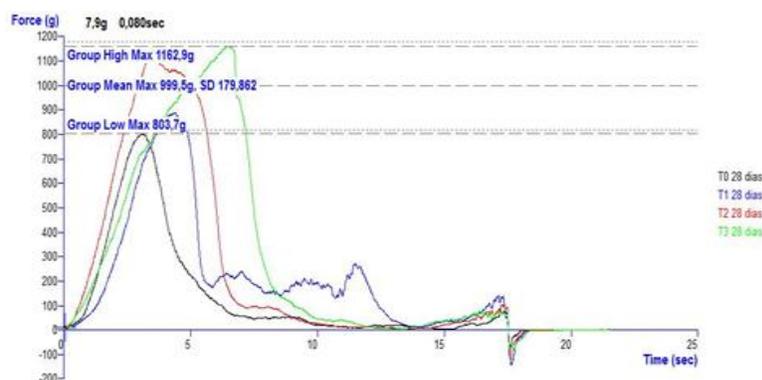


Figura 20 Curvas obtidas para textura instrumental dos tratamentos T0 (0% FLD), T1 (1% FLD), T2 (2% FLD) e T3 (3% FLD), aos vinte e oito dias de ciclos de temperatura

Muse e Hartel (2004) afirmaram que as propriedades reológicas têm o efeito principal sobre a dureza de sorvetes, de tal maneira que a resistência à penetração da amostra foi aumentada pelo aumento da viscosidade. Além disso, Soukoulis, Chandrinos e Tzia (2008) observaram a dureza de sorvete aumentou com a adição de goma xantana, goma guar, carboximetilcelulose e alginato de sódio, que fez com que houvesse este aumento devido ao controle da recristalização do gelo através da microviscosidade e criogelatinização.

A Tabela 6 demonstra a interação entre os tratamentos pelo teste de Tukey.

Tabela 6 Análise de variância dos resultados entre tratamentos em relação à firmeza ao longo dos ciclos de temperatura.

Tratamento <sup>1</sup>	Médias	Grupos
T0	1.046527	a
T1	0.97194	ab
T2	0.91426	ab
T3	0.8681933	b

<sup>1</sup>Medias seguidas por letras iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey (\*P<0,05).

A análise dos tratamentos em relação à firmeza ao longo do tempo de estocagem sob ciclos de temperatura demonstra que houve diferença significativa entre os tratamentos T0 e T3, e os tratamentos T1 e T2 não diferem de T0 e T3.

A Figura 21 representa as curvas de força traçadas entre cada um dos tempos de análise dos tratamentos, antes e após cada semana de ciclos de temperatura.

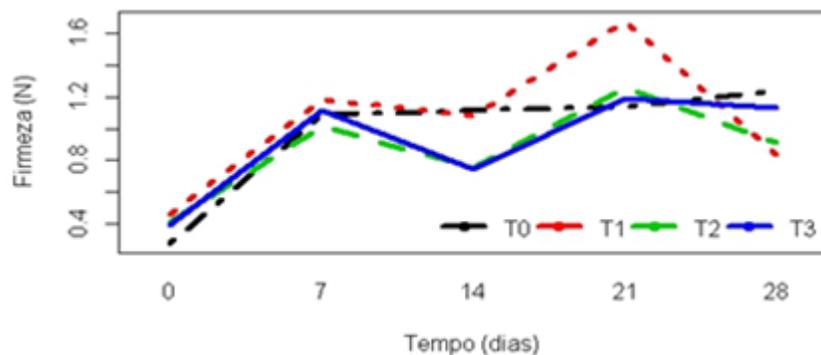


Figura 21 Gráfico representativo das curvas de força de cada tratamento ao longo dos tempos de análise antes e após os ciclos de temperatura sendo T0, T1, T2 e T3 representam as percentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

As curvas demonstram que do tempo 0 até o tempo 7 dias, os tratamentos obtiveram valores de força semelhantes, e a partir desse ponto, o tratamento sem adição de FLD manteve uma linearidade até o final do experimento e os tratamentos contendo FLD aos 14 dias apresentaram decréscimo de firmeza, aumentando novamente a valores semelhantes ao tempo 7 dias (T2 e T3) e o tratamento T1 obteve os maiores valores de firmeza. Aos final dos tempos de ciclos de temperatura, as amostras obtiveram valores próximos mas significativos, ficando o tratamento T1, T2 e T3 abaixo dos valores de firmeza encontrados para a amostra-controle.

A quantidade de gordura e/ou substituto de gordura influencia as características dos *sherbets* resultantes, por afetar as suas propriedades reológicas. Alguns autores relataram que a textura estava inversamente relacionada com a gordura e o conteúdo de açúcar (AKOH, 1998; PON; LIN; CHANG, 2015). Campos et al. (2016), realizando estudos da adição da mucilagem de Chia em sorvetes, concluíram que os resultados da textura, overrun e derretimento mostraram que a mucilagem de Chia pode substituir emulsificantes e estabilizantes na formulação de sorvetes, mantendo a qualidade do produto.

Similarmente, a FLD, por conter principalmente a conlina, desempenha um papel fundamental na determinação de suas propriedades de emulsificação (LIU et al., 2016). Neste estudo, o comportamento das formulações contendo FLD foi diferenciado em relação ao controle nos momentos de análises, sendo que o efeito da adição de FLD piorou os parâmetros de overrun e melhorou a firmeza em determinados momentos durante os ciclos de temperatura. A aceitação e intenção de compra com consumidores foram realizadas no meio dos ciclos de temperatura (14 dias) e determinou que os atributos aspecto global e intenção de compra para os tratamentos T1 e T0, respectivamente, são mais preferidos que os tratamentos T2 e T3. A Figura 21 demonstra que no tempo 14 dias, os tratamentos contendo FLD, exceto T1, apresentaram valores de firmeza abaixo do valor determinado para o tratamento-controle. Também pode ter ocorrido outra interação entre os ingredientes da formulação base, que a diferenciou em diversos aspectos em relação aos produtos já analisados, já que a inulina e a polidextrose, por serem carboidrato e um polímero de carboidrato, respectivamente, podem realizar interações diferenciadas tanto com a FLD quanto com o ferro triquelato utilizado na fortificação e foram quantificados como carboidratos na análise centesimal e, por serem isentos de carga calórica, não foi calculado o valor calórico na análise correspondente.

Akalın, Karangozlu e Unal (2008) realizaram análises instrumentais para avaliar as propriedades reológicas de sorvetes *premium* (10%), teor de gordura reduzido ao patamar de sorvete de creme (6%) e baixo teor de gordura (3%) para as misturas de sorvetes armazenados a -18 °C. As formulações com reduzido teor de gordura nos sorvetes foram preparadas usando 4% isolado proteico de soro (WPI) ou 4% de inulina como o ingrediente de substituição de gordura e concluíram que a inulina aumentou a firmeza em comparação com o sorvete controle, mas também concluiu que os produtos fabricados com inulina

possuíam um derretido significativamente mais rápido do que as outras amostras o que, de acordo com todos os estudos realizados em relação a essas formulações dos *sherbets*, não são bem aplicáveis.

#### 4.7 Temperaturas de nucleação e de derretimento

A Tabela 7 apresenta os valores da análise de variância para as temperaturas de nucleação e de derretimento. A única diferença significativa foi para o tratamento T3, contendo 3% de FLD em relação à temperatura de derretimento.

Tabela 7 Resumo da análise de variância para as temperaturas de nucleação (TN) e derretimento (TM) dos diferentes tratamentos de *sherbets*.

FV	GL	Quadrados médios	
		TN (°C)	TM (°C)
<b>Tratamento</b>	3	2,385946	1,069200*
<b>Resíduo</b>	4	0,439613	0,006700
<b>F. c.</b>		5,427	159,582
<b>Valor-p</b>		0,0679	0,0001

\*Significativo a 1% de probabilidade (P<0,01)

O gráfico representativo do fluxo de calor em relação à temperatura está exposto na Figura 22.

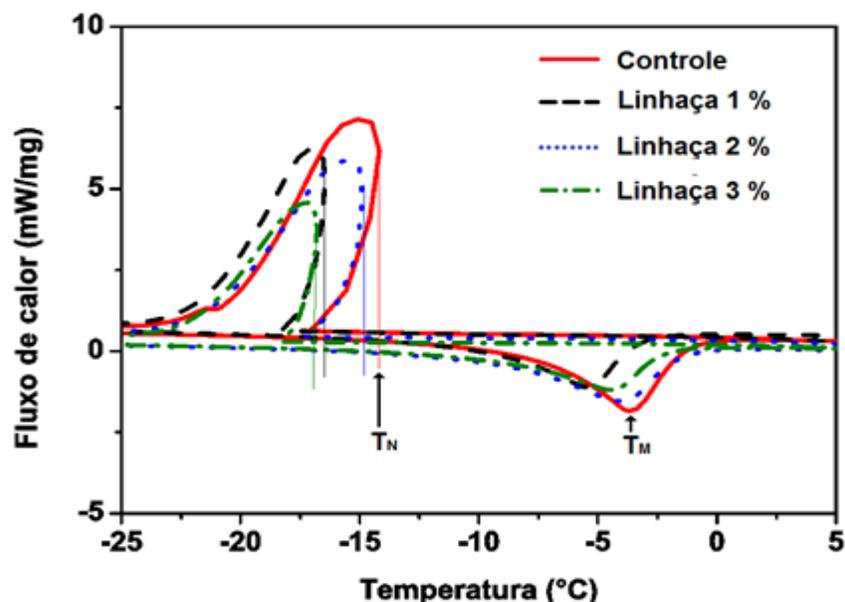


Figura 22 Representação gráfica das curvas de nucleação e de derretimento para todos os tratamentos dos *sherbets*

O tratamento T3 contendo 3% de FLD foi estatisticamente diferente em relação à temperatura de derretimento, mas é possível observar que uma pequena alteração entre o tratamento controle e os demais, e o tratamento controle possui os maiores valores, tanto de nucleação quanto de derretimento. Visualiza-se também que o tratamento T1 apresenta a menor temperatura de início de derretimento, em torno de  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Giarola, Pereira e Resende (2015), utilizando DCCR nas análises da fortificação com ferro e substituição da sacarose por sucralose, demonstraram que, nos resultados das análises de regressão, considerando as onze formulações, verificaram que não houve diferenças significativas entre os tratamentos. Esses autores, comparando as formulações contendo ferro com a amostra controle, propuseram que as temperaturas de nucleação e de derretimento podem ser relacionadas à formação de cristais de gelo menores e mais bem distribuídos nas massas dos *sherbets light* fortificados.

#### **4.8 Comportamento de derretimento**

O derretimento do *sherbet* envolve os fenômenos de transferência de calor e de massa. O calor penetra, gradualmente, do exterior para o interior do *sherbet*, causando o derretimento dos cristais de gelo. A água produzida é difundida na matriz não congelada, na qual flui por meio da complexa microestrutura e, finalmente, ocorre o gotejamento (MUSE; HARTEL, 2004; SOUKOULIS; CHANDRINOS; TZIA, 2008, PEREIRA et al., 2011). O presente estudo realizou os testes de derretimento em dois momentos, antes e após os ciclos de temperatura, sendo nomeados de derretimento inicial e final. A Figura 23 ilustra o derretimento inicial dos tratamentos nos tempos 20 e 70 minutos, respectivamente.



Figura 23 Ilustração do derretimento inicial dos tratamentos nos tempos de 20 e 70 minutos na temperatura de  $20^{\circ}\text{C}$ , em que T0, T1, T2 e T3 representam as porcentagens de 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

Visualiza-se um maior derretimento inicial do tratamento T0 aos 20 e aos 70 minutos em relação aos demais tratamentos. Os testes foram realizados em triplicata.

A Figura 24 demonstra o comportamento de derretimento antes dos ciclos de temperatura de cada tratamento ao longo do tempo. Observa-se que até, aproximadamente nos primeiros 25 minutos, os tratamentos apresentaram comportamento similar. A partir desse ponto, o tratamento controle começou a derreter, enquanto os tratamentos contendo FLD começaram o derretimento em torno de 30 minutos.

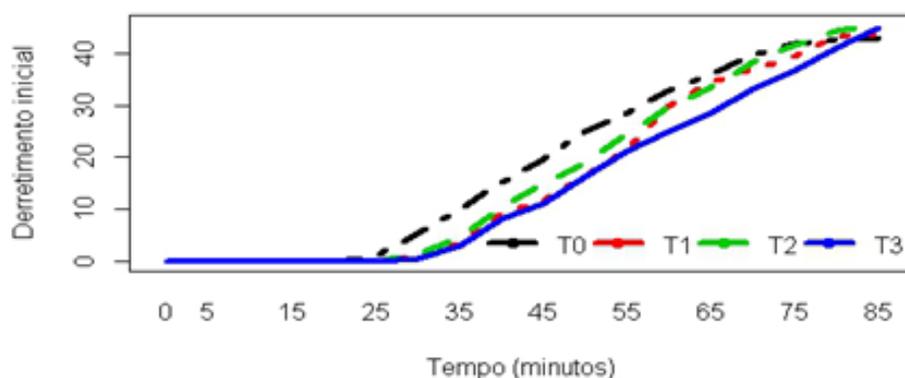


Figura 24 Representação gráfica do comportamento de derretimento no tempo inicial em gramas no intervalo de tempo (minutos) dos tratamentos

Nota-se claramente que o tratamento controle derreteu mais rápido que os demais tratamentos. A maior resistência ao derretimento encontrada para os *sherbets* com 1, 2 e 3% de FLD está relacionada ao aumento da viscosidade da mistura base e tamanho dos cristais de gelo.

O aumento da viscosidade da matriz aumenta a resistência ao fluxo e, portanto, mais tempo é necessário para a água ser difundida mediante a microestrutura do sorvete (MUSE; HARTEL, 2004).

O tamanho dos cristais de gelo está associado ao caminho do fluxo do sorvete derretido. Uma grande quantidade de pequenos cristais torna o caminho do fluxo na matriz não congelada mais tortuoso, que significa que o fluido deve se difundir ao redor de muitos obstáculos (HARTEL; MUSE; SOFJAN, 2003; MUSE; HARTEL, 2004), retardando, assim, a taxa de derretimento.

O fato de os tratamentos terem apresentado comportamento similar, durante o derretimento, apesar de a viscosidade aumentar conforme se eleva o nível de FLD, pode estar relacionado aos componentes da microestrutura, como a distribuição das bolhas de ar, o tamanho e o grau de desestabilização do glóbulo de gordura (SOFJAN; HARTEL, 2004). Granger et al. (2005) afirmam que o comportamento de derretimento não reflete apenas a natureza molecular de uma espécie química, mas o desenvolvimento de interações entre os vários ingredientes do sorvete e a existência de inúmeras estruturas, isto é, a parcialmente coalescida/agregada rede tridimensional de glóbulos de gordura homogeneizados, a fase ar estabilizada e a rede formada entre proteínas e polímeros.

A utilização, não só da FLD, mas também da inulina e a polidextrose como agentes de corpo na formulação afeta a taxa de derretimento. Pereira et al. (2011), encontraram maior resistência ao derretimento em sorvetes contendo extrato solúvel de soja, apesar de possuírem menores valores de *overrun* que o tratamento-controle.

Sofjan e Hartel (2004) observaram que sorvetes com 100 e 120 % de *overrun* apresentaram maior resistência ao derretimento do que o sorvete com 80 % de *overrun*. Segundo esses autores, o ar é um bom isolante térmico e, portanto, retarda a taxa de transferência de calor. Pereira et al. (2011) verificaram que a temperatura de derretimento foi estatisticamente igual ( $P > 0,05$ ) para todos os tratamentos, que indica que esse fator não influenciou o

comportamento de derretimento dos sorvetes contendo proteína de soja, em substituição do leite em pó desnatado naquela formulação.

Sorvetes com alto teor de gordura ou substitutos de gordura, emulsificantes e estabilizantes possuem uma incorporação de ar acima de 80%. Regula-se a incorporação de ar em sorvetes no Brasil em uma taxa máxima de 110%. Sherbets possuem menos que 2% de gordura de origem láctea (ANVISA-Portaria n° 379, de 26 de abril de 1999); dessa forma, torna-se difícil conseguir taxas de overrun maiores que 60%. Apesar disso, os *sherbets* apresentaram um tempo maior para o início do derretimento, mesmo sendo estudados com uma temperatura inicial de derretimento igual à temperatura média de consumo, ou seja, -10 °C.

A Figura 25 representa as curvas de derretimento ao final (28 dias) dos ciclos de temperatura dos tratamentos em cada tempo de medição dos dados de derretimento dos *sherbets*.

De acordo com os resultados obtidos, a única diferença significativa entre os tratamentos e o controle está na correlação temporal, não sendo significativa a diferença entre eles.

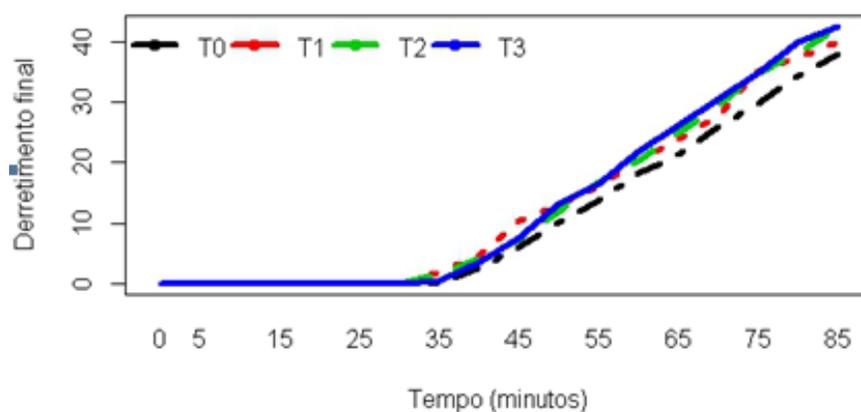


Figura 25 Representação gráfica do comportamento de derretimento ao final dos ciclos de temperatura em gramas no intervalo de tempo (minutos) dos tratamentos

Vale a pena comparar o tempo de derretimento dos *sherbets* com os dados já publicados de derretimento de sorvetes em comparação com os de *sherbets* fortificados com ferro. Sherbets, por possuírem menores proporções de gordura que os sorvetes, demandam por respostas com valores menores que seus similares comerciais. No entanto, as formulações desenvolvidas neste estudo apresenta o início do derretimento e queda da primeira gota, em torno de trinta minutos.

Pereira et al. (2011) apontaram o início do derretimento de sorvete aos 16 minutos nas mesmas condições do presente estudo. Silva et al. (2013), estudando o efeito do teor de gordura nos parâmetros de taxa de derretimento em sorvetes contendo fibras alimentares, com diferentes teores de gordura a partir de sua substituição por concentrado proteico de soro de leite, utilizaram a mesma metodologia e determinaram um tempo médio de 12 minutos para a queda da primeira gota da massa derretida.

Giarola, Pereira e Resende (2015), no estudo da fortificação com ferro e substituição da sacarose por sucralose, encontraram valores em torno de 30 minutos para a queda da primeira gota.

No presente estudo, a média de tempo de queda da primeira gota de massa derretida antes dos ciclos de temperatura foi de 20 minutos para o tratamento controle e de 26 minutos para os tratamentos contendo FLD. Ao final dos ciclos de temperatura, esse tempo foi de 34 minutos para o tratamento controle e de 31 minutos para os tratamentos contendo FLD.

A maior resistência ao derretimento encontrada para os *sherbets* está relacionada à fortificação com ferro triquelato, devido a uma sinergia entre esse e algum componente da mistura-base e, conseqüentemente, da matriz não congelada e ao decréscimo do diâmetro mediano dos cristais de gelo (GIAROLA; PEREIRA; RESENDE, 2015).

## **4.9 Cristalização e recristalização do gelo**

A formação e a taxa de crescimento dos cristais de gelo é importante para boa aceitação do produto.

### **4.9.1 Tamanho dos cristais de gelo**

Um exemplo do tratamento das imagens para as análises de tamanho e distribuição de tamanhos dos cristais e recristalização, antes e ao final dos ciclo de variação de temperatura, pode ser observada na Figura 26, em que estão ilustradas fotomicrografias da microestrutura dos *sherbets* antes e após a utilização dos recursos de tratamento e análise de imagens do programa *ImageJ* para o tratamento-controle (T0).

