



DIEYCKSON OSVANI FREIRE

**SORVETE ELABORADO COM RETENTADO
DE SORO DOCE PROVENIENTE DA
NANOFILTRAÇÃO**

LAVRAS - MG

2012

DIEYCKSON OSVANI FREIRE

**SORVETE ELABORADO COM RETENTADO DE SORO DOCE
PROVENIENTE DA NANOFILTRAÇÃO**

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

Orientador

Dr. Luiz Ronaldo de Abreu

Coorientador

Dr. João de Deus Souza Carneiro

LAVRAS – MG

2012

**Ficha Catalográfica Elaborada pela Divisão de Processos Técnicos da
Biblioteca da UFLA**

Freire, Dieyckson Osvani.

Sorvete elaborado com retentado de soro doce proveniente da nanofiltração / Dieyckson Osvani Freire. – Lavras : UFLA, 2012.
185 p. : il.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Lavras, 2012.

Orientador: Luiz Ronaldo de Abreu.

Bibliografia.

1. Mistura estabilizante/emulsificante. 2. Características físicas.
3. Composição. 4. Caracterização sensorial. 5. Aceitação. I.
Universidade Federal de Lavras. II. Título.

CDD – 641.862

DIEYCKSON OSVANI FREIRE

**SORVETE ELABORADO COM RETENTADO DE SORO DOCE
PROVENIENTE DA NANOFILTRAÇÃO**

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

APROVADA em 27 de julho de 2012.

Dr. Jaime Vilela de Resende UFLA

Dra. Ivana Aparecida da Silveira UNILAVRAS

Dr. Luiz Ronaldo de Abreu
Orientador

Dr. João de Deus Souza Carneiro
Coorientador

LAVRAS – MG
2012

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus, por se fazer presente em cada momento de minha vida e por me dar coragem para enfrentar meus obstáculos.

A minha esposa Tassyana, pelo amor, carinho, apoio, compreensão pelos momentos renunciados, auxílio na realização deste trabalho e por me fazer querer ser uma pessoa melhor a cada dia.

Agradeço aos meus pais, João e Conceição, pelo amor, carinho, esforço, luta e por estarem sempre ao meu lado.

As minhas irmãs, Jéssica e Tatiane, pela paciência e amizade, e por sempre estarem me apoiando.

A toda a minha família, pela torcida. Em especial, meus avós, Maria da Glória e aqueles *in memoriam*.

A família da Tassy, minha segunda família, em especial Sr. Zeca, Sra. Haydée e Fábio, pela acolhida, apoio e momentos de distração durante essa caminhada.

Ao Dr. Luiz Ronaldo de Abreu, pessoa de conhecimento admirável, orientador e amigo, pela oportunidade, confiança, paciência, atenção, apoio, ensinamentos e exemplo como pessoa e profissional. Obrigado também pelo grande incentivo a alçar voos mais altos.

À Dra. Sandra Maria Pinto, pela grande amizade, convivência, paciência e ensinamentos.

Ao Dr. João de Deus Souza Carneiro, meu coorientador, pela amizade, convivência, paciência, ensinamentos e atenção.

Ao Dr. Jaime Vilela de Resende, pela amizade, ensinamentos, paciência, atenção e por disponibilizar seu laboratório para a realização deste trabalho.

À Dra. Ivana Aparecida da Silveira, pelas sugestões e contribuição a este trabalho.

A amiga Creuza, pela amizade, convivência, confiança, ajuda, apoio nas horas difíceis e companheirismo desde o início dessa longa caminhada pela UFLA.

Ao Thales, pela amizade, atenção e grande auxílio nas análises de cristais de gelo.

Aos meus amigos e colegas do Laboratório de Laticínios, em especial Thaís, Rejiane, Raniely, Marcel, Otávio, Alex, Adriano, Elisângela, Stella, Rafaela, Ana Paula, Marlon e Frederico, pela verdadeira amizade e sem os quais seria impossível prosseguir.

Aos amigos da UFLA e àqueles que estão comigo desde o colégio, Evandro, Fausto, Leandro, Marcelo, Nikolas e João Paulo.

A todos os funcionários do Departamento de Ciência dos Alimentos, em especial Lucilene, Cidinha, Tina e Sr. Miguel (*in memoriam*), pela amizade e convivência.

A Gemacom Tech, pelo fornecimento das amostras de monoacilglicerol e gomas guar e xantana.

Ao Instituto de Laticínios Cândido Tostes/EPAMIG, pela disponibilização da estrutura para a elaboração da mistura base de sorvete.

À Universidade Federal de Lavras, em especial ao programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, pela contribuição em minha capacitação e formação.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela concessão da bolsa de estudos.

E a todos que, de alguma maneira, me ajudaram a completar este trabalho.

Muito obrigado!

RESUMO

Este trabalho foi realizado com o objetivo de avaliar a viabilidade de utilização de retentado de soro doce proveniente de nanofiltração como fonte parcial de sólidos lácteos não gordurosos em sorvetes. Foram elaboradas cinco formulações de misturas base de sorvete com diferentes níveis (0%, 20%, 30%, 40% e 50%) de sólidos lácteos não gordurosos (SLNG) provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração (RSDN) nas misturas base. A elevação de sólidos lácteos não gordurosos proveniente do retentado de soro doce de nanofiltração (SLNGs-RSDN) resultou na redução dos teores de proteínas lácteas totais e cinzas e elevação dos teores de proteínas solúveis, nitrogênio não proteico e lactose. Todas as misturas base apresentaram comportamento pseudoplástico, tendo a elevação dos SLNGs-RSDN resultado na redução do índice de comportamento de fluxo e elevação do índice de consistência. A resistência ao derretimento e a aceitação sensorial dos consumidores não foram influenciadas quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados nos sorvetes; por outro lado, os valores de *overrun*, temperatura de derretimento e taxa de recristalização dos cristais de gelo foram reduzidos e os de firmeza instrumental e tamanho dos cristais de gelo foram elevados. Os sorvetes com SLNGs-RSDN elevados foram caracterizados por textura firme, aroma de baunilha e manteiga, cor amarela e sabor residual de manteiga. Considerando esses resultados, foram elaboradas cinco formulações de sorvete (com 50% de SLNGs-RSDN) com diferentes níveis (0,1%, 0,2%, 0,225%, 0,3% e 0,4%) de uma mistura estabilizante/emulsificante. Todas as misturas base apresentaram comportamento reológico pseudoplástico, tendo a elevação da mistura estabilizante/emulsificante resultado na redução do índice de comportamento de fluxo e elevação do índice de consistência. Quando os níveis da mistura estabilizante/emulsificante foram elevados nos sorvetes, os valores de firmeza instrumental e taxa de recristalização dos cristais de gelo foram reduzidos e os valores de *overrun* e tempo de derretimento inicial (primeira gota) foram elevados. O sorvete com melhor aceitação sensorial e intenção de compra pelo consumidor foi aquele com 0,2% de mistura estabilizante/emulsificante.

Palavras-chave: Sorvete. Retentado de soro doce de nanofiltração. Mistura estabilizante/emulsificante. Composição e características físicas. Aceitação e caracterização sensorial.

ABSTRACT

This work was carried out with the purpose of evaluating the viability of using sweet whey retentate coming from nanofiltration as a partial source of non-fat milk solids in ice creams. Five formulations were prepared of ice cream base mixes with different levels (0, 20, 30, 40 and 50%) of milk non-fat solids coming from sweet whey retentate of nanofiltration in the base mix. The rise of non-fat milk solids from the nanofiltration sweet whey retentate resulted in reduced contents of total milk protein and ash and elevated contents of soluble proteins, non-protein nitrogen and lactose. All the base mixes showed pseudoplastic behavior, the elevation of non-fat milk solids from the nanofiltration sweet whey retentate having resulted into the reduction of the flow behavior index and elevation of the consistency index. The melting resistance and consumer sensory acceptance were not affected when the levels of non-fat milk solids from the nanofiltration sweet whey retentate were raised in ice cream and on the other hand, the values of overrun, melting temperature and rate of ice crystal growth were reduced and those of instrumental hardness and size of the ice crystals were increased. The ice creams with high non-fat milk solids from the nanofiltration sweet whey retentate were characterized by firm texture, aroma of vanilla and butter, yellow color and butter aftertaste. Considering those results, five formulations of ice cream (with 50 % of non-fat milk solids from nanofiltration sweet whey retentate) were prepared at different levels (0.1; 0.2; 0.225; 0.3 and 0.4 %) of a stabilizer / emulsifier mixture. All the base mixes show pseudoplastic rheological behavior, the rise of the stabilizer / emulsifier mixture having resulted into the reduction of the flow behavior index and elevation of the consistency index. When the levels of stabilizer / emulsifier mixture were elevated in the ice cream, the values of both instrumental hardness and growth rate of ice crystals were reduced and the values of overrun and initial melting time (first drop of melted ice cream) were elevated. The ice cream with the best sensory acceptance and consumer purchase intention was the one with 0.2 % stabilizer / emulsifier mixture.