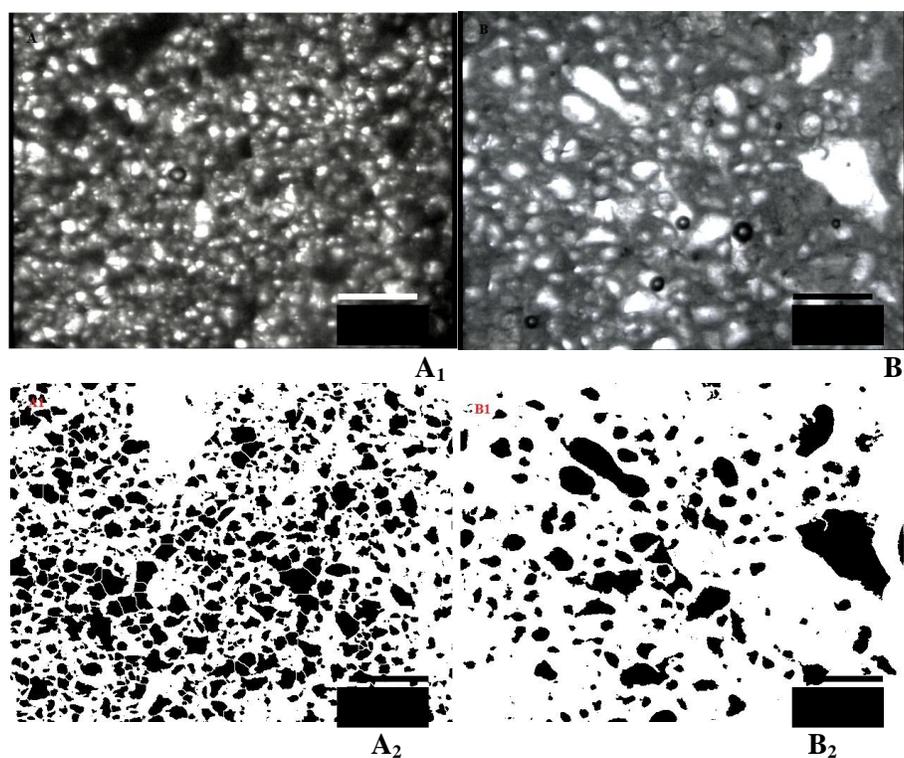


Figura 26 Processamento das fotomicrografias dos cristais de gelo. (A) T0 antes dos ciclos de temperatura, (B) T0 ao final dos ciclos de temperatura com 28 dias; (1) fotomicrografias originais; (2) aplicação dos recursos de análise de imagens

Observa-se o crescimento no tamanho de cristais de gelo e diminuição do seu número por campo fotografado e tratado pelo programa *ImageJ*. Após o tratamento de todas as imagens obtidas, foram medidos os cristais de três fotomicrografias.

A Tabela 8 apresenta os resultados obtidos para os valores médios dos tamanhos dos cristais de gelo antes e após cada período de ciclos de temperatura.

Tabela 8 Resultados obtidos para os valores médios dos tamanhos dos cristais de gelo antes e em cada período de análise durante os ciclos de temperatura.

Época de avaliação	Tratamentos (%) <sup>1</sup>			
	0	1	2	3
<b>0</b>	13,96ab	13,93ab	14,84a	9,81b
<b>7</b>	29,14a	27,20a	26,44a	27,20a
<b>14</b>	28,91a	21,08b	28,30a	26,44a
<b>21</b>	30,08a	28,87a	28,30a	28,71a
<b>28</b>	26,51b	31,78a	26,00b	29,29ab

<sup>1</sup>Medias seguidas por letras diferentes nas linhas são diferentes estatisticamente pelo teste de Tukey (\*P<0,05).

Visualiza-se que antes dos ciclos de temperatura, foi pequena mas significativa a variação dos tamanhos dos cristais de gelo sendo que o tratamento T3 diferiu somente do tratamento T2. Todos os tratamentos apresentaram valores médios dos tamanhos dos cristais, abaixo de 15  $\mu\text{m}$ . Nos tempos 7 e 21 dias, os tratamentos não diferiram entre si. No tempo de 14 dias, o tratamento T1 se diferencia dos demais, apresentando os menores valores. Aos 28 dias, o tratamento T1 difere dos tratamentos T0 e T2 e o tratamento T3 não difere dos demais.

Esses resultados corroboram com a aceitação e intenção de compra, em que o tratamento T1 recebeu os melhores valores em todos os parâmetros, exceto para os atributos sabor e textura, sendo estatisticamente igual a T0 em todos atributos.

Antes de analisarmos e discutirmos os resultados de tamanho de cristais de gelo e taxa de recristalização e comparamos tais resultados aos das avaliações sensoriais e demais resultados, quando pertinente, é importante nos situarmos quanto às proporções dos tratamentos que foram avaliadas, principalmente nas avaliações sensoriais e nas análises de tamanho e taxa de recristalização dos cristais de gelo nos tratamentos.

Nas avaliações sensoriais, os julgadores semi treinados utilizam porções para as determinações palatáveis, entre uma e dez gramas dos *sherbets* em cada degustação, enquanto na preparação da lâmina, utilizaram-se 3 mm<sup>2</sup> de cada tratamento, que foram espalhados entre lâmina e lamínula e capturadas imagens em campos no aumento total de 40 vezes que, por sua vez, medem aproximadamente 1100 x 1450 µm. Desta forma, conclui-se que pequenas variações nos resultados de tamanho de cristais e recristalização possuem grande influência nos resultados sensoriais, pois um pequeno aumento no tamanho dos cristais de gelo acima da faixa acima de 60 µm representa um grande número de grandes cristais na proporção degustada pelos consumidores, modificando sua percepção sensorial sensivelmente.

A Figura 27 demonstra a representação gráfica dos valores médios de tamanho dos cristais de gelo em função do tempo, antes e ao longo dos ciclos de temperatura.

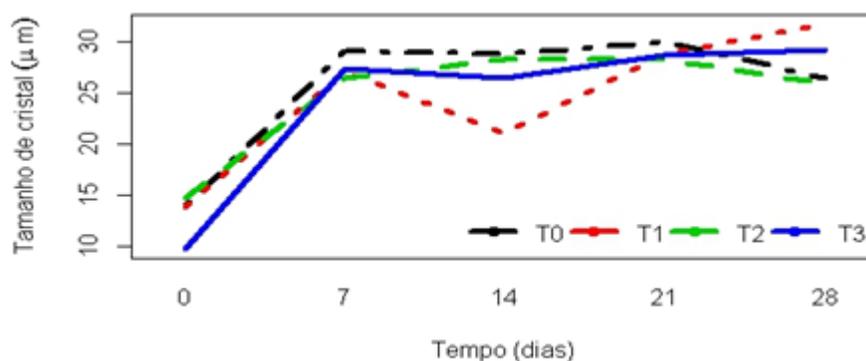


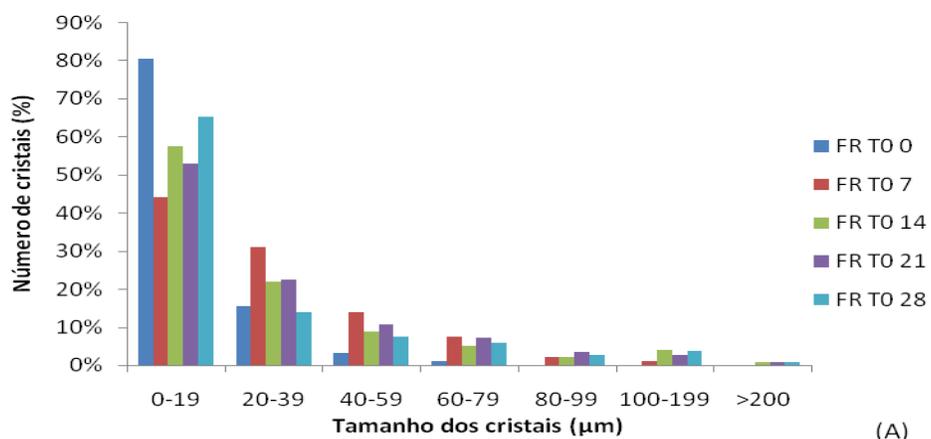
Figura 27 Representação gráfica do crescimento do tamanho dos cristais de gelo dos tratamentos em função dos tempos semanais de análise de dados

Esses resultados demonstram que antes dos ciclos de temperatura, todos os tratamentos apresentaram tamanhos médios entre 10 e 15 µm, de onde partem para um crescimento para a faixa de 25 a 30 µm, tendendo a um equilíbrio a partir da primeira semana de armazenamento com flutuações de temperatura. A partir desse ponto, os tratamentos adquirem comportamento diferenciado. O

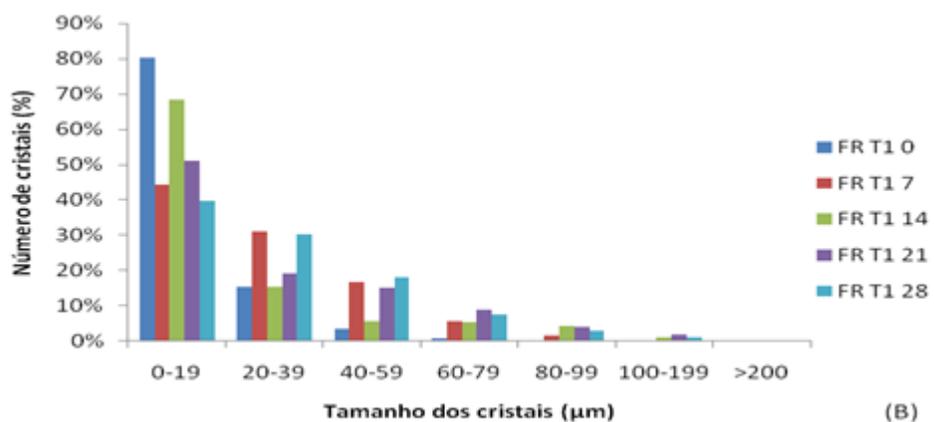
tratamento T0 mantém, razoavelmente, a mesma faixa de tamanho médio, mas superior aos demais tratamentos até aos 21 dias, quando juntamente com os tratamentos T2 e T3, sofrem ligeira queda nos valores de tamanho médio. O tratamento T1 apresenta valores inferiores a todos os demais no tempo de 14 dias, apresentando um crescimento no tamanho médio a partir desse tempo. A adição de FLD influencia, reduzindo o tamanho dos cristais de gelo sob essas condições.

No entanto, os valores médios de tamanho dos cristais de gelo não nos fornecem parâmetros para uma análise profunda dos resultados obtidos. Dessa forma, para se determinar a distribuição dos tamanhos dos cristais de gelo e melhor analisar os resultados do tamanho e crescimento dos cristais, foram construídos histogramas representativos da distribuição das frequências relativas do tamanho dos cristais de gelo.

A Figura 28 representa a distribuição das frequências relativas nos intervalos de tamanhos dos cristais de gelo estipulados, de cada um dos tratamentos em função dos tempos de análise, submetidos a ciclos de temperatura.



(A)



(B)

Figura 28 Representação gráfica das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo de cada tratamento antes da ciclagem em função do tempo de armazenamento, sendo (A) T0, (B) T1, (C) T2 e (D) T3. Continua...

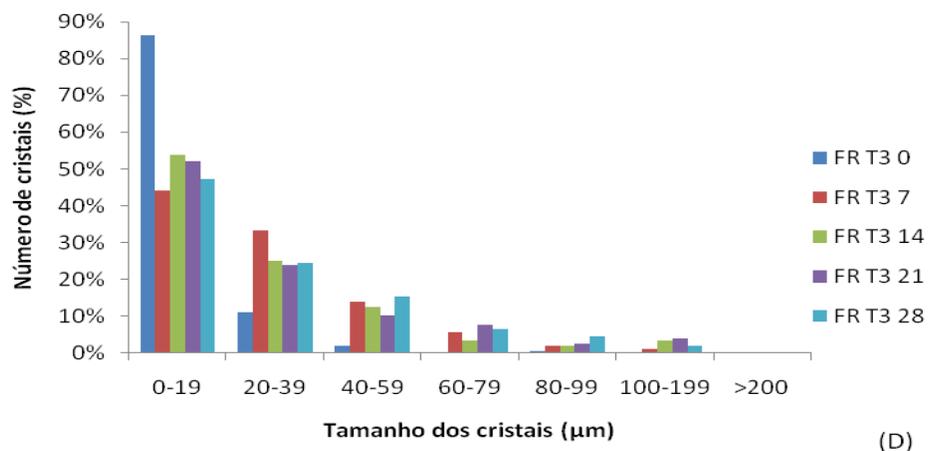
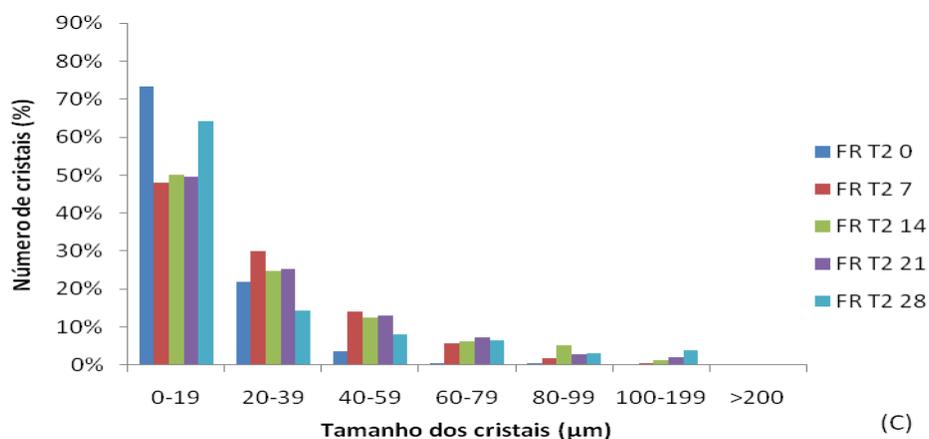


Figura 28 Representação gráfica das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo de cada tratamento antes da ciclagem em função do tempo de armazenamento, sendo (A) T0, (B) T1, (C) T2 e (D) T3.

Analisando a Figura 28, visualiza-se que o tratamento T1 apresenta, ao longo dos ciclos de temperatura, a menor presença de cristais (< 2%) acima de 100  $\mu\text{m}$ , seguido pelo tratamento T2, que apresenta um maior número de cristais acima de 100  $\mu\text{m}$ . A percepção sensorial de arenosidade em sorvetes se dá a partir de 50 a 60  $\mu\text{m}$ , o que comprova os resultados sensoriais de aceitação e intenção de compra em relação ao atributo textura (Figura 16), principalmente

aos 14 dias de ciclos de temperatura, quando foi realizada análise sensorial de aceitação e intenção de compra. Nota-se também que os tratamentos T0 e T3 apresentaram a maior quantidade de grandes cristais a partir de sete dias de ciclismo, sendo o tratamento T0 o único que apresenta cristais maiores que 200  $\mu\text{m}$ , a partir de 7 dias de ciclismo e em todos os demais tempos.

#### 4.9.2 Taxa de recristalização

A taxa de recristalização representa a porcentagem da evolução do crescimento em diâmetro dos cristais de gelo, ao longo dos ciclos de temperatura.

A Figura 29 demonstra a dispersão dos valores encontrados para o tamanho dos cristais de gelo, as equações e os ajustes ( $R^2$ ) para os valores médios de tamanho de cristal de gelo entre os intervalos de tempo das análises, ao longo dos ciclos de temperatura em função do tempo (dias). Observa-se que todos os tratamentos obtiveram um bom ajuste, exceto o tratamento T1, devido aos valores da taxa de recristalização no intervalo entre 7 e 14 dias.

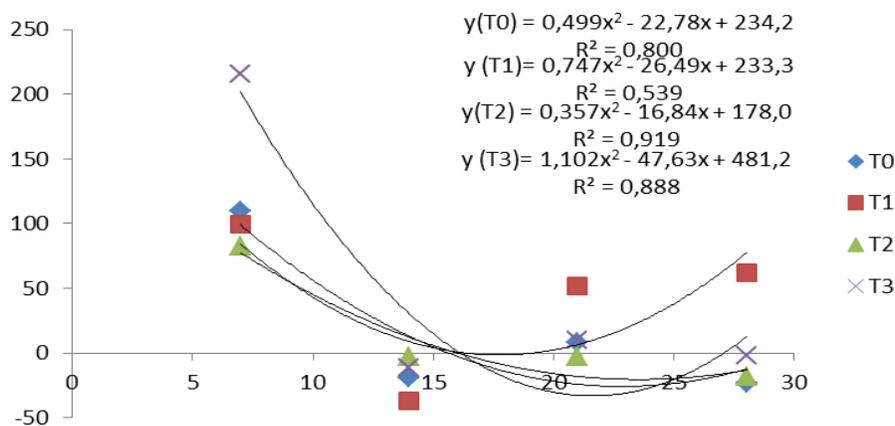


Figura 29 Representação gráfica da dispersão dos valores da taxa de recristalização dos tratamentos em função dos intervalos dos tempos de análises

A Tabela 9 apresenta os resultados obtidos no teste de Tukey para a taxa de recristalização dos tratamentos, entre os intervalos de tempo das análises.

Tabela 9 Resultados obtidos para taxa de recristalização do gelo dos tratamentos entre os intervalos de tempo das análises pelo teste de Tukey.

Período de avaliação (dias)	Temperaturas (%) <sup>1</sup>			
	T0	T1	T2	T3
0,7	109,94 <sup>b</sup>	99,71 <sup>c</sup>	82,64 <sup>d</sup>	215,92 <sup>a</sup>
7,14	-19,27 <sup>c</sup>	-36,63 <sup>d</sup>	-2,91 <sup>a</sup>	-11,75 <sup>b</sup>
14,21	8,15 <sup>b</sup>	52,09 <sup>a</sup>	-2,91 <sup>c</sup>	9,57 <sup>d</sup>
21,28	-23,22 <sup>c</sup>	62,22 <sup>a</sup>	-8,34 <sup>c</sup>	-1,94 <sup>b</sup>

<sup>1</sup>Medias seguidas por letras diferentes nas linhas são diferentes estatisticamente pelo teste de Tukey (\*P<0,05).

Esses resultados demonstram que houve diferença significativa na taxa de recristalização dos cristais de gelo, diferenciando-se entre todos os tratamentos, positiva ou negativamente, exceto entre os tratamentos T0 e T2, ao final dos ciclos de temperatura.

No intervalo de 0 a 7 dias, os maiores valores percentuais são atingidos pelos tratamentos T3 e T0, ultrapassando os valores, respectivamente. Os tratamentos T2 e T1 apresentaram os menores valores abaixo, mas próximos de 100%, demonstrando haver uma alta taxa de recristalização nos primeiros ciclos de temperatura.

A respeito de tal fenômeno, foi sugerido que uma modificação da interface cristal de gelo por meio de adsorção da superfície de cristais menores para cristais maiores (SUTTON; EVANS; CRILLY, 1994; SUTTON et al., 1996; SUTTON; WILCOX, 1998 a; b). Esse grupo de investigadores concluiu que à medida que a concentração de goma de alfarroba (LBG) é aumentada, a taxa de cristalização é reduzida, até que se atinga um patamar após o que se mantém constante. No caso da goma guar, a taxa de recristalização diminui também com o aumento da concentração de polímero, mas em contraste com

LBG, depois que ele atinge o máximo, é extraordinariamente reduzido, com o aumento da adição de mais polissacarídeos. O tratamento T3 ultrapassou os valores do tratamento T0 no dobro da taxa de recristalização, comprovando que até este momento (7 dias) no ciclismo, o comportamento dos tratamentos contendo FLD se assemelha ao de sorvetes que utilizaram a goma guar como estabilizante.

A ação do estabilizador para reduzir a recristalização de gelo parece estar relacionada com alterações nas propriedades de difusão da fase descongelada, tal como sugerido por muitos autores (HARPER; SHOEMAKER, 1983; GOFF, 1992; GOFF; CALDWELL; STANLEY, 1993; GOFF; VERESPEJ; SMITH, 1999; FLORES; GOFF, 1999 a; b; REGAND; GOFF, 2003). Essas modificações nas taxas de difusão molecular pode ser atribuída a um aumento da viscosidade e da limitação da mobilidade de moléculas de água na fase concentrada de congelamento (HARPER; SHOEMAKER, 1983; GOFF, 1992; GOFF et al., 1993) ou a efeitos localizados (impedimento estérico e/ou de retenção de água) na proximidade da superfície do cristal de gelo (FLORES; GOFF, 1999 a; b; REGAND; GOFF, 2003). Mas, é óbvio que os diferentes estabilizantes têm funcionalidades diferentes como crioprotetores, provavelmente por causa de diferenças na estrutura (REGAND; GOFF, 2006). Esses autores descobriram que a goma de alfarroba (LBG) e carragena eram, ao mesmo tempo, capazes de formar redes de gel em sistemas modelo de sorvetes (soluções de sacarose contendo proteína do leite), retardando mobilidade da água através de impedimento estérico e de retenção de água. Eles também relataram que a carragena foi mais eficaz do que a LBG em retardar recristalização de gelo, em que uma taxa de recristalização inferior é obtida em sorvetes formulados com a carragena como estabilizador primário. Soukoulis, Chandrinos e Tzia (2008) e mais recentemente BahramParvar e Goff (2013) relataram que a presença de carragena como estabilizante secundário melhorou a

função de crioproteção dos estabilizadores primários. Eles atribuíram esse efeito à capacidade da carragena em se conectar com caseínas que conduzem a uma forte rede de gel. Assim, o fato de uma taxa de crescimento inferior do cristal ser obtida pode ser explicada pelos efeitos combinados de um aumento da viscosidade e uma estrutura de gel forte que reduzem a mobilidade da água em torno dos cristais de gelo. Isso promoveria uma redeposição de água sobre o mesmo cristal, em vez da difusão de água através da fase de descongelada para a redeposição no maior cristal adjacente, que iria ser termodinamicamente favorecido.