Keywords: Ice cream. Nanofiltration sweet whey retentate. Stabilizer / emulsifier mixture. Composition and physical characteristics. Sensory acceptance and characterization.

SUMÁRIO

	CAPÍTULO 1 Introdução Geral	12
1	INTRODUÇÃO	13
2	REFERENCIAL TEÓRICO	16
2.1	Sorvete	16
2.1.1	Aspectos gerais	16
2.1.2	Aspectos legais	19
2.1.3	Fonte e funcionalidade de ingredientes	21
2.1.3.1	Gordura	22
2.1.3.2	Sólidos lácteos não gordurosos (SLNG)	23
2.1.3.3	Açúcares	25
2.1.3.4	Emulsificantes	26
2.1.3.5	Estabilizantes	27
2.1.4	Formação da estrutura: mistura base	30
2.1.4.1	Tratamento térmico	31
2.1.4.2	Homogeneização	32
2.1.4.3	Estabilização ou maturação	34
2.1.5	Formação da estrutura: sorvete	36
2.1.5.1	Cristalização do gelo	38
2.1.5.2	Desestabilização da gordura e estabilização das bolhas de ar	43
2.1.5.3	Recristalização	44
2.2	Soro	46
2.2.1	Definições	46
2.2.2	Panorama atual da produção	48
2.2.3	De resíduo a coproduto valioso	51
2.3	Processos de separação por membranas (PSM)	55
2.3.1	Aspectos gerais	55
2.3.2	Classificação dos PSM	57
2.3.3	Aplicações dos PSM na indústria de laticínios	59
2.3.3.1	Microfiltração (MF)	59
2.3.3.2	Ultrafiltração (UF)	60
2.3.3.3	Osmose inversa (OI)	61
2.3.3.4	Nanofiltração (NF)	62
	REFERÊNCIAS	66
	CAPÍTULO 2 Sorvete elaborado com retentado de soro de nanofiltração: características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais	74
1	INTRODUÇÃO	77
2	MATERIAL E MÉTODOS	79
2.1	Ingredientes	79

2.2	Delineamento experimental	80
2.3	Etapas de produção dos sorvetes	80
2.3	Características físicas e químicas do leite em pó integral e do retentado de soro doce de nanofiltração	83
2.3.1	pH	83
2.3.2	Acidez	83
2.3.3	Sólidos totais	83
2.3.4	Gordura	84
2.3.5	Compostos nitrogenados	84
2.3.6	Cinzas	84
2.3.7	Lactose	84
2.4	Características físicas e químicas de composição da mistura base	85
2.4.1	pH	85
2.4.2	Acidez	85
2.4.3	Sólidos totais	85
2.4.4	Gordura	85
2.4.5	Compostos nitrogenados	86
2.4.6	Cinzas	86
2.4.7	Lactose	86
2.5	Características físicas da mistura base e do sorvete	86
2.5.1	Comportamento reológico	86
2.5.2	Overrun	87
2.5.3	Textura	88
2.5.4	Temperatura de derretimento	88
2.5.5	Comportamento de derretimento	89
2.6	Características microestruturais do sorvete	89
2.6.1	Tamanho dos cristais de gelo	89
2.6.2	Recristalização	90
2.7	Análise sensorial	91
2.7.1	Levantamento dos atributos para o teste CATA	92
2.7.2	Avaliação das amostras	93
2.8	Análise estatística	94
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO	95
3.1	Características físicas e químicas do leite em pó integral e do retentado de soro doce de nanofiltração	95
3.2	Características físicas e químicas da mistura base	96
3.3	Características físicas da mistura base e do sorvete	100
3.3.1	Comportamento reológico	100
3.3.2	Overrun	107
3.3.3	Textura	110
3.3.4	Temperatura de derretimento	112

3.3.5	Comportamento de derretimento.....	113
3.4	Características microestruturais do sorvete.....	115
3.4.1	Tamanho dos cristais de gelo e recristalização.....	115
3.5	Análise sensorial.....	122
4	CONCLUSÃO.....	127
	REFERÊNCIAS.....	129
	CAPÍTULO 3 Efeitos da adição de uma mistura de estabilizante com emulsificante sobre a qualidade de sorvete elaborado com retentado de soro doce proveniente de nanofiltração	136
1	INTRODUÇÃO.....	139
2	MATERIAL E MÉTODOS.....	141
2.1	Ingredientes.....	141
2.2	Delineamento experimental.....	142
2.3	Etapas de produção dos sorvetes.....	142
2.4	Características físicas e químicas da mistura base.....	145
2.4.1	pH.....	145
2.4.2	Acidez.....	145
2.4.3	Sólidos totais.....	145
2.4.4	Gordura.....	146
2.4.5	Compostos nitrogenados.....	146
2.4.6	Cinzas.....	146
2.4.7	Lactose.....	146
2.5	Características físicas da mistura base e do sorvete.....	147
2.5.1	Comportamento reológico.....	147
2.5.2	<i>Overrun</i>	148
2.5.3	Textura.....	148
2.5.4	Comportamento de derretimento.....	149
2.6	Características microestruturais do sorvete.....	149
2.6.1	Tamanho dos cristais de gelo.....	149
2.6.2	Recristalização.....	150
2.7	Análise sensorial.....	151
2.8	Análise estatística.....	152
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	154
3.1	Características físicas e químicas da mistura base.....	154
3.2	Características físicas da mistura base e do sorvete.....	155
3.2.1	Comportamento reológico.....	155
3.2.2	<i>Overrun</i>	160
3.2.3	Textura.....	163
3.2.4	Comportamento de derretimento.....	165
3.3	Características microestruturais do sorvete.....	168
3.3.1	Tamanho dos cristais de gelo e recristalização.....	168

3.4	Análise sensorial.....	174
4	CONCLUSÃO.....	177
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	178
	REFERÊNCIAS.....	180

CAPÍTULO 1 Introdução Geral

1 INTRODUÇÃO

O produto mais comum dentre as sobremesas congeladas é o sorvete, cuja produção vem aumentando gradualmente, com o tempo, no país, chegando a 1.167 milhões de litros em 2011 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE SORVETE - ABIS, 2012). O sorvete, segundo Goff, Verespej e Smith (1999), é um coloide alimentício complexo, contendo glóbulos de gordura, células de ar e cristais de gelo dispersos em uma solução crioconcentrada de proteínas, sais, polissacarídeos e açúcares. Diversos fatores podem influenciar a qualidade do sorvete, os quais incluem formulação, ingredientes, operações unitárias, condições de processo e armazenamento.

No Brasil, como em diversos outros países, a produção de queijo está aumentando gradualmente com o tempo. Em 2007, a produção de queijos no país, exceto queijo fresco, foi de aproximadamente 580 mil toneladas métricas de queijo, sendo previsto, para 2012, o total 700 mil toneladas métricas (exceto queijo fresco) (UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE - USDA, 2011). O aumento da produção de queijo, observado mesmo em tempo de crise financeira, já é esperado devido ao crescimento populacional contínuo no Brasil e na maioria dos países, uma vez que se trata de um alimento nutricionalmente importante para a população. Portanto, sendo o soro um coproduto inerente à produção de queijo, espera-se o mesmo comportamento de produção. Em todo o mundo, segundo Baldasso, Barros e Tessaro (2011), a produção de soro é estimada em 180×10^6 t/ano e, desse montante, apenas metade é processada.

O soro é o produto do leite fluido obtido durante o processamento de queijo, caseína ou produtos similares, por separação do coágulo após a precipitação das caseínas. O soro doce é o tipo de soro mais frequentemente encontrado, o qual é obtido principalmente pela fabricação de queijo. A caseína

é precipitada pela ação das enzimas do coalho ou agentes coagulantes de caseína, que podem agir de forma específica, clivando a κ -caseína entre os aminoácidos 105-106 (fenilalanina-metionina), ou de forma aleatória, pela presença de enzimas proteolíticas sem especificidade. Como regra geral, segundo Román et al. (2011), 10 L de leite produzem cerca de 1 kg de queijo e 9 L de soro.

Aproximadamente metade dos sólidos totais do leite está no soro, incluindo lactose, proteínas solúveis (~ 20% da proteína total do leite), minerais e vitaminas solúveis. Embora o soro doce seja um coproduto valioso do ponto de vista nutricional e tecnológico, ele ainda é visto por muitos como problema. Segundo Pan et al. (2011), o soro tem elevado teor de sais minerais, especialmente cloreto de sódio (NaCl), o que provoca perda na qualidade do soro. Porém, este paradigma está sendo alterado em função das inovações tecnológicas em laticínios, principalmente na área de processos de separação por membranas.