Esta mobilidade de água, no entanto, parece aumentar durante os ciclos de temperatura, resultando em taxas de recristalização mais elevadas para ambos os tipos de sorvete. Regand e Goff (2003) sugeriram que a capacidade de retenção da água do estabilizador é reduzida durante os ciclos de temperatura, aumentando a mobilidade da água em torno de cristais de gelo devido ao encolhimento contínuo da estrutura semelhante a um gel rígido em cada ciclo.

*Sherbets* possuem uma maior quantidade de água e polpa de frutas que sorvetes e, no caso da formulação em estudo, menor teor de açúcares e ainda a adição de ferro bisglicerinado triquelado. Giarola, Pereira e Resende (2015) determinaram, utilizando a metodologia de DCCR, haver uma interação entre o ferro utilizado e os demais constituintes da formulação, especialmente os açúcares, que promoveu um surpreendente aumento na resistência ao derretimento. Na formulação em estudo, existem vários constituintes em que não foram encontrados na literatura sua utilização em conjunto, tornando difícil a discussão comparativa com outras publicações.

No intervalo de 7 a 14 dias e a partir daí, em todos os intervalos dos tempos de análise, observam-se taxas de recristalização negativas em certos tratamentos.

Esses resultados podem ser explicados matematicamente devido ao fenômeno descrito por Regand e Goff (2003). Os autores descreveram três tipos de acontecimentos em relação ao crescimento/decréscimo do tamanho dos cristais de gelo. Durante o protocolo de ciclos de temperatura por eles empregados, formas diferentes da recristalização foram observadas nas análises de microscopia, tais como acreção (aumento de massa por aglomeração ou justaposição de materiais - agregação de cristais próximos), arredondamento e derretimento-regressão na recristalização (em que cristais de gelo menores derretem até um ponto de fusão parcial ou completamente durante o aquecimento e que cristais maiores regridem em tamanho durante o arrefecimento).

Isso elucida as taxas de recristalização negativas encontradas neste estudo, pois, se em 500 cristais medidos, 70% de pequenos cristais ( $< 40 \mu\text{m}$ ) derreterem 50% de seu tamanho e migrarem para 5% de grandes cristais ( $> 100 \mu\text{m}$ ), teremos uma taxa negativa na medida que se calcula a percentagem de crescimento dos cristais. O que obtemos é que no mesmo número de cristais, a maioria reduziu 50% de seu tamanho e alguns grandes cristais não cresceram mais que 15%, resultando em uma taxa negativa.

A Figura 30 demonstra os valores médios da evolução percentual das taxas de recristalização de cada tratamento, ao longo dos ciclos de temperatura.

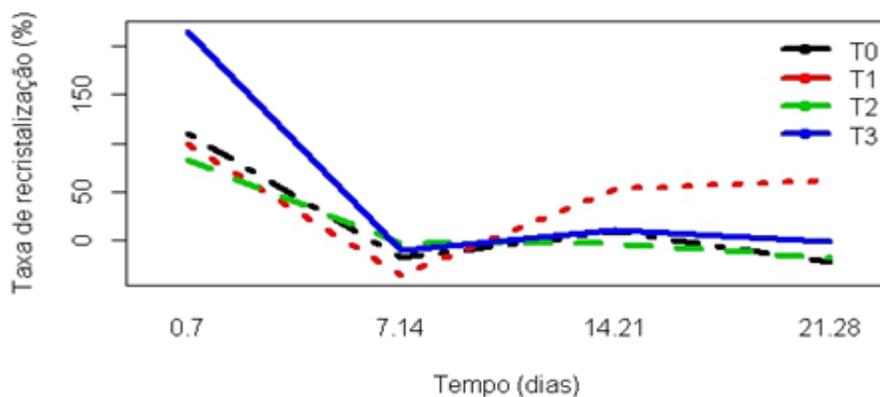


Figura 30 Representação gráfica dos valores médios da taxa de recristalização dos tratamentos em função dos intervalos de tempo das análises

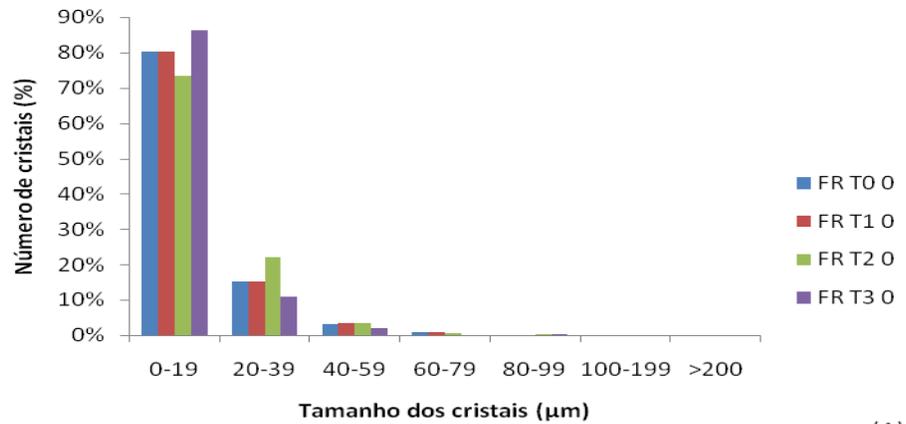
Após um elevado aumento na média da percentagem de crescimento dos cristais de gelo na primeira semana de ciclismo, observamos um decréscimo no tamanho médio da maioria dos pequenos cristais devido ao fenômeno descrito anteriormente.

Aos 14 dias de ciclismo, foi realizada a avaliação sensorial de mapa de preferência e intenção de compra, em que os consumidores demonstraram sua preferência pelos tratamentos T1 e T2 respectivamente, nos atributos textura, aspecto global e intenção de compra. Os resultados de recristalização demonstram que, aos 14 dias, o tratamento T1 apresentou a menor taxa de recristalização e a Figura 35 comprova, através da distribuição do tamanho dos cristais de gelo, pois possuem esses tratamentos nesse tempo, os menores valores das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo. Já a avaliação sensorial do Perfil Descritivo Otimizado (PDO) resultou em uma percepção do crescimento dos cristais de gelo relacionado com o efeito emulsificante e/ou estabilizante da FLD pronunciando-se crescentemente em relação à proporção da adição e os consumidores preferiram o tratamento T1 em todos os atributos, exceto a aparência, o que não influenciou a intenção de

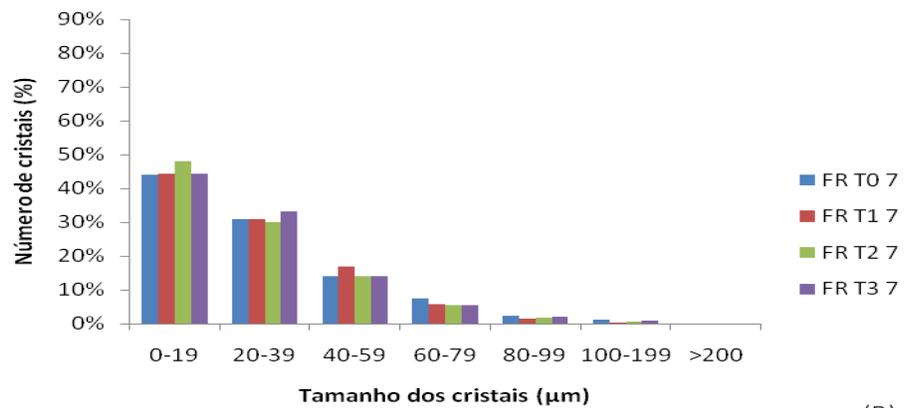
compra deles pois a adição de FLD ao produto melhorou a aceitação dos tratamentos em relação ao controle, comprovando seus benefícios sensoriais.

Para se avaliar a distribuição dos tamanhos dos cristais em intervalos estabelecidos e melhor analisar os resultados de recristalização do gelo, foram construídos histogramas representativos da distribuição das frequências relativas do tamanho dos cristais de gelo dos tratamentos, em função do tempo de ciclos de temperatura, antes e após cada semana de ciclismo.

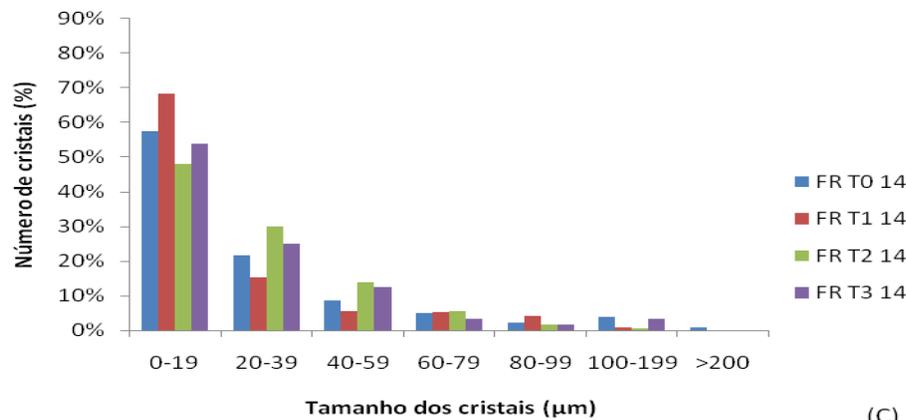
A Figura 31 representa a distribuição das frequências relativas dos tratamentos, antes e em cada um dos tempos de ciclos de temperatura.



(A)



(B)



(C)

Figura 31 Representação gráfica das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo dos tratamentos antes e em cada uma das semanas (A-0, B-7, C-14, D-21 e E-28 dias) de ciclos de temperatura. Continua...

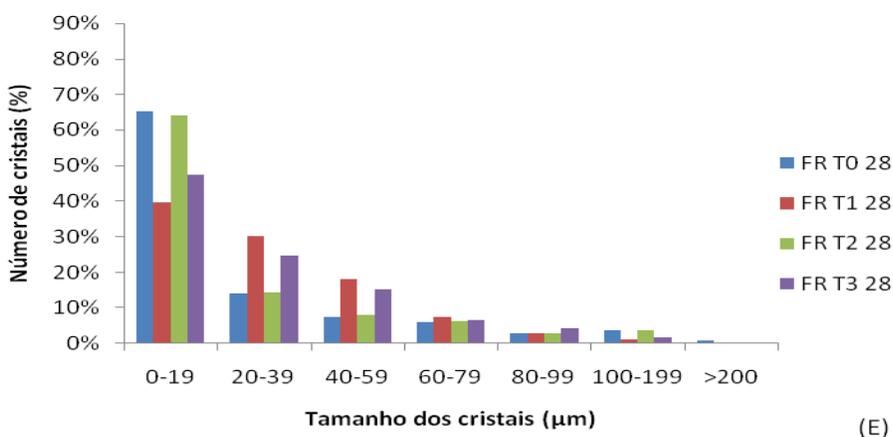
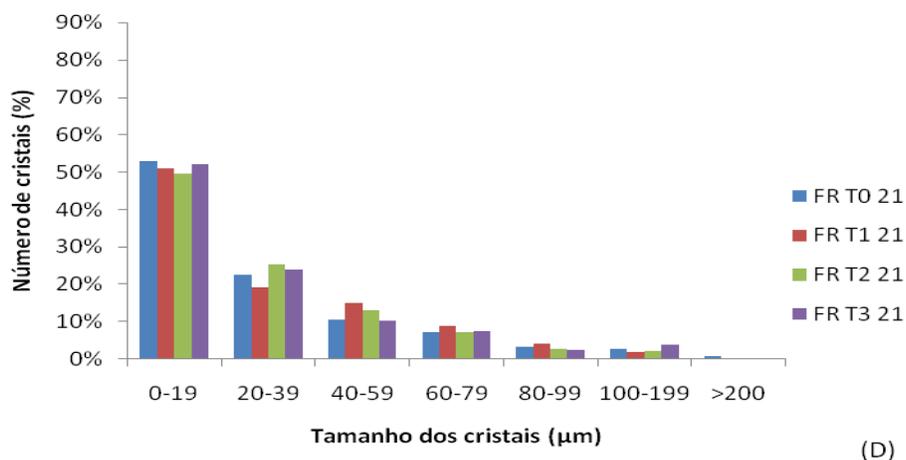


Figura 31 Representação gráfica das frequências relativas dos diâmetros dos cristais de gelo dos tratamento antes e em cada uma das semanas (A-0, B-7, C-14, D-21 e E-28 dias) de ciclos de temperatura

Observa-se que, antes dos ciclos de temperatura, (0 dias) todos os tratamentos apresentam entre 75 e 90% de cristais com tamanhos menores que 20 μm, de 10 a 20% de cristais abaixo de 40 μm e pouquíssimos cristais abaixo de 60 μm. Após uma semana de ciclos de temperatura, grandes alterações foram determinadas em todos os tratamentos, tendo os valores alterados para cerca de 45% de cristais com tamanhos menores que 20 μm, 30% de cristais abaixo de

40  $\mu\text{m}$  e mais que 10% de cristais acima de 60  $\mu\text{m}$ , tendo os tratamentos T0 e T3 apresentado a maior porcentagem de grandes cristais entre 100 e 200  $\mu\text{m}$ .

Aos 14 dias de ciclos de temperatura, em que se realizou a análise sensorial com os consumidores, os dados comprovam os resultados sensoriais da preferência dos consumidores pelos tratamentos T1 e T2, respectivamente. Observa-se que o tratamento T1 diminuiu a porcentagem de cristais entre 20 e 60  $\mu\text{m}$ , aumentando consideravelmente a proporção de cristais menores que 20  $\mu\text{m}$  e também aumentando um pouco a porcentagem de cristais acima de 80  $\mu\text{m}$ . Tal fato resultou no maior valor negativo da taxa de recristalização do tratamento T1, no intervalo entre 7 e 14 dias (Tabela 9).

O tratamento T2, segundo preferido pelos consumidores, manteve as proporções dos tamanhos de cristais semelhantes ao tempo de 7 dias, com pequena variação entre os tamanhos acima de 60  $\mu\text{m}$ .

Os tratamentos T1 e T2 apresentaram as menores porcentagens de grandes cristais entre 100 e 200  $\mu\text{m}$  e o tratamento T0 foi o único que apresentou cristais acima de 200  $\mu\text{m}$ . Tal resultado, em comparação com a avaliação sensorial, comprova que os consumidores percebem a presença de grandes cristais, pois o tratamento-controle (T0) obteve os piores resultados em todos os atributos avaliados, exceto aparência (Figuras 15 a 18).

Tais dados corroboram também com os resultados sensoriais de PDO (Figura 13), em que os escores médios das notas apresentaram resultados semelhantes em relação à percepção da arenosidade no produto.

A dinâmica da recristalização do gelo em sorvetes vem sendo exaustivamente estudada e nem todos os fenômenos envolvidos estão totalmente explicados. No caso de *sherbets*, é raro encontrar algum trabalho científico específico e o baixo teor de gordura e a substituição dos açúcares utilizados normalmente nas formulações, por edulcorantes e proteínas solúveis como a

inulina e a polidextrose determinaram comportamentos diferenciados em relação a outras sobremesas geladas, como o sorvete.

Na pesquisa de Regand e Goff (2003), foi necessário aplicar um tratamento anterior aos ciclos de temperatura para as amostras com ou sem proteínas do leite, devido aos menores valores iniciais de tamanho dos cristais de gelo na presença de proteínas; portanto, é esperado que, nos *sherbets*, o aumento do teor de proteínas advindas da adição FLD promoveria um gradativo aumento de pequenos cristais de gelo e uma diminuição de grandes cristais, o que ocorreu diferentemente entre as proporções estudadas.

#### **4.10 Análises Reológicas**

Giarola, Pereira e Resende (2015) concluíram que os fatores significativos para as respostas reológicas de *sherbet light* de uvaia fortificado com ferro foram a concentração de ferro para o índice de fluxo ( $n$ ) e a concentração de sacarose para o índice de consistência ( $K$ ) e que o resultado positivo do ferro linear para o índice de fluxo e também para a interação entre a fortificação com ferro e a substituição da sacarose foram promovidos pelo batimento concomitante com o resfriamento daquelas formulações de *sherbets*.

Neste estudo, além da utilização da melhor concentração de ferro determinada, substituiu totalmente a sacarose por sucralose e maltitol, substituiu totalmente a glucose de milho por inulina e polidextrose, tornando o produto *diet* e ainda adicionou FLD em três concentrações, a fim de se melhorar os aspectos físicos e sensoriais do produto, acarretando respostas diferenciadas em todas as análises, dos estudos realizados em sorvetes devido a esses ingredientes.

#### 4.10.1 Caracterização do comportamento reológico de escoamento

Os dados experimentais de tensão de cisalhamento e taxa de deformação foram ajustados aos modelos reológicos de Lei de Newton e Lei de Potência. Todos os parâmetros para ambos os modelos foram significativos ( $p < 0,0001$ ), por regressão simples.

A influência dos teores de FLD nos valores de viscosidade aparente ( $\eta_{50}$ ) e nos índices de consistência (K) e índice de comportamento de fluxo (n) foi modelada estatisticamente. Os modelos foram testados quanto à falta de ajuste e significância dos parâmetros da regressão, apresentando parâmetro de regressão significativo ( $p < 0,05$ ) para o modelo de primeiro grau e falta de ajuste não significativa ( $p > 0,05$ ). Além disso, apresentaram coeficientes de exatidão superiores a 80%.

Desse modo, o modelo reológico Lei da Potência apresentou os maiores coeficientes de determinação ( $R^2 > 0,99$ ) e menores valores de quadrado médio para as misturas e para os *sherbets* (Tabelas 10 e 11).

Na Tabela 10, encontram-se os dados de viscosidade ( $\mu$ ) obtidos através dos modelos reológicos para os tratamentos das misturas prontas antes do batimento. Além dos dados de viscosidade aparente ( $\eta_{50}$ ), índice de consistência (K) e índice de comportamento de fluxo (n) das misturas.

Tabela 10 Dados obtidos para as misturas base de *sherbets diet* de uvaia fortificado com ferro adicionado com diferentes teores de farinha de linhaça dourada.

Amostra	Lei da Potência				Lei de Newton		
	K	N	RMSE	R <sup>2</sup>	$\eta_{50}$	RMSE	R <sup>2</sup>
1	0,148327	0,772517	0,1315	0,9984	0,043803	0,6372	0,9627
2	0,344963	0,752612	0,2349	0,9988	0,091587	1,4551	0,9546
3	0,560999	0,73681	0,5318	0,9972	0,136897	2,3339	0,9455
4	0,864693	0,705823	0,4088	0,999	0,178799	3,4311	0,9285

Os valores foram significativos para todos os tratamentos; dessa forma, a representação gráfica das curvas de escoamento das misturas dos tratamentos antes do batimento é mostrada na Figura 32.

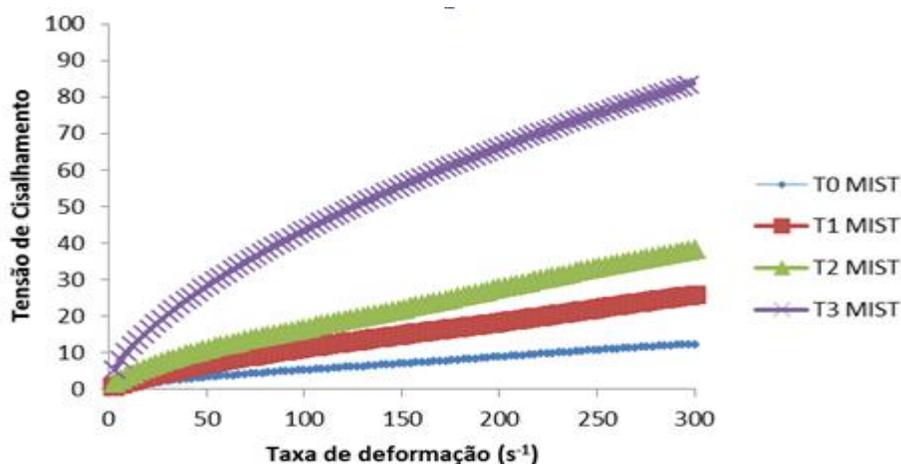
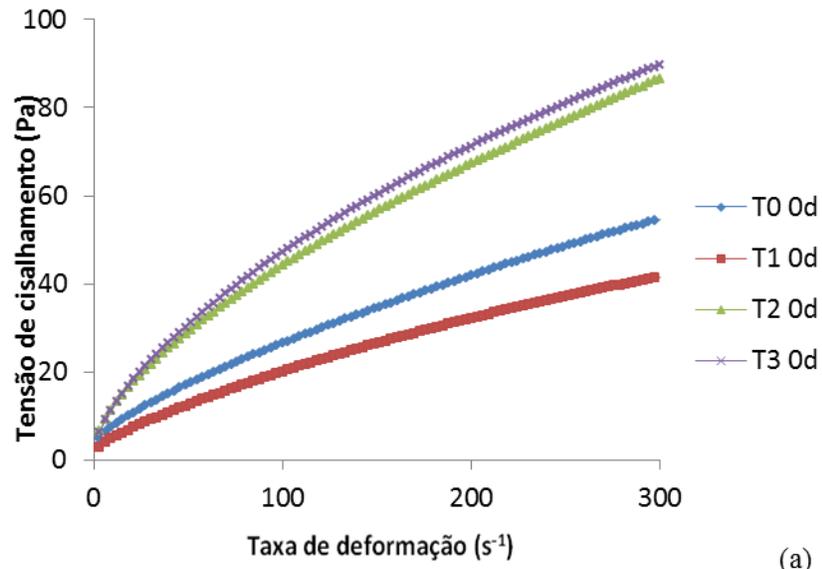


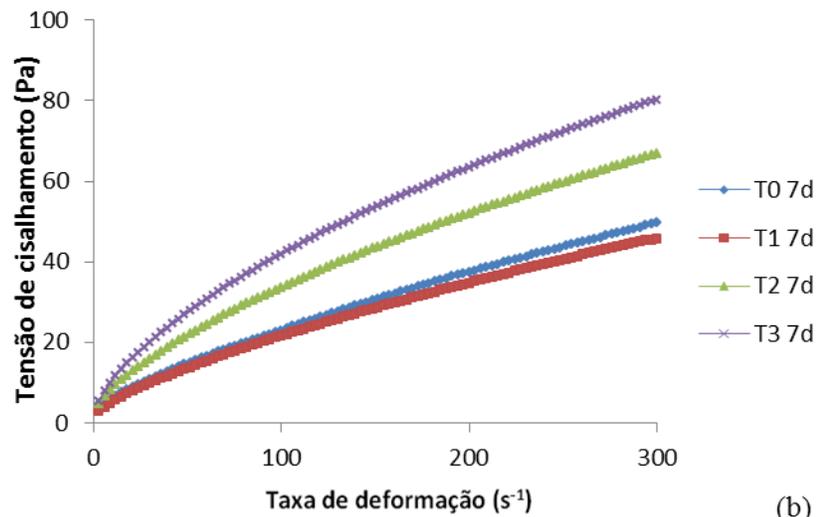
Figura 32 Reograma das curvas de escoamento das misturas dos tratamentos contendo FLD antes do batimento

Observa-se que, com o aumento da adição de FLD, aumenta-se a viscosidade dos tratamentos proporcionalmente, devido ao aumento dos agentes emulsificantes presentes na FLD. O Tratamento T3 obteve os maiores valores de viscosidade, comparados aos tratamentos T1 e T2 e em relação ao tratamento controle T0. Tal resultado aponta para uma maior sinergia e efeito emulsificante dos ingredientes utilizados na formulação base e da FLD e das interações entre eles.

A representação gráfica das curvas de escoamento dos tratamentos em função de cada um dos ciclos de temperatura adquiridos semanalmente estão demonstrados na Figura 33.



(a)



(b)

Figura 33 Reogramas representativos das curvas de escoamento dos tratamentos em função de cada um dos ciclos de temperatura, em que (a) representa os tratamentos no tempo inicial, (b) aos 7 dias, (c) aos 14 dias, (d) aos 21 dias e (e) aos 28 dias...Continua

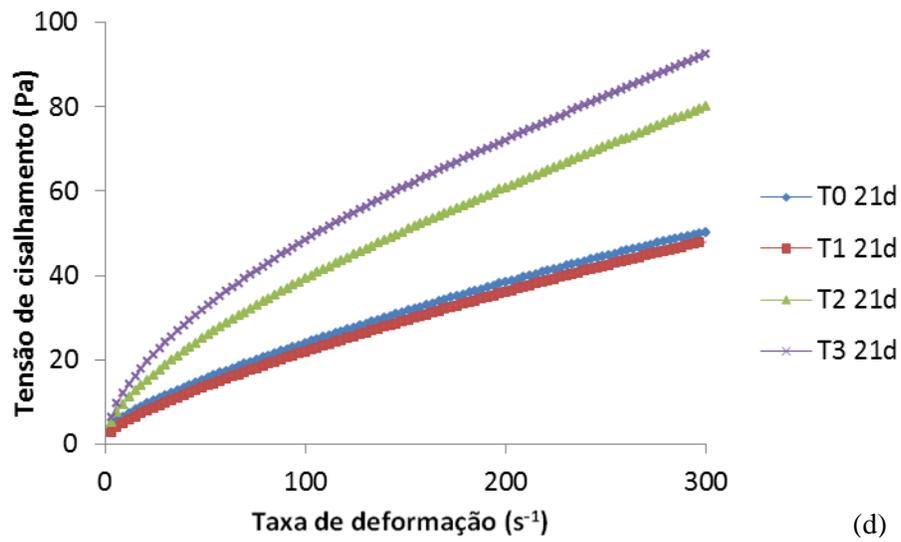
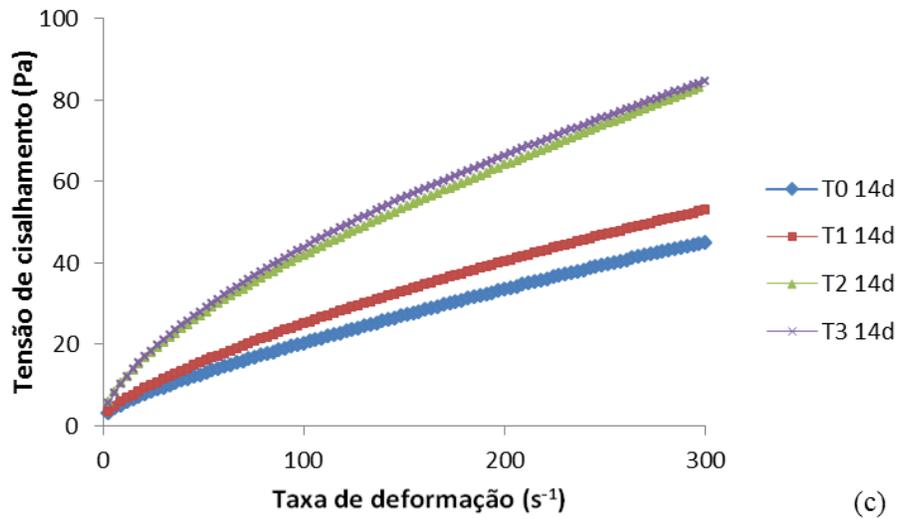


Figura 33 Reogramas representativos das curvas de escoamento dos tratamentos em função de cada um dos ciclos de temperatura, em que (a) representa os tratamentos no tempo inicial, (b) aos 7 dias, (c) aos 14 dias, (d) aos 21 dias e (e) aos 28 dias...Continua

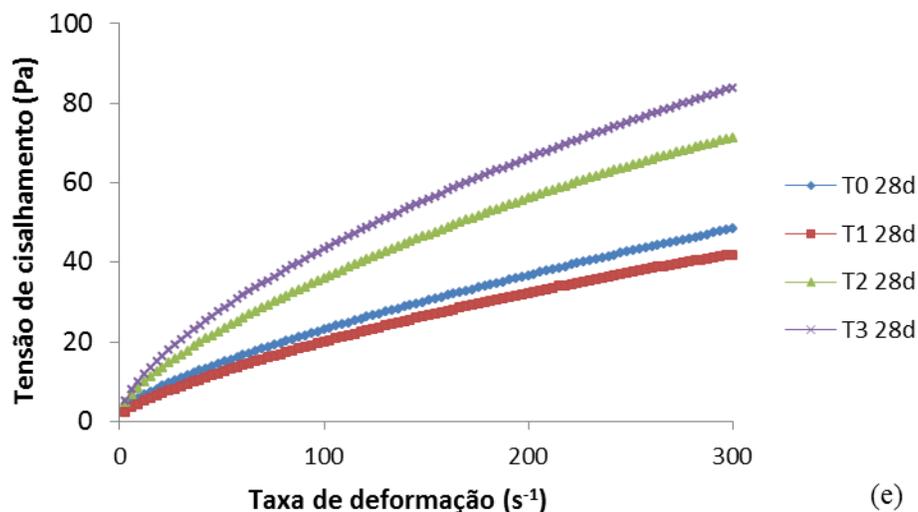


Figura 33 Reogramas representativos das curvas de escoamento dos tratamentos em função de cada um dos ciclos de temperatura, em que (a) representa os tratamentos no tempo inicial, (b) aos 7 dias, (c) aos 14 dias, (d) aos 21 dias e (e) aos 28 dias

Na Tabela 11, encontram-se os parâmetros obtidos através dos ajustes dos dados experimentais dos sherbets elaborados com diferentes teores de farinha FDL em cada ciclo de temperatura, aos modelos reológicos Lei da Potência e Lei de Newton para os tratamentos após o descongelamento. Os parâmetros são viscosidade (Lei de Newton) e índice de consistência ( $k$ ) e índice de comportamento de fluxo ( $n$ ). Os modelos foram ajustados às curvas ascendentes (aumento da taxa de deformação) após a quebra da tixotropia.

Tabela 11 Dados obtidos para os tratamentos dos *sherbets diet* de uvaia fortificados com ferro e adicionados com diferentes teores de farinha de linhaça dourada.

Tratam.	Tempo	Lei da Potência				Lei de Newton		
		k	n	RMSE	R <sup>2</sup>	η	RMSE	R <sup>2</sup>
1	0	1,39043	0,64296	0,480	0,999	0,20562	4,8845	0,8766
1	7	1,00872	0,68211	0,38	0,999	0,18379	3,8276	0,9117
1	14	0,78034	0,70987	0,414	0,998	0,16489	3,1003	0,9309
1	21	1,15384	0,66119	0,443	0,998	0,18804	4,2082	0,894
1	28	1,09051	0,66371	0,302	0,999	0,18012	3,9979	0,8967
2	0	0,93765	0,66599	0,209	0,999	0,15675	3,4738	0,8985
2	7	0,93486	0,68197	0,180	0,999	0,17020	3,552	0,9121
2	14	1,10671	0,67822	0,209	0,999	0,19749	4,182	0,909
2	21	0,83640	0,70995	0,238	0,999	0,17680	3,3257	0,9316
2	28	0,85579	0,68354	0,170	0,999	0,15710	3,2811	0,9129
3	0	2,72830	0,60529	0,283	0,999	0,33006	8,8397	0,8337
3	7	1,91091	0,62348	0,167	0,999	0,25467	6,4726	0,8561
3	14	2,42050	0,61916	0,386	0,999	0,31530	8,0827	0,8514
3	21	2,07036	0,63914	0,375	0,999	0,29998	7,2222	0,8737
3	28	1,97425	0,63044	0,277	0,999	0,27304	0,8636	6,8132
4	0	3,05378	0,59379	0,304	0,999	0,34743	9,7016	0,8172
4	7	2,64007	0,59949	0,192	0,999	0,30964	8,4938	0,8255
4	14	2,72012	0,60282	0,156	0,999	0,32473	8,8116	0,8303
4	21	3,26958	0,58461	0,213	0,999	0,35430	10,098	0,8047
4	28	2,61785	0,60860	0,247	0,999	0,32228	8,612	0,8376

A partir dos resultados encontrados, foi utilizado o modelo da Lei da Potência ( $R^2 > 0,99$ ), que obteve o melhor ajuste para construção do gráfico representativo. Analisando a Figura 41, pode-se observar que a variação da tensão de cisalhamento obtida experimentalmente em função da taxa de deformação para as quatro formulações estudadas, tanto para as misturas (Figura 40) quanto para os *sherbets*, apresentaram reogramas típicos de um fluido pseudoplástico. Um fluido pseudoplástico é aquele que apresenta uma alteração dependente do tempo em sua viscosidade, ou seja, quanto mais se submete tal fluido a esforços de cisalhamento, mais diminui sua viscosidade.

Arbuchle (1986), citado por Karaca et al. (2009) e Silva (2013), afirmam que o comportamento pseudoplástico de sorvetes ocorre devido ao comportamento dos agregados de gordura formados no produto final, já que durante o cisalhamento a estrutura desses agregados se rompe, diminuindo a viscosidade aparente. Possivelmente as diferenças de comportamento dos *sherbets* em relação aos sorvetes se dão principalmente pela diferença no nível de gordura e emulsificantes presentes no produto.

Observa-se que as amostras T2 e T3, contendo maior teor de farinha de linhaça, apresentaram uma tensão de cisalhamento maior que as amostras T0 e T1, respectivamente, em todos os momentos estudados, demonstrando um efeito de aumento da tensão de cisalhamento em relação à taxa de deformação.

Marpalle, Sonawane e Arya (2014), estudando o efeito nos parâmetros reológicos da incorporação de farinha de linhaça em massa de pão, determinaram o aumento da absorção de água, viscosidade e aderência com o aumento do nível de farinha de linhaça. Tal efeito é causado pelo aumento do hidrocoloide presente na farinha de linhaça. Ayad (2010), utilizando espectrometria de massa em tandem (LC-ESI-MS/MS) em análise de hidrolisados de linhaça, resultando na identificação de alguns peptídeos da albumina, globulina e frações de glutelina que foram encontrados e são homólogos da conlinina e quitinase IV, afirma ainda que albuminas de linhaça são compostas por uma única cadeia polipeptídica com um baixo peso molecular de 16-18 kDa e de coeficientes de sedimentação 1.6-2S; no entanto, até então, nunca haviam sido relatados a composição e identidades das proteínas presentes em farinha de linhaça (LIU et al., 2016).

Liu et al. (2016) determinaram que a conlinina é a principal proteína associada com farinha de linhaça e que desempenha um papel fundamental na determinação de suas propriedades de emulsificação.

Os resultados apontam para uma ação diferenciada da FLD dependendo da concentração utilizada, pois o tratamento T1 apresentou menores valores de tensão de cisalhamento que o tratamento controle (T0) em todos os tempos de coleta de dados, exceto no tempo 14 dias, exatamente quando se realizou a avaliação sensorial do mapa de preferência e intenção de compra.

A viscosidade aparente foi avaliada à taxa de cisalhamento de  $50\text{s}^{-1}$  para todos os tratamentos, ao longo dos tempos de armazenamento. A análise estatística demonstrou que a viscosidade aparente não se altera ao longo do tempo de armazenamento a 5% de probabilidade ( $p>0,05$ ) para cada tratamento analisado e, portanto, os gráficos não puderam ser construídos.

#### **4.10.2 Testes oscilatórios**

Para ensaios reológicos oscilatórios, inicialmente se realiza uma varredura em deformação crescente para verificação da região de viscoelasticidade linear, mantendo-se a frequência de oscilação constante. A varredura de tensão é fundamental para a avaliação do intervalo de viscoelasticidade linear, permitindo mensurar o valor máximo de tensão no qual não há quebra nem alterações na estrutura da amostra. A região viscoelástica é conhecida por ser a região onde a estrutura do gel é preservada, ou seja, os módulos de armazenamento ou elástico ( $G'$ ) e de perda ou viscoso ( $G''$ ) são independentes da frequência (SILVA, 2013).

Ensaio oscilatórios fornecem importantes informações sobre as propriedades viscoelásticas de alimentos, tais como módulo de armazenamento ( $G'$ ) e módulo de perda ( $G''$ ), os quais caracterizam o comportamento sólido (elástico) e líquido (viscoso), respectivamente. O objetivo foi avaliar as características reológicas dos *sherbets* produzidos com diferentes concentrações

de FLD através de dois testes oscilatórios: varredura de frequência e temperatura.

#### **4.10.2.1 Varredura de frequência**

Os módulos de armazenamento ( $G'$ ) e de perda ( $G''$ ) foram obtidos através de varredura de frequência, de 0,1 a 10 Hz, a  $-10^{\circ}\text{C}$ , com valor de tensão dentro do intervalo linear (10 Pa) determinado na varredura de tensão. A Figura 34 representa o módulo de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos antes dos ciclos de temperatura.

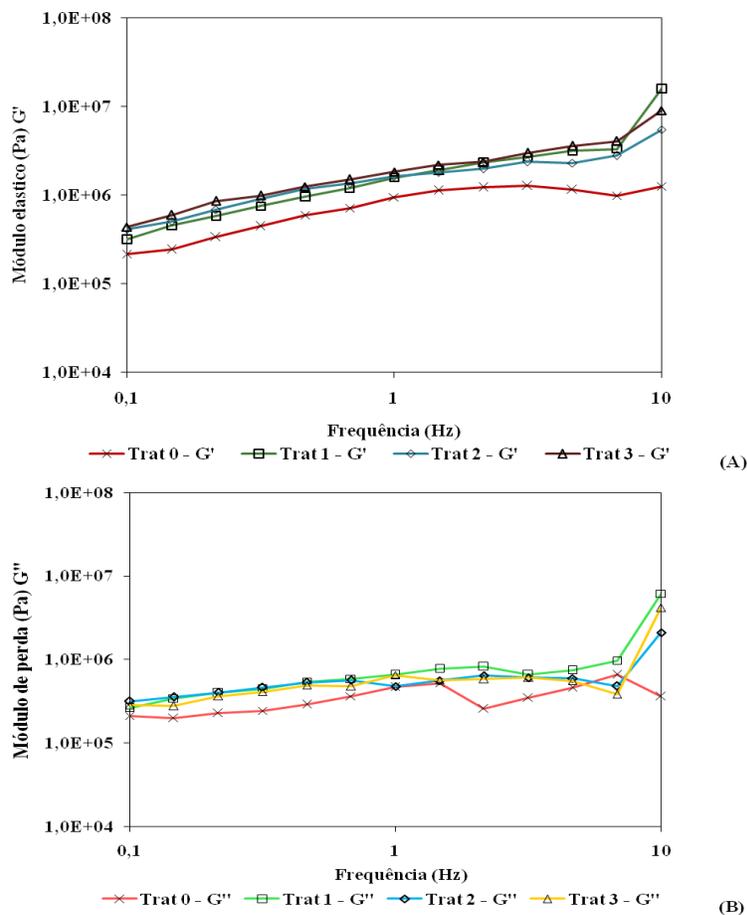


Figura 34 Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos antes dos ciclos de temperatura (tempo 0) onde Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.

Considerando todos os tratamentos e os tempos de armazenamento sob ciclismo de 0, 7, 14, 21 e 28 dias, observa-se que o tratamento sem adição de FLD apresentou os menores valores no módulo do tempo 0 até o 14<sup>o</sup> dia de armazenamento e os tratamentos com adição de 2 e 3% apresentaram os maiores valores nesse intervalo de tempo. Em todos os tempos de coleta de dados sob ciclismo, os valores do módulo de armazenamento  $G'$  dos *sherbets* foi maior que

o módulo de perda concatenando com o módulo de armazenamento  $G'$  avaliado em trabalhos prévios com sorvetes.

Em baixas temperaturas, o comportamento reológico dos sorvetes é influenciado principalmente pela fração de gelo e pela microestrutura. O módulo de armazenamento,  $G'$ , correlacionado-se bem com a dureza/rigidez, já que representa o comportamento sólido da amostra em teste. Em termos de características sensoriais, o valor de  $G'$  em baixas temperaturas pode ser correlacionado com a facilidade de boleamento do sorvete, característica importante quando se trata do manuseamento do produto no ponto de venda (ADAPA et al., 2000; WILDMOSER; SCHEIWILLER; WINDHAB, 2004).

Os tratamentos contendo FLD pouco diferiram entre si, apresentando uma maior rigidez que o tratamento controle. Todos os valores de  $G'$  aumentaram com o aumento da frequência, sendo que os valores de  $G''$  se mantiveram semelhantes até a frequência pouco acima de 1 Hz; após esse valor, em altas frequências, o comportamento do tratamento controle obteve grande variação e os demais tratamentos obtiveram comportamento semelhante.

O módulo de perda ( $G''$ ) se relaciona com o comportamento viscoso e com a fluidez dos produtos. Esse módulo se mostrou dependente da frequência somente para o tratamento controle, sendo semelhante entre os tratamentos contendo FLD. Milliatti (2013) considerou o boleamento de sorvetes contendo diferentes emulsificantes e apontou a relação dos estudos reológicos com avaliações sensoriais, sem, contudo, realizar tal estudo e ainda indicou uma avaliação microestrutural, para se entender os fenômenos envolvidos.

A Figura 35 representa o módulo de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos, após sete dias de ciclos de temperatura.

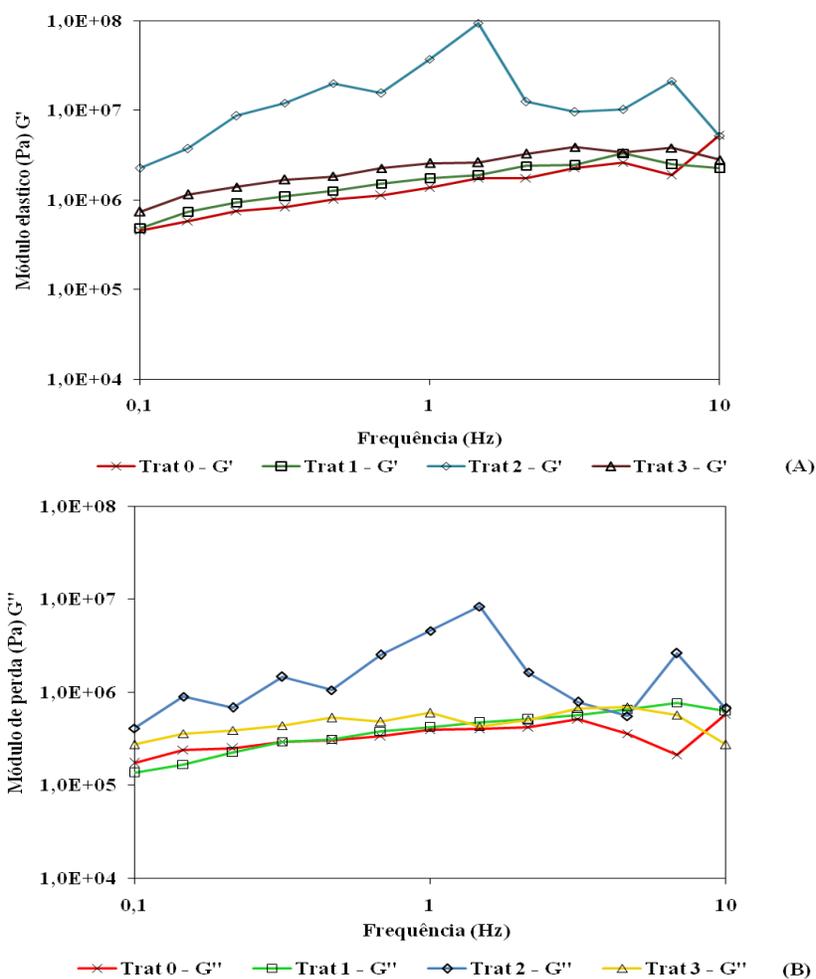


Figura 35 Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após sete dias de ciclos de temperatura onde Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.