A nanofiltração, cuja nomenclatura adotada deve-se à separação de solutos que ocorre na faixa de nanômetros (10^{-9} m), é a mais recente dos processos de separação por membranas. As membranas de nanofiltração são carregadas negativamente. Elas são altamente seletivas para a permeação de íons monovalentes, como Na^+ e, por outro, lado têm elevada rejeição a cátions (~ 90%), tais como Ca^{2+} (CUARTAS-URIBE et al., 2009; LEVENSTEIN; HASSON; SEMIAT, 1996). Devido a essas características peculiares, as principais aplicações da nanofiltração na indústria de laticínios são o tratamento de águas residuais e a concentração/dessalinização do soro. A nanofiltração aplicada ao soro doce, além de dessalinizar parcialmente, também permite que ocorra a concentração deste. Este processo aumenta o valor agregado dos produtos derivados do soro doce e ainda reduz os custos da evaporação.

O retentado de soro doce de nanofiltração, o qual é parcialmente dessalinizado, tem grande potencial para a aplicação direta em diversos produtos alimentícios, principalmente sorvetes. Porém, trabalhos publicados sobre a aplicação do retentado de soro da nanofiltração em produtos alimentícios são raros (NGUYEN et al., 1997) e, em relação ao retentado de soro doce de nanofiltração, não foi encontrado nenhum trabalho com aplicação em sorvetes.

A adição de retentado de soro doce de nanofiltração como fonte alternativa de sólidos lácteos não gordurosos (SLNG) pode resultar em melhorias da qualidade microestrutural de sorvetes, em função das interações de proteínas solúveis com outros constituintes presentes. Porém, essa adição deve ser associada a aditivos (emulsificante e estabilizante) adequados para que tais melhorias possam ser alcançadas. A presença de emulsificantes e estabilizantes em formulações é imprescindível para a formação e a estabilização da estrutura do sorvete. Embora as funções e os mecanismos de ação de emulsificantes sejam muito diferentes de estabilizantes, algumas vezes, os mesmos são misturados e comercializados na forma de misturas patenteadas.

Diante deste contexto, este trabalho foi realizado com os seguintes objetivos:

- a) avaliar os efeitos de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração em diferentes níveis de adição sobre as características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais dos sorvetes;
- b) avaliar os efeitos de uma mistura elaborada com estabilizante e emulsificante em diferentes níveis de adição sobre as características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais dos sorvetes.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

O leite é o fluido secretado das glândulas mamárias de mamíferos fêmeas. Para mamíferos jovens, incluindo seres humanos, é o primeiro e, para a maioria, o único alimento ingerido durante um período considerável de tempo. O leite contém quase todos os nutrientes necessários para sustentar a vida. Assim, com a domesticação dos animais, tornou-se possível incluí-lo na dieta de humanos adultos, constituindo uma das principais fontes de proteínas na alimentação (BELITZ; GROSCHE; SCHIEBERLE, 2009; SWAISGOOD, 1996). Em grande parte do mundo, particularmente no Ocidente, o leite bovino é responsável por quase todo o leite processado para o consumo humano. No Brasil, a indústria de laticínios é essencialmente à base de leite de vaca. Portanto, este referencial teórico concentra-se nas propriedades do leite bovino.

2.1 Sorvete

2.1.1 Aspectos gerais

O produto mais comum, dentre as sobremesas congeladas, é o sorvete. Também é uma das sobremesas mais populares e apreciadas em todo mundo. No Brasil, tanto a produção quanto o consumo de sorvete vêm aumentando gradualmente com o tempo. Dados recentes do consumo anual e *per capita* de sorvetes no país são apresentados na Tabela 1.

De acordo com Clarke (2004), os dois fatores que têm maior efeito sobre as vendas de sorvetes são o clima e a publicidade. As vendas são muito sazonais, com o ápice no verão; o clima também tem impacto significativo nas vendas, especialmente em datas particulares, como feriados e finais de semana. Como grandes empresas não controlam o clima, quantias substanciais são utilizadas em

anúncios e comerciais de televisão para a promoção de seus produtos. Geralmente, a publicidade é baseada em sensações de alegria, frescor e satisfação.