O tratamento T2 apresentou uma grande variação dos demais tratamentos, obtendo valores muito superiores tanto no módulo de armazenamento ( $G'$ ), quanto de perda ( $G''$ ) dos demais tratamentos, que se mantiveram com valores semelhantes até quase o final da varredura de frequência, apresentando alterações na mais alta frequência aplicada. Isso pode ter sido causado por diferenças nas interações entre os ingredientes dos *sherbets*.

Tal oscilação do tratamento T2 está relacionada ao início da formação de grandes cristais de gelo, que se tornaram perceptíveis ao teste.

A Figura 36 representa o módulo de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos, após quatorze dias de ciclos de temperatura.

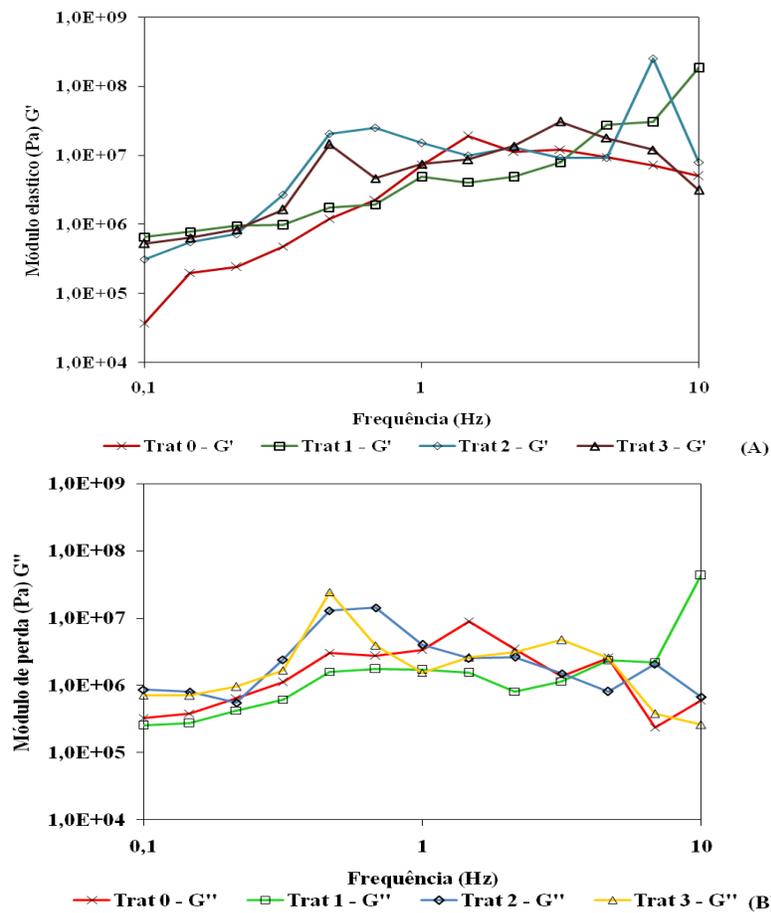


Figura 36 Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após quatorze dias de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

No tempo de quatorze dias de ciclos de temperatura, foi realizada a avaliação sensorial dos tratamentos pelos consumidores, a qual relacionamos com os resultados oscilatórios.

Observamos que em baixas frequências o tratamento controle (T0) apresenta valores inferiores a 100.000 Pa e realiza uma subida gradativa até um valor pouco superior a 1 Hz no patamar de 10.000.000 Pa. Os tratamentos contendo FLD iniciam a varredura de seu modo elástico ( $G'$ ) com valores abaixo de 1.000.000 e mantém frequências semelhantes até certo ponto, em que os tratamentos T2 e T3 aumentam de valores. O tratamento T1 mantém uma linearidade do início ao final da varredura e apresenta o maior valor ao final tanto em  $G'$  quanto em  $G''$ . Na faixa de 1 Hz, o tratamento T1 possui os menores valores de  $G'$  e  $G''$  e também foi o preferido entre os consumidores.

No módulo de perda ( $G''$ ), os valores do tratamento T1 obteve a melhor linearidade e menores valores em baixas e médias frequências. Observa-se ainda que o tratamento T3 é o único que apresenta valores de  $G'$  menores que  $G''$  a baixas frequências, alterando essa tendência em valores próximos a 1 Hz. Dessa forma, o tratamento possui nas frequências inferiores a 1Hz, uma predominância do componente viscoso em relação ao componente elástico ( $G'' > G'$ ) e, a frequências mais elevadas, um comportamento oposto ( $G'' < G'$ ), indicando tratar-se de uma solução concentrada (SILVA, 2010).

Na avaliação sensorial com os consumidores realizada no décimo quarto dia, o tratamento T1 foi o preferido pelos consumidores nos atributos textura, aspecto global e intenção de compra.

Tal resultado sugere que o tratamento T1 foi o preferido devido possuir menores valores  $G'$  e  $G''$  e possuírem a menor média de tamanho de cristais de gelo (Figuras 27 e 28).

A Figura 37 representa o módulo de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos, após vinte e um dias de ciclos de temperatura.

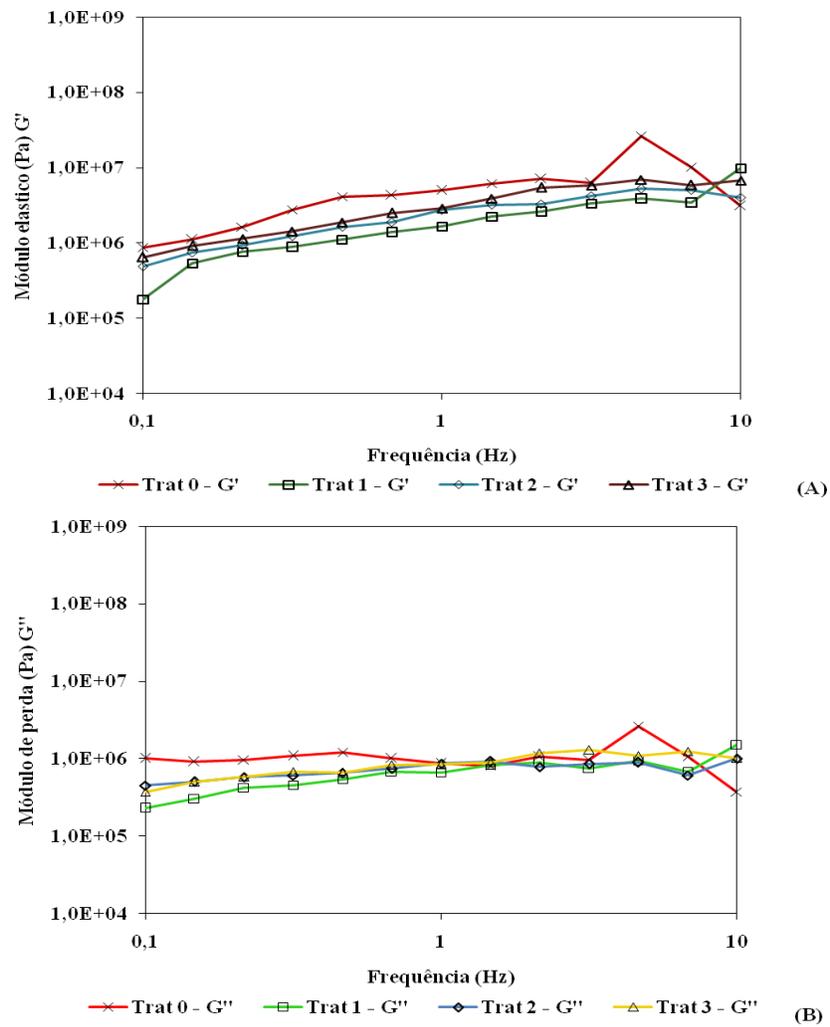


Figura 37 Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após vinte e um dias de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.

A Figura 37 demonstra que todos os tratamentos apresentam um comportamento similar por toda varredura, exceto o tratamento T0, que apresenta um pico em altas frequências caindo bruscamente na frequência mais alta e é o que apresenta valores mais altos de  $G'$  e  $G''$ . Todos os tratamentos

possuem  $G'$  maior que  $G''$  durante toda a varredura, da mesma forma que a Figura 27 demonstra uma uniformidade na distribuição dos tamanhos de cristais de gelo.

Tal resultado aponta para um maior efeito da FLD com o passar do tempo sob condições de ciclos de temperatura, o que acontece no transporte e pontos de vendas de sorvetes.

Os resultados de firmeza demonstrados na Figura 21 apontam para uma maior firmeza nos tratamentos contendo FLD. Tal firmeza sugere que o efeito da FLD seja benéfica em relação à percepção sensorial de grandes cristais de gelo e arenosidade do produto, como também às respostas reológicas dos tratamentos.

McGhee, Jones e Park (2015), estudando sorvetes de leite de cabra com alto e baixo teor de gordura, concluíram que seus resultados mostraram um aumento de cerca de três vezes na firmeza e consistência de todos os três tipos de teor de gordura após um dia de armazenamento a  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Concluíram ainda que tendência de elevação semelhante foi observada em coesividade e índice de viscosidade de todos os produtos testados, provavelmente devido ao endurecimento da textura dos produtos congelados após o armazenamento de 1 dia. Independentemente do nível de gordura dos tratamentos de baixo teor de gordura de sorvete de leite de cabra, todas as propriedades texturais após 56 dias de armazenamento sob congelado, revelou elevações substanciais, especialmente na firmeza e consistência, características comparadas com à do sorvete original com variações extremamente altas.

A Figura 38 representa o módulo de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos, após vinte e oito dias de ciclos de temperatura.

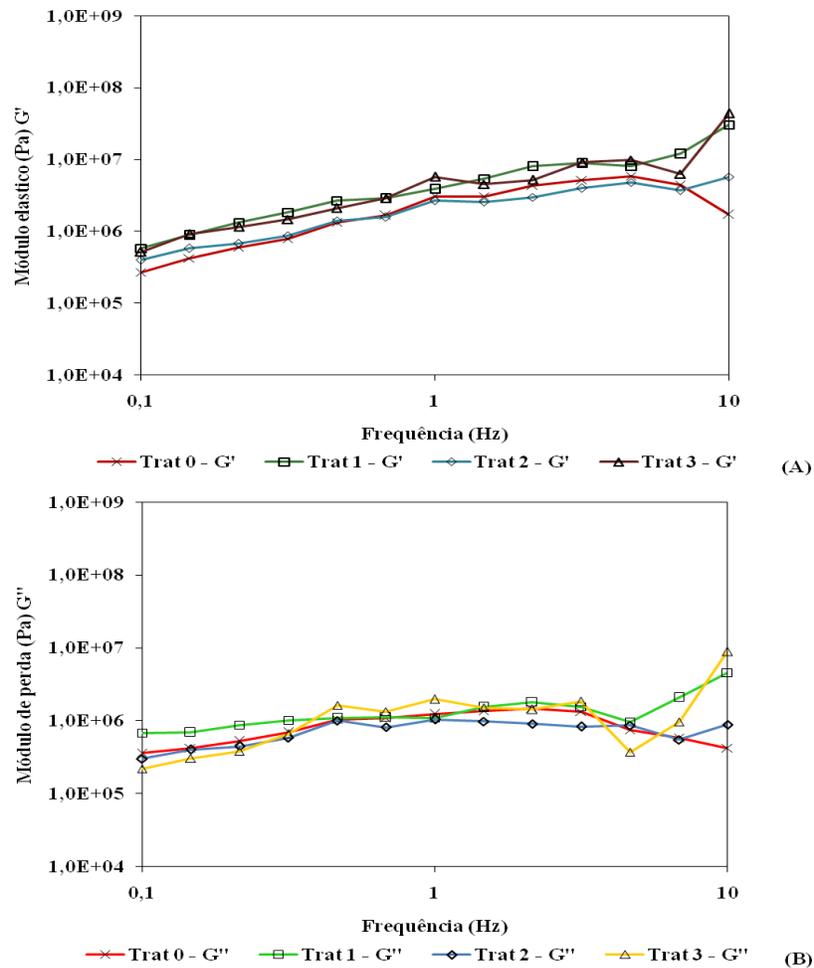


Figura 38 Representação gráfica dos módulos de armazenamento (A) e de perda (B) dos tratamentos após vinte e oito dias de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.

Observa-se que todos os tratamentos possuem uma linearidade tanto no módulo  $G'$  quanto no  $G''$  em baixas e médias frequências, havendo um ponto de rebaixamento e um brusco aumento de ambos os módulos para o tratamento T3 em altas frequências. O tratamento controle (T0) apresentou um declínio para

ambos os módulos em altas frequências tendo os tratamentos T1 e T2 apresentado uma linearidade em toda a varredura de frequência.

Aime et al. (2001), relataram que, em seu painel de avaliadores treinados, o baixo teor de gordura e sorvetes livres gordura demonstram ter propriedades de menor viscosidade, lisura e revestimento da boca, enquanto os atributos sensoriais da amostra controle foi comparável ao sorvete creme tradicional de leite de vaca, sabor baunilha. Eles também observaram que houve uma boa correlação entre os valores de firmeza instrumentalmente determinadas e os resultados sensoriais. Comparado com sorvetes tradicionais, os sorvetes de baixo teor de gordura deverão ter menor sabor e qualidade textural (BERGER, 1990; MARSHALL; GOFF; HARTEL, 2003). Os resultados reológicos de varredura de tensão se relacionam com todas as análises de textura, sensoriais e recristalização do gelo.

Wildmoser, Scheiwiller e Windhab (2004) correlacionaram o tamanho dos cristais de gelo, medidos por microscopia, com o módulo  $G'$  e verificaram que formulações com menores cristais de gelo apresentam valores de  $G'$  inferiores.

A Tabela 12 representa os valores médios obtidos por análise de variância do módulo de armazenamento ( $G'$ ) ao longo dos tempos de ciclos de temperatura na frequência de 1 Hz.

Na frequência associada à faixa de tensão do consumo de sorvetes (1 Hz), não houve diferença significativa para o módulo de armazenamento entre os tratamentos e os gráficos não puderam ser construídos.

Tabela 12 Valores médios obtidos para o módulo de armazenamento ( $G'$ ) ao longo dos ciclos de temperatura na frequência de 1 Hz.

F.V.	G. L.	S. Q.	Q. M.	F. c.	Valor-p
Tratamento	1	3,0182e+13	3,0182e+13	0,4147	0,5282
Tempo	1	3,7070e+12	3,7070e+12	0,0509	0,8241
Resíduo	17	1,2373e+15	7,2784e+13		

A Tabela 13 representa os valores médios obtidos por análise de variância do módulo de perda ( $G''$ ), ao longo dos tempos de ciclos de temperatura na frequência de 1 Hz.

Tabela 13 Valores médios obtidos para o módulo de perda ( $G''$ ) ao longo dos ciclos de temperatura na frequência de 1 Hz.

F.V.	G. L.	S. Q.	Q. M.	F. c.	Valor-p
Tratamento	1	1,9508e+11	1,9508e+11	0,1185	0,7349
Tempo	1	2,8996e+11	2,8996e+11	0,1761	0,6800
Resíduo	17	2,7990e+13	1,6465e+12		

Também na frequência associada à faixa de tensão do consumo de sorvetes (1 Hz) não houve diferença significativa para o módulo de perda entre os tratamentos, e os gráficos não puderam ser construídos.

#### 4.10.2.2 Varredura de temperatura

Quando os sorvetes estão completamente congelados, é esperado um módulo de armazenamento ( $G'$ ) máximo devido à fração máxima de sólidos. O módulo de perda ( $G''$ ) tende a aumentar com o aumento da temperatura devido à diminuição da fração de gelo e da viscosidade; assim, a capacidade de escoamento dos sorvetes será reduzida (GRANGER et al., 2004). A caracterização das formulações de sorvete por ensaio oscilatório com variação da temperatura permite a avaliação conjunta das análises mecânicas e térmicas, a fim de obter mais informações referentes à estrutura do produto (GRANGER et al., 2005).

O comportamento reológico dos módulos elástico (A) e de perda (B) dos tratamentos em função da temperatura, antes ciclos de temperatura, pode ser observado na Figura 39.

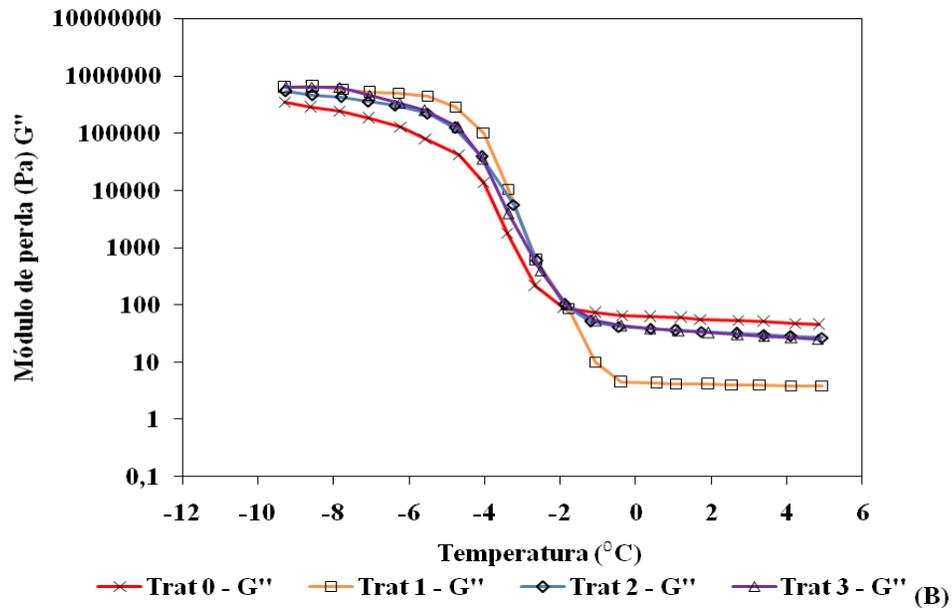
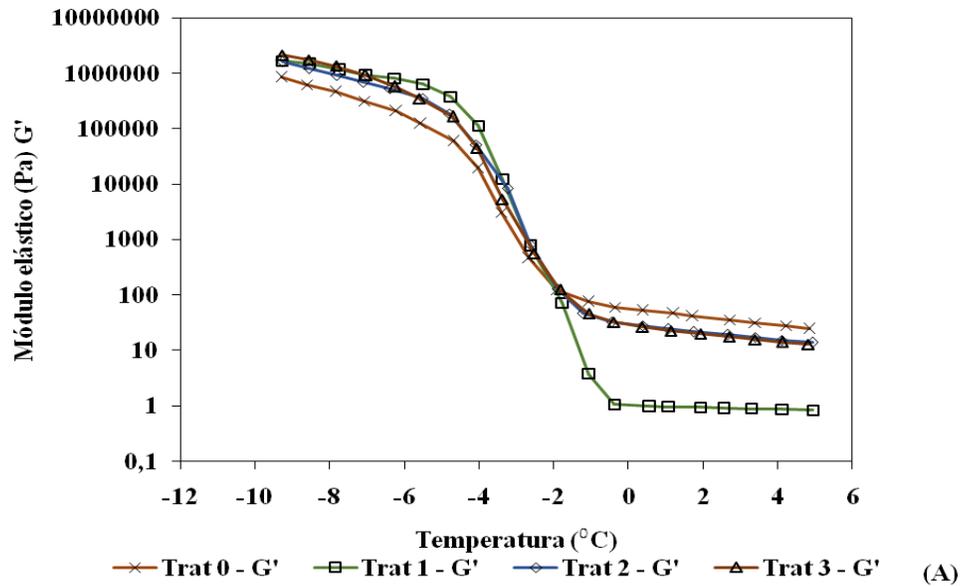


Figura 39 Representação gráfica da varredura de temperatura no módulo elástico (A) e viscoso (B) dos tratamentos antes dos ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente.

Um alto valor de  $G'$  a  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  caracteriza um produto rígido e bem estruturado (MILLIATTI, 2013). Antes dos ciclos de temperatura entre  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , é observado, para todas as formulações e em todos os tempos, um grande declínio no módulo de armazenamento. Nessa faixa de temperatura, variações em  $G'$  estão correlacionadas com a perda das interações cooperativas entre os cristais de gelo, associadas com o seu derretimento, acarretando um produto de menor rigidez; diluição da fase não congelada e modificação no rearranjo da microestrutura (GRANGER et al., 2004; 2005). Sensorialmente, uma curva de maior inclinação indica que o sorvete fornecerá uma maior sensação de gelado durante consumo (WILDMOSER; SCHEIWILLER; WINDHAB, 2004).

Na faixa de temperatura de  $-10$  a  $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , todos os tratamentos apresentam pouca variação nos valores de  $G'$  e, portanto, não possuem grandes variações nos tamanhos de cristais de gelo.

*Sherbets*, por possuírem uma maior fração de água e menor proporção de gordura que sorvetes, causam uma maior sensação de gelado ao consumidor.

A Figura 40 mostra representação gráfica da varredura de temperatura nos módulos elástico (1) e viscoso (2) aos sete dias (A), aos quatorze dias (B), aos vinte e um dias (C) e aos vinte e oito dias (D) de ciclos de temperatura.

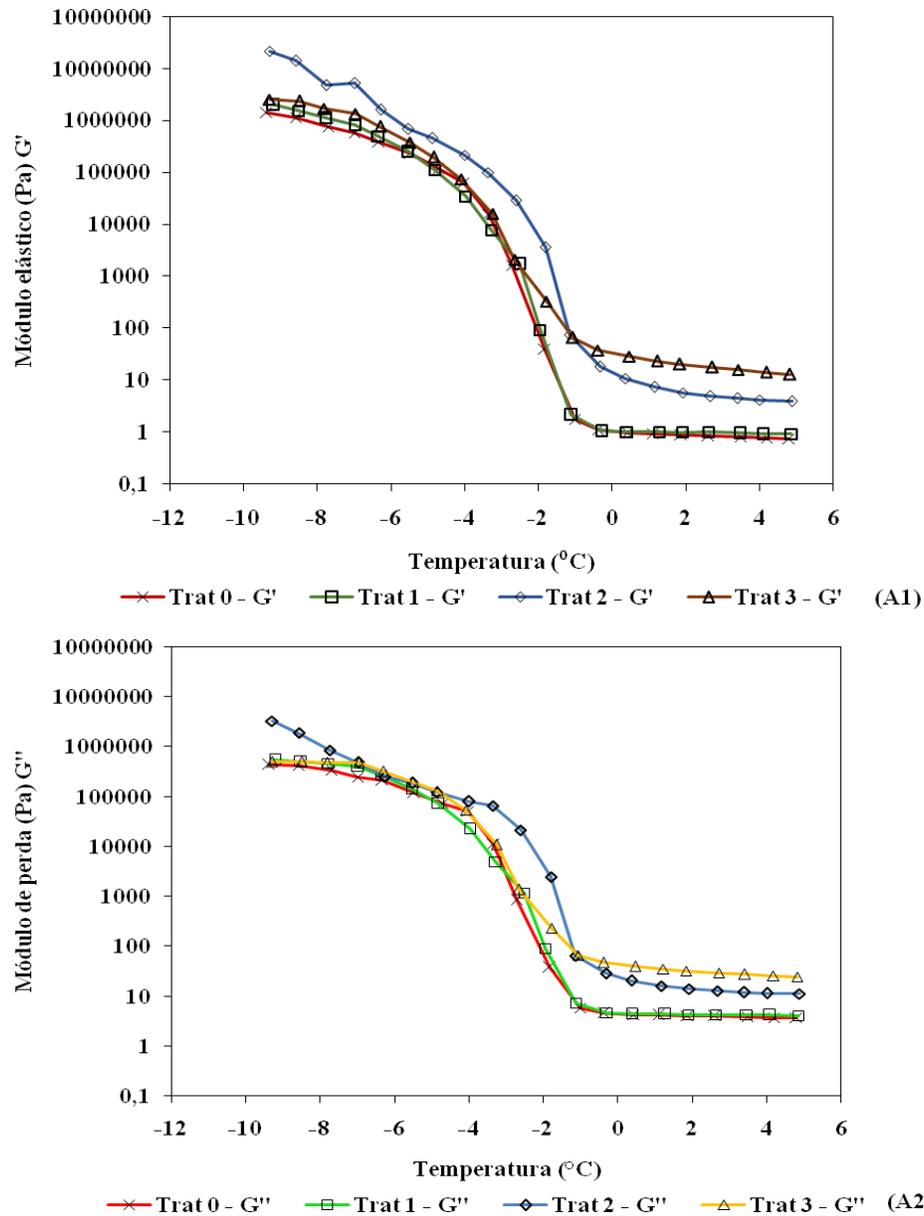


Figura 40 Representação gráfica da varredura de temperatura nos módulos elástico (1) e viscoso (2) aos sete dias (A), aos quatorze dias (B), aos vinte e um dias (C) e aos vinte e oito dias (D) de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente. Continua...

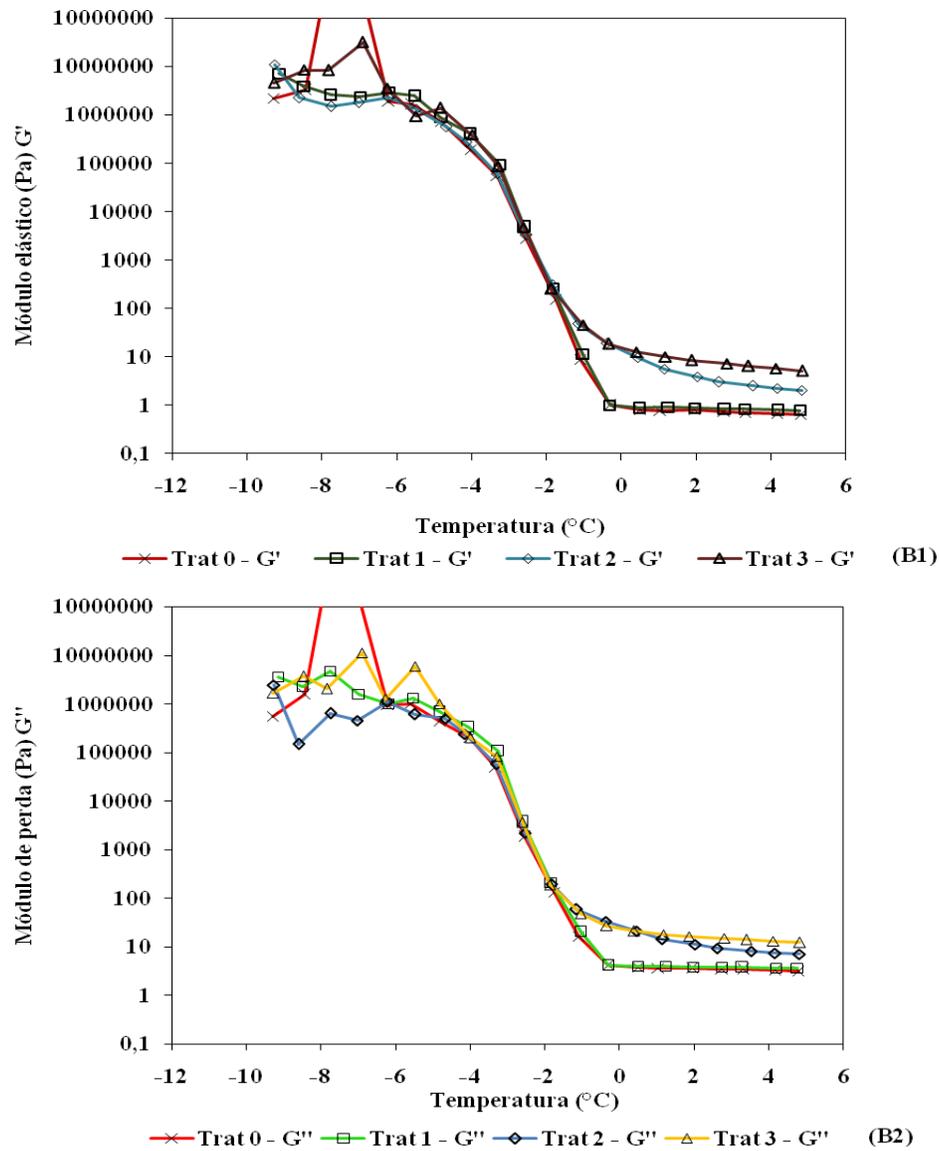


Figura 40 Representação gráfica da varredura de temperatura nos módulos elástico (1) e viscoso (2) aos sete dias (A), aos quatorze dias (B), aos vinte e um dias (C) e aos vinte e oito dias (D) de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente. Continua...

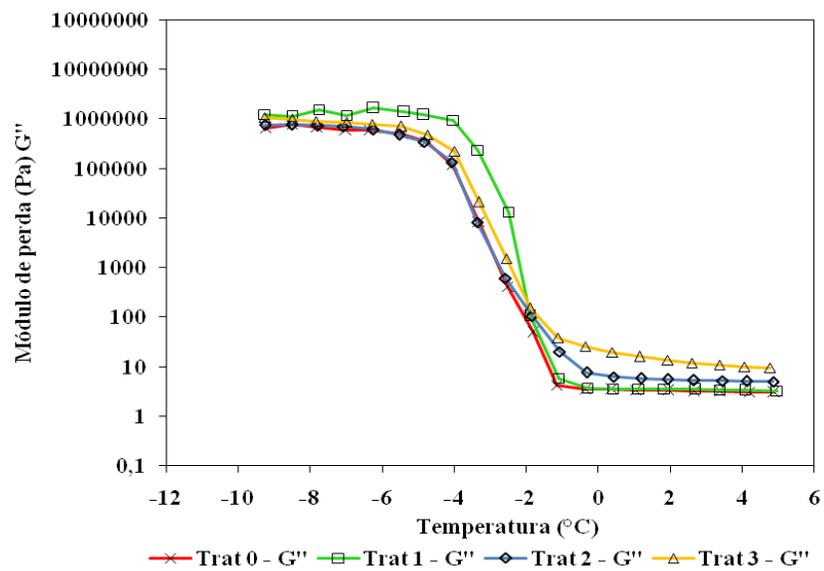
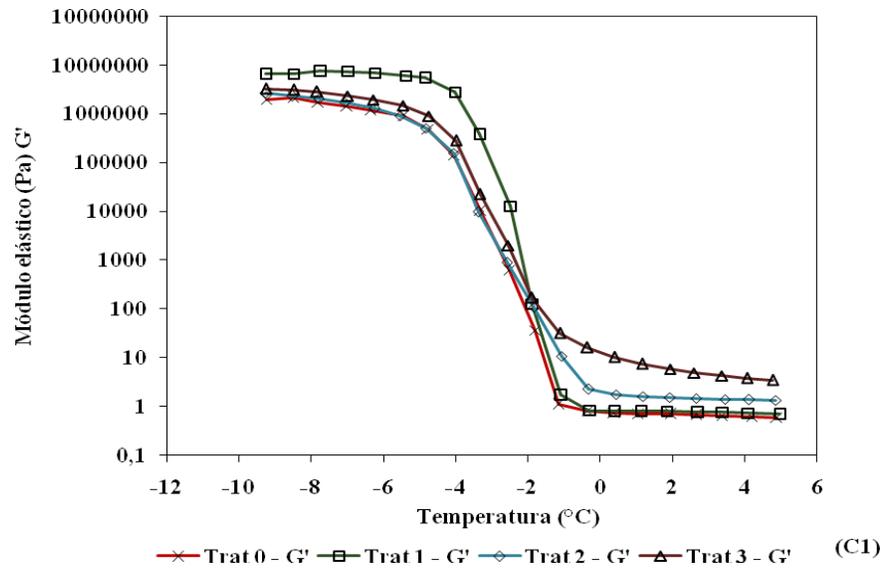


Figura 40 Representação gráfica da varredura de temperatura nos módulos elástico (1) e viscoso (2) aos sete dias (A), aos quatorze dias (B), aos vinte e um dias (C) e aos vinte e oito dias (D) de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente. Continua...

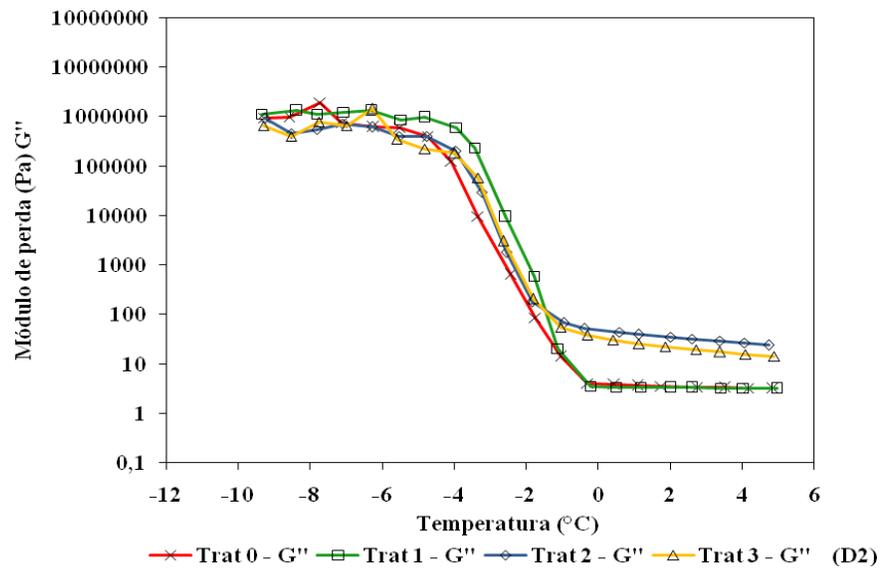
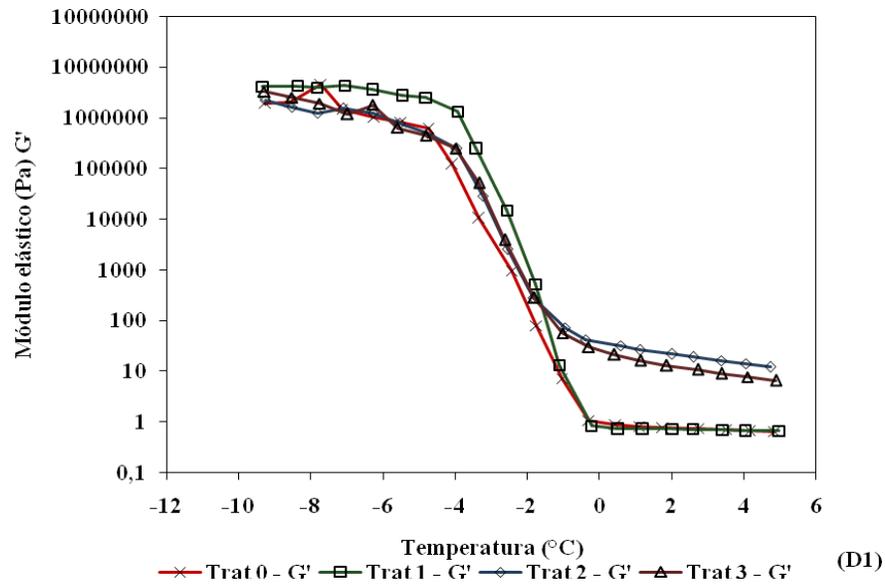


Figura 40 Representação gráfica da varredura de temperatura nos módulos elástico (1) e viscoso (2) aos sete dias (A), aos quatorze dias (B), aos vinte e um dias (C) e aos vinte e oito dias (D) de ciclos de temperatura, em que Trat 0, 1, 2 e 3 representam 0, 1, 2 e 3% de FLD, respectivamente

Observa-se que  $G'$  se apresenta com valores maiores que  $G''$  na menor temperatura para todos os tratamentos no tempo 0 e 7 dias, comprovando uma grande interação cooperativa entre os cristais de gelo, comprovando também as medidas de firmeza (figura 26), que demonstram não haver grande diferença entre todos os tratamentos até esse tempo de ciclos de temperatura de congelamento, alterando-se a partir deste ponto.

Aos 14 dias, somente os tratamentos T1 e T2 apresentaram maiores valores de  $G'$  na menor temperatura de análise, e esses valores mudam aos 21 e 28 dias, em que os tratamentos T1 e T2 apresentam os maiores valores de  $G'$  na maior temperatura.

Pode-se verificar que exceto os tratamentos T0 e T3 aos 14 dias, T0 e T1 aos 21 e 28 dias, todos os *sherbets* apresentaram maior valor do módulo de armazenamento ( $G'$ ) na menor temperatura (-10 °C).

Tais resultados confirmam a afirmação de Milliatti (2013) e são comprovadas neste estudo através da avaliação sensorial com os consumidores (figuras 19 a 22) em que foram preferidos os tratamentos T0 e T1 quanto ao sabor, textura, aspecto global e T1 em intenção de compra.

O efeito dos ciclos de temperatura são notados a partir de sete dias (tempo 7) de ciclos de temperatura, em que os valores de  $G'$  começam sofrer redução a partir do momento em que a temperatura começa a reduzir, não apresentando uma faixa de temperatura em que se têm os valores sem grandes variações. A partir de aproximadamente -5 °C, tem-se uma maior redução nos valores de  $G'$ , o que representa uma maior redução na quantidade de cristais de gelo a partir dessa temperatura.

Já no tempo 14, os valores de  $G'$  e  $G''$  começam a sofrer alterações a partir do momento em que a temperatura começa a reduzir, não apresentando uma faixa de temperatura em que se têm os valores sem grandes variações. A partir de aproximadamente -4 °C, tem-se uma maior redução nos valores de  $G'$ ,

o que representa uma maior redução na quantidade de cristais de gelo a partir dessa temperatura. As medidas de tamanho de cristais de gelo realizadas anteriormente neste estudo demonstram uma maior quantidade de grandes cristais para os tratamentos T0 e T3 na faixa de temperatura de captura de imagens (-8 a -10 °C), o que também é comprovado na avaliação sensorial com os consumidores (Figuras 15 a 18).

Aos vinte e um dias, na faixa de temperatura entre -10 e -5 °C, observa-se que em todos os tratamentos o valor de  $G'$  permanece maior que  $G''$ , sem grande variação e, da mesma forma, que em todos os tempos de estudo, a partir de cerca de -5 a -4 °C, passam a ter uma grande variação devido ao derretimento dos cristais de gelo, como mostra a Figura 27 nas análises de DSC. Observa-se também que o tratamento T1 apresenta os maiores valores de  $G'$  e  $G''$  nas mais baixas temperaturas.

Ao final dos ciclos de temperatura, aos vinte e oito dias, somente o tratamento T1 apresentou pouca variação no módulo de armazenamento ( $G'$ ) na faixa de temperatura de -10 a -5 °C, enquanto os demais tratamentos sofrem alterações nessa faixa de temperatura. No entanto essa variação é mais elevada após a temperatura de -5 °C. O módulo viscoso passa a ter uma variação mais elevada a -4 °C. A figura 26 demonstra que, ao final dos ciclos de temperatura, o tratamento T1 apresenta a menor firmeza, o que é comprovado na varredura de temperatura, pois esse tratamento apresenta um comportamento no derretimento mais estável.

Verificando-se em qual faixa de temperatura ocorre o cruzamento das curvas de  $G'$  e  $G''$ , ou seja, em qual temperatura o comportamento de líquido passa a predominar em relação ao comportamento sólido ( $G'' > G'$ ), verificamos que todos os tratamentos permaneceram na faixa de -2 a -0,5 °C do tempo inicial até o tempo de 7 dias, tendo o tratamento T2 apresentado maiores valores de  $G'$  e  $G''$  na faixa de -10 a -1 °C; no tempo 14 dias, os tratamentos apresentaram

valores na faixa de -2 a -1 °C; no tempo 21 dias, valores na faixa de -2,5 a -1 °C e, finalmente, aos 28 dias, valores na faixa de -2 a 0,4 °C.

Os maiores valores de  $G'$  e  $G''$  para o tratamento T2 aos 7 dias também é visível em toda a varredura de frequência realizada a -10 °C (Fig. 43).

Também foi verificada a temperatura final de queda de  $G'$ , determinando a temperatura de derretimento final. No tempo 0, após -0,4 °C, não se observam grandes variações no valor de  $G'$  para todos os tratamentos tendo o tratamento T1 apresentado os menores valores de  $G'$  a partir de -2 °C. No tempo 7, também não se observam grandes variações de  $G'$ , mas a partir de -0,3 °C. A partir deste tempo de ciclos de temperatura, as amostras apresentam um comportamento um pouco diferenciado sendo que os tratamentos T0 e T1 não possuem grandes variações após -0,3 °C e os tratamentos T2 e T3, após 1 °C. Aos 21 dias, os tratamentos voltam a apresentar um comportamento igual ao tempo 0, não apresentando grandes diferenças a partir de -0,4 °C. Esse comportamento diferente continua aos 28 dias, e os tratamentos T0 e T1 não apresentam grandes diferenças a partir de -0,2 °C e T2 e T3 após 2 °C, mas ainda com uma variação considerável em relação aos outros tratamentos.

Esses resultados podem ser explicados a partir da obtenção dos tamanhos dos cristais de gelo. Com o aumento do tamanho e a distribuição do gelo na matriz congelada, obtemos valores diferentes tanto na varredura de frequência quanto na de temperatura, pois maiores cristais de gelo demandariam mais tempo para derreter.

Regand e Goff (2003) afirmaram que durante o protocolo de ciclos de temperatura, formas diferentes da recristalização foram observadas nas análises de microscopia, tais como acreção (fusão de cristal), arredondamento e derretimento/regressão no arrefecimento. Tais fenômenos podem influenciar diferentemente as respostas na reologia oscilatória.

As formulações em estudo possuem ingredientes jamais utilizados em conjunto em sobremesas geladas e a literatura não apresenta trabalhos sobre a fortificação com ferro em *sherbets* ou outra sobremesa gelada. Dessa forma, carece o presente estudo de similares para comparações. Os resultados sugerem que deve existir uma interação entre o ferro bisglicinato quelato utilizado, o emulsificante/estabilizante comercial, a inulina e a polidextrose e, principalmente a FLD em vários de seus constituintes, especialmente a conlinina, fibras solúveis e insolúveis e o ácido linoleico.

Soukoulis, Chandrinos e Tzia (2008) concluíram em seus estudos sobre a adição de fibras dietéticas em soluções modelos de polisacarídeos/sacarose e sorvetes, que o enriquecimento de sorvete com fibras dietéticas é uma eficaz maneira de melhorar aspectos nutricionais e fisiológicos e promover funcionalidade, influenciando propriedades reológicas e térmicas do produto final.

## 5 CONCLUSÕES

As análises sensoriais observaram que a adição de FLD melhorou os atributos sensoriais do produto em todas as formulações, tendo o produto boa aceitação e intenção de compra pelos consumidores. A análise com os consumidores e de PDO determinaram que o tratamento T1, contendo 1% de adição de FLD, obteve o melhor escore e apresentou uma maior linearidade ao longo do tempo e no final do tempo estipulado.

Nas análises físicas e químicas das formulações, os resultados somente foram significativos quanto ao teor de cinzas para o tratamento T3 devido à porcentagem da adição, o que era esperado. Os resultados para pH e % de acidez demonstraram que a FLD possui também propriedades neutralizantes da acidez do produto.

Os resultados para as propriedades sensoriais, térmicas, microestruturais e comportamento reológico mostraram que a adição de FLD a 1% alteraram as propriedades térmicas, microestruturais e reológicas, melhorando significativamente a taxa de derretimento dos *sherbets*, o tamanho e a taxa de recristalização do gelo, o escoamento e viscoelasticidade.

Com base nos resultados apresentados, conclui-se que a adição de FLD deve ser de 1%, para se obter um produto *diet* de boa aceitação e intenção de compra, pois melhora todos os parâmetros estudados.

## REFERÊNCIAS

ADAPA, S.; DINGELDEIN, H.; SCHMIDT, K. A.; HERALD T. J. Rheological properties of ice cream mixes and frozen ice creams containing fat and fat replacers. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 83, n.10, 2000.

AGUILERA, J.M.; STANLEY, D.W. **Microstructural principles of food processing & engineering**. London: Elsevier Applied Science, 1990. 343p.

AIME, D.B. et al. Textural analysis of fat reduced vanilla ice cream products. **Food Research International**, Toronto, v. 34, p. 237-246, 2001.

AKALIN, A. S.; KARANGOZLU, C.; UNAL, G. Rheological properties of reduced-fat and low-fat ice cream containing whey protein isolate inulin. **European Food Research and Technology**, Berlin, v. 227, p. 889-895, 2008.

AKHTAR, M.; MURRAY, B. S.; DICKINSON, E. Perception of creaminess of model oil-in-water dairy emulsions: influence of the shear-thinning nature of a viscosity-controlling hydrocolloid. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v.20, p.839–847, 2006.

AKOH, C. C. Fat replacers. **Food Technology**, Chicago, v. 52, p. 47–53, 1998.

AMERICAN DIETETIC ASSOCIATION. Position of the American Dietetic Association: fat replacers. **Journal of the American Dietetic Association**, Chicago, v. 105, n. 2, p. 266-275, 2005.

AMERICAN DIETETIC ASSOCIATION. Position of the American Dietetic Association: use of nutritive and nonnutritive sweeteners. **Journal of the American Dietetic Association**, Chicago, v. 104, n. 2, p. 255-275, 2004.

ANDERSEN, O.; ANDERSEN, V.U. **As frutas silvestres brasileiras**. 2.ed. Rio de Janeiro: Edições Globo, 1988.203p.

ANDERSON, J.B. Minerais. In: MAHAN, L. K.; ESCOTT-STUMP, S.; KRAUSE, M. V. **Alimentos, nutrição e dietoterapia**. São Paulo: Roca, 2005. p.107-145.

ARBUCKLE, W.S. **Ice cream**. 3. ed. Westport: Avi, 1977. 517p.

ARBUCKLE, W.S. **Ice cream**. 3ª ed. Westport: Avi, 1986. 482p.

ARES, G.; BRUZZONE, F.; GIMÉNEZ, A. Is a consumer panel able to reliably evaluate the texture of dairy desserts using unstructured intensity scales? evaluation of global and individual performance. **Journal of Sensory Studies**, Westport, v. 26, p. 363–370, 2011.

ASSOCIATION OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 18.ed. Washington, 2007. v.1-2.

AYAD, A. A. **Characterization and properties of flaxseed protein fraction characterization and properties of flaxseed protein fractions**. 2010. 180p. Thesis (Science and Agricultural)– University Montreal, Montreal, 2010.

BAHRAMPARVAR, M.; GOFF, H. D. Basil seed gum as a novel stabilizer for structure formation and reduction of ice recrystallization in ice cream. **Dairy Science & Technology**, Paris, v. 93, p. 273-285, May 2013.

BALTUSSEN, R.; KNAI, C.; SHARAN, M. Iron fortification and iron supplementation are cost-effective interventions to reduce iron deficiency in four subregions of the world. **Journal of Nutrition**, Philadelphia, v.134, p. 2678-2684, 2004.

BERGER, K. G. In: Larsson, K.; FRIBERG, S.E. (Ed.). **Ice cream in food emulsions**. 2<sup>nd</sup> ed. New York: M. Dekker, 1990. p. 367.

BERTOLINO, D. B. M. **Fracionamento e identificação de proteínas de linhaça dourada (*Linum usitatissimum* L.) associadas aos metais Cu, Fe e Zn**. 2015. 93p. Tese. (Doutorado em Química) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.

BLACK, M. M. Micronutrient deficiencies and cognitive functioning. **Journal Of Nutrition**, Philadelphia, v. 133, p. 3927-3931, 2003.

BLEIBAUM, R.N. et al. Comparison of sensory and consumer results with electronic nose and tongue sensors for apple juices. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 13, p. 409–422, 2002.

BOLLIGER, S. GOFF, H. D.; THARP, B. W. Correlation between colloidal properties of ice cream mix and ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v.10, p.303-309, 2000.

BOLLIGER, S. et al. Influence of emulsifiers on ice cream produced by conventional freezing and low-temperature extrusion processing. **International Dairy Journal**, Barking, v.10, p.497-504, 2000.

BOURNE, M. C. **Food texture and viscosity: concept and measurement**. New York: Academic, 2002. p. 427.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Portaria nº 379, de 26 de abril de 1999**. Disponível em: <[http://www.anvisa.gov.br/legis/portarias/379\\_99.htm](http://www.anvisa.gov.br/legis/portarias/379_99.htm)>. Acesso em: 10 jul. 2010.

BRASIL. Portaria SVS/MS nº. 29, de 13 de janeiro de 1998. Regulamento técnico referente a alimentos para fins especiais. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, 15 jan. 1998. Seção 1.

BRASIL. Resolução ANVS/MS nº. 386 de 05 de agosto de 1999. Regulamento Técnico que aprova o uso de Aditivos Alimentares segundo as Boas Práticas de Fabricação e suas funções. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, 9 ago. 1999a, Seção 1.

BRASIL. Resolução RDC ANVISA/MS nº. 234, de 19 de agosto de 2002. Regulamento Técnico Sobre Aditivos utilizados segundo as Boas Práticas de Fabricação e Suas Funções. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, 21 ago. 2002. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 62, de 26 de agosto de 2003. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais para Análises Microbiológicas para Controle de Produtos de Origem Animal e Água. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 18 set. 2003. Seção 1, p. 14.

BRASIL. Ministério de Estado da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 379 de 26 de Abril de 1999. Aprova o Regulamento Técnico referente a gelados comestíveis, preparados, pós para o preparo e bases para gelados comestíveis, constante do anexo desta Portaria. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, abr. 1999b.

BRASIL. Portaria nº 730, de 13 de maio de 2005a. Institui o Programa Nacional de Suplementação de Ferro, destinado a prevenir a anemia ferropriva e dá outras providências. **Diário oficial [da] União**, 17 maio 2005. Disponível em: <<http://e-legis.anvisa.gov.br/leisref/public/showAct.php?id=18512>>. Acesso em: 20 jul. 2010.

BRASIL. Resolução n. 269 de 22 de setembro de 2005b. Regulamento técnico sobre a ingestão diária recomendada (IDR) de proteína, vitaminas e minerais. **Diário oficial [da] União**, 26 set 2005. Disponível em: <<http://e-legis.anvisa.gov.br/leisref/public/showAct.php?id=18828>>. Acesso em: 20 jul. 2010.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Portaria nº 540, de 27 de outubro de 1997. Aprova o regulamento técnico: aditivos alimentares-definições, classificação e emprego. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, 28 de out. 1997.

CAMPOS, B. E. et al. Optimization of the mucilage extraction process from chia seeds and application in ice cream as a stabilizer and emulsifier. **LWT-Food Science and Technology**, San Diego, v. 65, p. 874-883, Jan. 2016.

CAMPOS, M. B. Aplicação de sucralose em iogurtes e preparados de frutas para iogurtes. **Food Ingredients**, Arnhem, n. 19, p. 68-71, 2002.

CÂNDIDO, L. M. B.; CAMPOS, A. M. **Alimentos para fins especiais: dietéticos**. São Paulo, Livraria Varela, 1996. 423p.

CARVALHO, P. R. N. **Análises de vitaminas em alimentos: manual técnico**. Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1988. 108p.

CHANG, Y.; HARTEL, R.W. Estability of aircells in ice cream duringhardeningandstorage. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.55, p.59-70, 2002a.

CHANG, Y.; HARTEL, R.W. Development of air cells in a batch ice cream freezer. **Journal of Food Engineering**, Essex, v.55, p.71-78, 2002b.

CLARKE, C. **The science of ice cream**. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 2004.187 p.

COOK, K. L. K.; HARTEL, R.W. mechanisms of ice crystallization in ice cream production. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, Madison, v.9, p. 213-222, mar. 2010. Disponível em: <[http://apps.isiknowledge.com/full\\_record.do?product=WOS&search\\_mode=GeneralSearch&qid=40&SID=2DhL@mA3OGDPncb4ICO&page=1&doc=1](http://apps.isiknowledge.com/full_record.do?product=WOS&search_mode=GeneralSearch&qid=40&SID=2DhL@mA3OGDPncb4ICO&page=1&doc=1)>. Acesso em: 15 maio 2014.

COSTA, F. F. **Efeitos da fortificação com cálcio na estrutura do sorvete**. 2008. 57p. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2008.

COSTA, F. F. **Effect of additives on crystallization of ice cream**. 2006. Dissertation (Master in Food Science) - Federal University of Lavras, Lavras, 2006.

CRAIG, S. A. S.; HOLDEN, J. F.; KHALED, M. Y. Determination of polydextrose as dietary fiber in foods. **Journal of AOAC International**, Kansas City, v. 83, n. 4, p. 1006-1012, 2000.

CUNNANE, S. C.etal. Nutritional attributes of traditional flaxseed in healthy young adults. **American of Journal of Clinical Nutrition**, Houston, v. 8, p. 62-68, 1995.

DANISCO SWEETENERS. **Technical specification of Litesse®**. RedHill, mar. 2002. Disponível em: <<http://www.danisco.com/product-range/sweeteners/>>. Acesso em: 12 nov. 2015.

DAMÁSIO, M.H.; COSTELL, E. Análisis sensorial descriptivo: generación de descriptores y selección de catadores. **Revista Agroquímica de Tecnología Alimentaria**, Barcelona, v. 31, n. 2, p. 165-178, 1991.

DEMARK-WAHNEFRIED, W. et al. Pilot study of dietary fat restriction and supplementation in men with prostate cancer before surgery: exploring the effects on hormonal levels, prostate-specific antigen, and histopathologic features. **Urology**, Durham, v. 1, n.58, p. 47-52, July 2001.

DEVEREUX, H. M. et al. Consumer acceptability of low fat foods containing inulin and oligofructose. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 68, p. 1850-1854, 2003.

DINIZ, M. D. M. S. **Caracterização do comportamento reológico e determinação de propriedades termofísicas de polpa de manga Ubá.** 2009. 71 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.

DONADIO, L.C. Study of some Brazilian Myrtaceae in Jaboticabal – SP. **Acta Horticulturae**, Leuven, v.452, p.181-183, 1997.

DONHOWE, D.P.; HARTEL, R.W. Recrystallization of ice during bulk storage of ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v. 6, p. 1191-1208, Nov./Dez 1996.

DRUNKLER, D. A. **Produção de requeijão cremoso simbiótico.** 2009. Tese (Doutorado Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2009.

EISNER, M. D.; WILDMOSER, H.; WINDHAB, E. J. Air cell microstructuring in a high viscous ice cream matrix. **Colloids and Surfaces A: physicochemical and engineering aspects**, Amsterdam, v. 263, n. 1/3, p. 390-399, Aug. 2005.

EL-NAGAR, G. et al. Rheological quality and stability of yog-ice cream with added inulin. **International Journal of Dairy Technology**, Huntingdon, v.55, p.89-93, 2002.

FARIA-TISCHER, P.C.S. **Estrutura química, propriedades reológicas e atividade antiviral das galactanas sulfatadas das algas vermelhas *Meristiellagelidium Gymnogongrus griffithsiae* (Gigartinales).** 2006. 197 p. Tese (Doutorado Ciências Biológicas) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

FENNEMA, O. R. **Food chemistry.** 3. ed. New York: M. Dekker, 1997. 1069 p.

FERREIRA, D. F. **SISVAR - Sistema de Análise de Variância:** versão 5.4, Build 80. Lavras: UFLA, 2010.

FINCH, C. Regulators of iron balance in humans. **Blood**, Washington, v.84, p. 1697-1702, 1994.

FLINT, E. **Princípios de cristalografia.** Moscou: Paz, 1966. 243p.

FLORES, A. A.; GOFF, H. D. Ice crystal size distributions in dynamically frozen model solutions and ice cream as affected by stabilizers. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 82, n. 7, p. 1399-1407, July 1999a.

FLORES, A. A.; GOFF, H. D. Recrystallization in ice cream after constant and cycling temperature storage conditions as affected by stabilizers. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 82, n. 7, p. 1408-1415, July 1999b.

FOOD AND NUTRITION BOARD. **Dietary Reference Intakes (DRI's):** recommended intakes for individuals, vitamins and elements. Washington: NationalAcademic, 2001. Disponível em: <<http://www.nap.edu>>. Acesso em: 20 jul. 2010

FOSTER-POWELL, K.; HOLT, S. H. A.; BRAND-MILLER, J. C. International table of glycemic index and glycemic load values: 2002. **American of Journal of Clinical Nutrition**, Houston, v. 76, p. 5-56, Mar. 2002.

FRANCK, A. Technological functionality of inulin and oligofructose. **British Journal of Nutrition**, London, v. 87, p. S287-S291, 2002.

FREELAND-GRAVES, J.H.; PECKHAM, G.C. **Foundations of food preparation**. 6. ed. New Jersey:Prentice-Hall, 1996. 750p.

GACULA, M. C. Descriptive sensory analysis methods. In: \_\_\_\_\_. **Descriptive sensory analysis in practice**. Trumbull: Food and Nutrition, 1997. p. 5-14.

GARSID, J. General principles of crystallization. In: \_\_\_\_\_. **Food structure and behaviour**. Orlando: Academic, 1987. p.35-65.

GIAROLA, T. M. O.; PEREIRA, C. G.; RESENDE, J. V. Fortification with iron chelate and substitution of sucrose by sucralose in light uvaia sherbet (*Eugenia pyriformis* Cambess): physical, chemical and sensory characteristics. **Journal of Food Science and Technology**, Mysore, v. 52, n. 9, p. 5522-5533, 2015.

GIESE, J. Alternative sweetener and bulking agents. **Food Technology**, Chicago, v. 47, n. 1, p. 114, 1993.

GOFF, H.D. Low-temperature stability and the glassy state in frozen foods. **Food Research International**, Essex, v.25, p.317-325, 1992.

GOFF, H. D. Formation and stabilization of structure in ice cream and related products. **Current Opinion in Colloid and Interface Science**, Amsterdam, v. 7, n. 5-6, p. 432-437, 2002.

GOFF, H. D. Ice cream. In: \_\_\_\_\_. **Advanced dairy chemistry**. 3.ed. Viena, [s.n], 2003. Cap. 24, v. 1, p.1063-1085.

GOFF, H.D.; CALDWELL, K.B.; STANLEY, D.W. The influence of polysaccharides on the glass transition in frozen sucrose solutions and ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.76, p.1268-1277, 1993.

GOFF, H. D.; DAVIDSON, V. J. Flow characteristics and holding time calculations of ice cream mixes in HTST holding tubes. **Journal of Food Protection**, Milwaukee, v. 55, p. 34-37, 1992.

GOFF, H. D.; VERESPEJ, E.; SMITH, A. K. A study of fat and air structure in ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v. 9, n. 11, p. 817-829, Nov.1999.

GÓMEZ-DÍAZ, D.; NAVAZA, J.M. Rheology of food stabilizers blends. **Journal of Food Engineering**, Oakville, v.64, p.143-149, 2004.

GRANGER, C. et al. Influence of formulation on the structural networks in ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v.15, p.255-262, 2005.

GRANGER, C. et al. Short communication: impact of formulation on ice cream microstructures: an oscillation thermorheometry study. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.87, p.810-812, 2004.

GREENLY, L.W. A doctor's guide to sweeteners. **Journal of Chiropractic Medicine**, New York, v.2, n. 2, p. 80-86, 2003.

GUEGOV, Y. Phase Transmissions of water in some products of plant origin at low and superlow temperatures. **Advances in Food Research**, New York, v.27, p.297-361, 1981.

GUYTON, A. C. **Tratado de fisiología médica**. 8.ed. São Paulo: Guanabara; p.316-318, 1991.

HARPER, E. K.; C. F. SHOEMAKER, C. F. Effect of locust bean gum and selected sweetening agents on ice recrystallization rates. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 48, n. 6, p. 1801-1803, Nov. 1983.

HARTEL, R.W. Ice crystalization during the manufacture of ice cream. **Food Science & Technology**, Cambridge, v.7, p.315-321, 1996.

HARTEL, R.W. Phase transition in ice cream. In: RAO, M.A.; HARTEL, R.W. (Ed.). **Phase/state transition in foods**: chemical, structural and rheological changes. New York: M. Dekker, 1998. p.327-368.

HARTEL, R.W.; MUSE, M.; SOFJAN, R. Effects of structural attributes on hardness and melting rate of ice cream. In: ICE CREAM SYMPOSIUM, 2., 2003, Thessaloniki. **Proceedings ...** Thessaloniki: IDF, 2003.

HUSSAIN, S. et al. Physical and sensory attributes of flaxseed flour supplemented cookies. **Turkish Journal Biology**, Bolu, v.30, p. 87-92, 2006.

INNOCENTE, N.; CAMPARIN, D.; CORRADINI, C. Proteosepeptone whey fraction as emulsifier in ice-cream preparation. **International Dairy Journal**, Barking, v.12, p.69-74, 2002.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas, métodos químicos e físicos para análises de alimentos**. 4. ed. São Paulo: [s.n.], 2008. 1020 p.

INTERNATIONAL CONFERENCE ON NUTRITION. **World declaration and plan of action for nutrition**. Rome: FAO, 1992. 41p.

ISHII, R.; CHANG, H.; O'MAHONY, M.A comparison of serial monadic and attribute-by-attribute protocols for simple descriptive analysis with untrained judges. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 18, n. 2, p. 440-449, 2007.

ISHII, R.; STAMPANONI, C.; O'MAHONY, M. A comparison of serial monadic and attribute-by-attribute descriptive analysis protocols for trained judges. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 19, n. 3, p. 277-285, 2008.

JANCIC, S.J.; GROOTSCHOLTEN, P.A.M. Nucleation: mechanisms and sources of nuclei in industrial crystallizers. In: \_\_\_\_\_. **Industrial crystallization**. Delft: Delft University, 1984. Cap. 2, p.15-37.

KARACA, O. B. et al. The functional, rheological and sensory characteristics of ice cream with various flat replacers. **International Journal of Dairy Technology**, Huntingdon, v. 62, n. 1, p. 93-99, Feb. 2009.

- KAYA, S.; TEKIN, A. R. The effect of salep content on the rheological characteristics of a typical ice cream mix. **Journal of Food Engineering**, London, v. 47, n. 1, p. 59-62, Jan. 2001.
- KEMP, S.; HOLLOWOOD, T.; HORT, J. **Sensory evaluation: a practical Handbook**. 1.ed.Hoboken: Wiley-Blackwell, 2009. 208 p.
- KRAUSE, M. V.; MAHAN, L. K. Cuidado nutricional em anemias. **Alimentos nutrição e dietoterapia**. 7. ed. São Paulo: Roca, 1991. p.581-588.
- KNUST, U. et al. Contribution of linseed to urine and serum enterolignan levels in german females: arandomised controlled intervention trial. **Food and Chemical Toxicology**, Heidelberg, v. 44, p. 1057-1064, 2006.
- LEVINE, H.; SLADE, L. Principles of cryo-stabilization technology from structure/property relationships of carbohydrate/water systems: a review. **Cryo-Letters**, Cambridge, v.9, p.21-63, 1988.
- LIM, S. Y. et al. High hydrostatic pressure modification of whey protein concentrate for improve body and texture of lowfat ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 91, n. 4, p. 1308-1316, Apr. 2008.
- LIU, J. et al. Conlinin in flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) gum and its contribution to emulsification properties. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 52, p. 963-971, Jan. 2016.
- LÖNNERDAL, B.; DEWEY, K. G. Epidemiologia da deficiência de ferro no lactente e na criança. **Anais Nestlé**, São Paulo, v. 52, p. 11-17, 1996.
- LOO, J. A. E. VAN. et al. The presence of inulin and oligofructose as natural ingredients in the western diet. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Abingdon, v. 35, n. 6, p. 525-552, 1995.
- LUCAS, E. A. et al. Flaxseed improves lipid profile without altering biomarkers of bone metabolism in postmenopausal women. **The Journal of Clinical Endocrinology and Metabolism**, Washington, v. 87, n. 4, p. 1527-1532, 2002.
- LUCCA, P. A.; TEPPER, B. J. Fat replacer and the functionality of fat in foods. **Trends in Food Science and Technology**, Cambridge, v. 5, n. 1, p. 12-19, 1994.

MACCABE, W.L.; SMITH, J.C.; HARRIOT, P. **Unit operations of chemical engineering**. 5. ed. New York: McGraw-Hill, 1993. 1130p.

MCNUTT, K.; SENTKO, A. Sugar replacers: a growing group of sweeteners in the United States. **Nutrition Today**, Boston, v. 31, n. 6, p. 255-261, Nov./Dec. 1996.

MADHUSUDHAN, K. T.; SINGH, N. Isolation and characterization of a small molecular weight protein of linseed meal. **Phytochemistry**, Toronto, v. 24, n. 11, p. 2507-2509, 1985.

MARCHETTI, G. Inulina e fruttani. **Industrie Alimentari**, Pinerolo, v. 32, n. 319, p. 945-949, 1993.

MARFIL, P. H. M. **Estudo reológico de sistemas gelatina/colágeno/amido para obtenção de géis e aplicação em gomas dietéticas de gelatina**. 2010. 126 p. Dissertação (Mestrado em Biociências, Letras e Ciências Exatas) - Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2010.

MARPALLE, P.; SONAWANE, S. K.; ARYA, S. S. Effect of flaxseed flour addition on physicochemical and sensory properties of functional bread **Food Science and Technology**, San Diego, v. 58, p. 614-619, 2014.

MARSHALL, R. T.; GOFF, H. D.; HARTEL, R. W. **Ice cream**. 6.ed. New York: Plenum, 2003. 371 p.

MARSHALL, R.T.; ARBUCKLE, W.S. **Ice cream**. 5. ed. New York: Chapman & Hall, 1996. 349p.

MARTIN, C. A. et al. Ácidos graxos poliinsaturados ômega-3 e ômega-6: importância e ocorrência em alimentos. **Revista Nutrição**, Campinas, v. 19, n. 6, p. 761-770, nov./dez. 2006.

MCGHEE, C. E.; JONES, J. O.; PARK, Y. W. Evaluation of textural and sensory characteristics of three types of low-fat goat milk ice cream. **Small Ruminant Research**, Little Rock, v. 123, n. 2/3, p. 293-300, Feb. 2015.

MEILGAARD, M.C.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. **Sensory evaluation techniques**. 4. ed. Boca Raton: CRC, 2006. 464p.

MESICH, J. Decisions, decisions, decisions. **Candy Industry**, New York, v. 171, n. 2, p. 32-33, 2006.

MILLIATTI, M. C. **Estudo reológico de formulações para sorvetes produzidos com diferentes estabilizantes**. 2013. 107 p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

MILLER, G.A. Sucralose. In: NABORS, L.O.; GELARDI, R.C. **Alternative sweeteners**. 2.ed. New York: M. Dekker, 1991. c. 10, p. 173-195.

MINHAS, K. S. et al. Effect of different concentrations of stabilizers and ageing times on the viscosity of plain ice cream mix made from buffalo milk. **Journal of Food Science and Technology**, Mysore, v. 37, p. 602-608, nov./dez. 2000.

MORAES, K. S. et al. Avaliação tecnológica de biscoitos tipo cookie com variações nos teores de lipídio e de açúcar. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 30, n. 1, p. 233-242, maio 2010.

MORRIS, E.R. Polysaccharide rheology and in-mouth perception. In: STEPHEN, A.M. **Food polysaccharides and their applications**. New York: M. Dekker, 1995. p. 517-546.

MOSCATTO, J. A.; PRUDENCIO-FERREIRA, S. H.; HAULY, M. C. O. Farinha de yacon e inulina como ingredientes na formulação de bolo de chocolate. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 24, n. 4, p. 634-640, out./dez. 2004.

MOUSSAOUI, K.A.; VARELA, P. Exploring consumer product profiling techniques and their linkage to a quantitative descriptive analysis. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 21, p. 1088-1099, 2010.

MURRAY, J.M.; DELAHUNTY, C. M.; BAXTER, I. A. Descriptive sensory analysis: past, present and future. **Food Research International**, Toronto, v. 34, p. 461-471, 2001.

MUSE, M. R.; HARTEL, R. W. Ice cream structural elements that affect melting rate and hardness. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.87, p.1-10, 2004.

NABORS, L.O. The benefits of sugar-free products in oral health. **The Dental Assistant Journal**, New York, p. 38-39, Sept./Oct. 1999.

NACHTIGALL, A.M.; ZAMBIAZI, R.C. Geléias de hibisco com reduzido valor calórico: características sensoriais. **Boletim Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos**, Curitiba, v.24, n. 1, p. 47-58, 2006.

OFFICE OF THE FEDERAL REGISTER. General Services Administration. Code of Federal Regulations. **Nutrition labeling of food**. Washington: Government Printing Office, 2002. Title 21, Section 101.9.

OLIVEIRA, K. H. **Comportamento reológico de diferentes tipos de sorvetes**. 2005. 65 p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005.

OLIVEIRA, R. P. S. **Determinação de propriedades físicas e de transporte de suco de acerola**. 1997. 148 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PELEGRINE, D. H. **Comportamento reológico das polpas de manga e abacaxi**. 1999. 115 f. Tese (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PEREIRA, G. G. **Utilização de extrato hidrossolúvel de soja na produção de sorvete**. 2010. 166 p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Federal de Lavras, 2010.

PEREIRA, G. G. et al. Influence of the partial substitution of skim milk powder for soy extract on ice cream structure and quality. **European Food Research & Technology**, Heidelberg, v. 232, n. 6, p. 1093-1102, 2011.

PINEDA, O. El uso del hierro aminoquelado en el control de La deficiencia de hierro y de anemia ferropriva. In: CONGRESO LATINOAMERICANO DE NUTRICIÓN, Caracas, 1994. **Resúmenes...** Caracas: [s. n.], 1994.

PINHEIRO, A. C. M.; NUNES, C. A.; VIETORIS, V. Sensomaker: a tool for sensorial characterization of food products. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 37, p. 199-201, 2013.

PINHEIRO, M.V.S. et al. The effect of different sweeteners in low-calorie yogurts. **International Journal of Dairy Technology**, Oxford, v. 58, n. 4, p. 193-199, 2005.

PON, S.Y.; LEE, W.J.; CHONG, G.H. Textural and rheological properties of stevia ice cream. **International Food Research Journal**, Serdang, v. 22, p. 1544–1549, 2015.

R DEVELOPMENT CORE TEAM. **R**: a language and environment for statistical computing. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, 2015. Disponível em: <<http://www.R-project.org>>. Acesso em: 20 jul. 2015.

RABETAFIKA, H. N. et al. Flaxseed proteins: food uses and health benefits. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 46, p.221–228, 2011.

RAMAKRISHNAN, U.; YIP, R. Experiences and challenges in industrialized countries: control of iron deficiency in industrialized countries. **Journal of Nutrition**, Philadelphia, v. 132, n. 4, p. 820-824, Apr. 2002.

REGAND, A.; GOFF, H.D. Ice recrystallization inhibition in ice cream as affected by ice structuring proteins from winter wheat grass. **Journal Dairy Science**, Champaign, v.89, n.1, p.49-57, Jan. 2006.

REGAND, A.; GOFF, D.H. Structure and ice recrystallization in frozen stabilized ice cream model systems. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v.17, p.95-102, 2003.

REID, D.S. **Crystalization phenomena in the frozen state**. In: RAO, M. A.; New York: M. Dekker, 1998. p. 313-325

RICHTER, V. B. et al. Proposing a ranking descriptive sensory method. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 21, p. 611-620, 2010.

ROBERFROID, M. B.; LOO, J. A. E. VAN; GIBSON, G. R. The bifidogenic nature of chicory inulin and its hydrolysis products. **Journal of Nutrition**, Rockville, v. 128, n. 1, p. 11-19, 1998.

ROBERFROID, M.; GIBSON, G. R.; DELZENNE, N. The biochemistry of oligofructose, a nondigestible fiber: an approach to calculate its caloric value. **Nutrition Reviews**, Rockville, v. 51, n. 5, p.137-146, 1993.

RODRIGUE, N. et al. Comparing information obtained from ranking and descriptive tests of four sweet corn products. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 11, n. 1-2, p. 47-54, 2000.

RODRIGUES, I. et al. **A química e a reologia no processamento dos alimentos**. Lisboa: Instituto Piaget, 2003.

ROLAND, A. M.; PHILLIPS, L. G.; BOOR, K. J. Effects of fat replacers on the sensory properties, color, melting, and hardness of ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 82, n. 10, p.2094-2100, 1999.

SANGH, P.R.; WANG, C.Y. Quality of frozen foods: a review. **Journal of Food Process Engineering**, Westport, v.1, p.97-127, 1977.

SCALON, S. P. Q.; SCALON FILHO, H.; RIGONI, M. R. Armazenamento e germinação de sementes de Uvaia *Eugenia uvalha* Cambess. **Ciência Agrotécnica**, Lavras, v. 28, n. 6, p. 1228-1234, nov./dez. 2004.

SCHRAMM, G. **Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos**. São Paulo: Artiber, 2006. p.232.

SILVA, R. C. S. N. **Validação da metodologia perfil descritivo otimizado**. 2013. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2013.

SILVA, R. C. S. N. **Característica sensorial e reológica de requeijão “light” adicionado de concentrado proteico de soro**. Viçosa, MG, 2010. 167f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)– Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2010.

SILVA, R. C. S. N. et al. Balanced incomplete block design: an alternative for data collection in the optimized descriptive profile. **Food Research International**, v. 64, p. 289-297, 2014b.

SILVA, R.C.S.N. et al. Optimized descriptive profile: a rapid methodology for sensory description. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 24, n. 1, p. 190-200, 2012.

SILVA, R.C.S.N. et al. Optimized descriptive profile: how many judges are necessary? **Food Quality and Preference**, Barking, v. 36, p. 3-11, 2014a.

SILVA, R.C.S.N. et al. Quantitative sensory description using the Optimized Descriptive Profile: comparison with conventional and alternative methods for evaluation of chocolate. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 30, p. 169-179, 2013.

SMITH, D. E.; BAKSHI, A. S.; LOMAURO, C. J. Changes in freezing point and rheological properties of ice cream mix as a function of sweetener system and whey substitution. **Milchwissenschaft**, Zurich, v. 39, p. 455, 1984.

SOFJAN, R. P.; HARTEL, R. W. Effects of overrun on structural and physical characteristics of ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v. 14, p. 255-262, 2004.

SOUKOULIS, C.; CHANDRINOS, I.; TZIA, C. Study of functionality of selected hydrocolloids and their blends with  $\kappa$ -carrageenan on storage quality of vanilla ice cream. **Food Science and Technology**, San Diego, v. 41, n. 10, p. 1816-1827, Dec. 2008.

STEFFE, J. F. **Rheological methods in food process engineering**. 2. ed. Michigan: Freeman, 1996.

STONE, H.; SIDEL, J.L. **Sensory evaluation practices**. 4. ed. New York: Academic, 2012.

SUTTON, R. L.; EVANS, I. D.; CRILLY, J. F. Modeling ice crystal coarsening in concentrated disperse food systems. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 59, n. 6, p. 1227-1233, 1994.

SUTTON, R.L. et al. Kinetics of ice recrystallization in aqueous fructose solutions **Journal of Food Science**, Chicago, v. 61, n. 4, p. 741-745, 1996.

SUTTON, R.L., WILCOX, J. Recrystallization in ice cream as affected by stabilizers. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 63, n. 1, p. 104-107, 1998a.

SUTTON, R.L.; WILCOX, J. Recrystallization in model ice cream solutions as affected by stabilizer concentration. **Journal of Food Science**, Chicago v. 63, n. 1, p. 9-11, 1998b.

THOMPSON, L. U. et al. Dietary flaxseed alters biological markers in postmenopausal breast cancer. **Clinical Cancer Research**, Philadelphia v. 11, p. 3828-3835, May 2005.

TOSAKI, M. et al. Effects of homogenization conditions on the physical properties of high-fat ice cream. **International Journal of Dairy Technology**, Huntingdon, v. 62, n. 4, p. 577-583, Nov. 2009.

UMBELINO, D. C.; ROSSI, E. A. Deficiência de ferro: conseqüências biológicas e propostas de prevenção. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, Araraquara, v. 27, n.2, p.103-112, 2006.

VALENGA, F. **Estudos de Interação entre galactomanana e alginato e possíveis aplicações**. 2007. 74 p. Dissertação (Mestrado em Ciências Biológicas) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2007.

VARNAM, A.H.; SUTHERLAND, J.P. **Milk and milk products**. London: Chapman & Hall, 1994. v.1. p.386-437.

VIANA, A. D. **Propriedades termofísicas e comportamento reológico da polpa de cupuaçu (*Theobroma grandiflorum*) em diferentes concentrações e temperaturas**. 2010. 99 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Itapetinga, 2010.

VIGGIANO, C. E. O produto dietético no Brasil e sua importância para indivíduos diabéticos. **Revista Brasileira de Ciências de Saúde**, João Pessoa, v.1, n. 1, p. 36-42, 2003.

VITERI, F. E.; GARCIA-IBANEZ, R.; TORUN, B. Sodium iron NaFeEDTA as an iron fortification compound in Central America. Absorption studies. **American Journal of Clinical Nutrition**, New York, v. 31, p. 961-971, 1978.

WEIPERT, D.; TSCHEUSCHNER, H.D.; WINHAB, E., eds. **Rheologie der Lebensmittel**. Hamburg: B. Behr's Verlag GmbH, 1993. 116 p.

WHELAN, A. P. et al. Physicochemical and sensory optimisation of a low glycemic index ice cream formulation. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 43, n. 9, p. 1520-1527, Sept. 2008.

WILDMOSER, H.; SCHEIWILLER, J.; WINDHAB, E. J. Impact of disperse microstructure on rheology and quality aspects of ice cream. **LWT - Food Science and Technology**, San Diego, v. 37, p. 881-891. 2004.

WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Iron deficiency anaemia: assessment, prevention, and control - a guide for programme managers**. Geneva: WHO, 2001. Disponível em: <[http://whqlibdoc.who.int/hq/2001/who\\_NHD\\_01.3.pdf](http://whqlibdoc.who.int/hq/2001/who_NHD_01.3.pdf)>. Acesso em: 22 jul. 2010.

## ANEXO A

### QUESTIONÁRIO PARA RECRUTAMENTO DE DEGUSTADORES

**IMPORTANTE: AS INFORMAÇÕES CONTIDAS NESTE QUESTIONÁRIO SÃO CONFIDENCIAIS.** Após o preenchimento, encaminhar para o Laboratório de Refrigeração de Alimentos, escaninho na secretaria (Tales M. O. Giarola) ou ligar para o ramal 1050. O treinamento e análises serão no mês de agosto/setembro 2015. Ser um degustador não exigirá de você nenhuma habilidade excepcional, não tomará muito o seu tempo e não envolverá nenhuma tarefa difícil. A equipe de degustadores se reunirá algumas vezes durante a semana por períodos não muito longos para a realização das avaliações. Após este questionário ser respondido, será realizada a correção, caso seja atingida a pontuação mínima necessária, você será convidado a participar de um teste de seleção. Este teste consiste da avaliação de suas aptidões sensoriais, capacidade para percepção de gostos, odores e textura de alimentos. Os candidatos aptos após esse teste receberão treinamento sobre conceitos e técnicas de análise sensorial. Se você deseja participar da equipe de degustadores, por favor, preencha este formulário, assinando-o no final.

Nome completo: \_\_\_\_\_

Data \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_ Ramal: \_\_\_\_\_ Cargo/período: \_\_\_\_\_

Data de nascimento: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_ Sexo: ( ) M ( ) F email-  
tel: \_\_\_\_\_ (cel)

Você sabe o que é ou tem alguma idéia do que é análise sensorial? ( ) Sim ( ) Não

3. Qual a frequência com que você consome sorvetes ou similares? ( ) Mais que 3x por semana ( ) 3 x por semana ( ) 1 x por semana ( ) cada 15 dias ( ) 1 vez por mês ( ) raramente

4. Cite sabores e/ou ingredientes que você desgosta muito:

\_\_\_\_\_

5. Você é capaz de citar três alimentos que sejam crocantes?

\_\_\_\_\_

6. Você é capaz de citar três alimentos que sejam ácidos?

\_\_\_\_\_

7. Você é capaz de citar três alimentos que sejam arenosos?

\_\_\_\_\_

8. Você é capaz de citar dois alimentos que sejam congelados?

\_\_\_\_\_

9. Você fuma? ( ) Sim ( ) Não Caso afirmativo, escreva o n° de cigarros por dia

10. Você usa dentadura? ( ) Sim ( ) Não

11. Você usa aparelho? ( ) Sim ( ) Não Caso afirmativo, por quanto tempo ainda irá usar? \_\_\_\_\_

12. Você tem: (S)IM; (N)ÃO ou (D)ESCONHEÇO

Diabetes ( ), Colesterol alto ( ), Problemas de coração ( ), Hipertensão ( ), Gastrite ( ), Úlcera gástrica ( ), Rinite crônica ( ), Daltonismo ( ).

Caso sua resposta seja SIM para qualquer dos itens citados na tabela acima, favor comentar com maiores detalhes:

---



---

13. Há qualquer outro problema de saúde que você sofre, e que não está citado acima? Caso afirmativo, qual (ais) é (são)?

---

14. Você toma medicamentos a longo prazo/está em tratamento ? ( ) Sim ( ) Não

15. Você tem algum tipo de alergia? ( ) Sim ( ) Não Caso afirmativo, descreva-a:

---

16. Você está fazendo qualquer das *dietas* abaixo? (S)IM (N)ÃO

Diabética ( ), Teor reduzido de calorias ( ), isenta de ferro ( )

19. Há disponibilidade para sair do trabalho por períodos de aproximadamente 30-40 minutos quando solicitado? ( ) Sim ( ) Não

20. Marque na linha direita de cada figura um trecho que indique a proporção da figura que foi coberta de preto (não use régua, use apenas sua capacidade visual de avaliar). As três primeiras figuras lhe servirão como modelo:

a)



b)



c)



Agora é sua  
vez:

1-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
2-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
3-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
4-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
5-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
6-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
7-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
8-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
9-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA
10-		<input type="checkbox"/> NENHUMA <input type="checkbox"/> TODA

APROVADO: ( ) SIM ( ) NÃO AUTORIZANTE: \_\_\_\_\_  
 DATA: \_\_/\_\_/\_\_

**ANEXO B**

Nome: \_\_\_\_\_

Data: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

Por favor, prove a amostra e marque com um traço vertical nas escalas abaixo a posição que identifica melhor a intensidade das características avaliadas.

Você possui duas referências nos extremos da bandeja com as quatro formulações para comparação: à esquerda POUCO/FRACO e a direita MUITO/FORTE. Prove as amostras da esquerda para a direita.

AMOSTRA

ATRIBUTO ARENOSIDADE

pouco/\_\_\_\_\_/muito

pouco/\_\_\_\_\_/muito

pouco/\_\_\_\_\_/muito

pouco/\_\_\_\_\_/muito

AMOSTRA

ATRIBUTO SABOR DE LINHAÇA

fraco/\_\_\_\_\_/forte

fraco/\_\_\_\_\_/forte

fraco/\_\_\_\_\_/forte

fraco/\_\_\_\_\_/forte

observação: \_\_\_\_\_