Tabela 1 Consumo anual e *per capita* de sorvete no Brasil

	2006	2007	2008	2009	2010	2011
Consumo anual (milhões de litros)	760	897	954	995	1117	1167
Consumo <i>per capita</i> (litros por ano)	4,09	4,78	5,03	5,20	5,85	6,07

Fonte: ABIS (2012)

O termo “sorvete”, em sua forma genérica, inclui todas as sobremesas lácteas que são produzidas pelo congelamento e consumidas em estado congelado, incluindo as que contêm gordura de origem láctea e não láctea, versões *premium* (alto teor de gordura), *light* (baixo teor de gordura), sorvete de leite, *sherbet*, *frozen* iogurte (GOFF, 2006a) e versões sem açúcar adicionado ou livres de açúcar.

Os sorvetes, os quais, geralmente, são definidos por concentrações mínimas de gordura ou sólidos lácteos, ainda podem ser divididos de acordo com o tipo de congelamento: os sorvetes duros ou sorvetes em massa, aqueles que passam pelo segundo estágio de congelamento após a etapa de congelamento dinâmico (congelamento simultâneo ao batimento) e os macios ou *soft*, que são consumidos diretamente após o congelamento dinâmico, com nenhum passo de endurecimento (GOFF, 2011b).

O sorvete, segundo Goff, Verespej e Smith (1999), é um coloide alimentício complexo, contendo glóbulos de gordura, células de ar e cristais de gelo dispersos em uma solução crioconcentrada de proteínas, sais, polissacarídeos e açúcares.

A composição geral da maioria das formulações de sorvetes está detalhada na Tabela 2.

Tabela 2 Composição geral de uma mistura base para sorvetes

Componente	Faixa de concentração
Gordura láctea	> 10%-16%
SLNG	9%-12%
Proteínas, lactose, minerais	
Açúcares	
Sacarose	10%-14%
Xarope de milho	3%-5%
Estabilizantes	0%-0,25%
Guar, goma xantana, goma locusta (alfarroba), carragena, carboximetilcelulose (goma de celulose), celulose microcristalina (gel de celulose), alginato de sódio, gelatina	
Emulsificantes	0%-0,25%
Mono- e di-glicerídeos, Polisorbato 80	
Água	55%-64%

Fonte: Adaptado de Goff e Hartel (2006)

De acordo com Marshall, Goff e Hartel (2003), sorvete é uma mistura congelada a partir de uma combinação de componentes como leite, açúcares, estabilizantes, emulsificantes e saborizantes. Outros ingredientes, tais como produtos de ovos, corantes e hidrolisados de amido, também podem ser adicionados. Essa mistura, antes de ser congelada, conhecida como *mix*, calda ou

ainda mistura base, deve ser pasteurizada, homogeneizada e estabilizada antes do congelamento. O congelamento envolve a remoção rápida de calor ao agitar vigorosamente para incorporar ar, alcançando a textura desejável do produto.

A definição legal do termo sorvete diverge de acordo com as diferentes jurisdições, porém, este, normalmente, é um produto com dulçor, contendo gordura láctea e sólidos lácteos não gordurosos (SLNG), cujo processamento inclui o congelamento dinâmico (GOFF; HARTEL, 2006).

2.1.2 Aspectos legais

A definição legal de sorvete varia de país para país. Em países desenvolvidos, como Estados Unidos, Canadá e aqueles pertencentes à União Europeia, a composição do sorvete é altamente regulamentada em quase todas as jurisdições (GOFF, 2011b).

Nos Estados Unidos, sobremesas congeladas são subdivididas em sorvete, sorvete contendo ovo, sorvete de leite de cabra, mellorine (sorvete com gordura vegetal), *sherbet* e gelados ou *water ices*. O sorvete deve conter, pelo menos, 10% de gordura láctea e 20% de sólidos totais proveniente do leite. Além disso, é permitido substituir até 25% dos SLNG pelos sólidos do soro de queijo. O sorvete deve ter um peso mínimo de 0,54 kg L⁻¹. Até 1997, não era permitido dar a denominação sorvete a um produto contendo gordura vegetal (ADAPA et al., 2000; CLARKE, 2004; GOFF, 2011b).

No Canadá, o sorvete convencional deve conter, pelo menos, 10% de gordura láctea e 36% de sólidos totais, porém, não existe nenhuma concentração mínima com relação aos SLNG (GOFF, 2011b).

No Reino Unido, o sorvete é definido como um produto alimentício congelado contendo um mínimo de 5% de gordura e 7,5% de SLNG, devendo ser obtido por tratamento térmico e o subsequente congelamento da emulsão de

gordura, sólidos lácteos e açúcares (ou adoçante), adicionada ou não de outras substâncias. O sorvete lácteo (do inglês *dairy ice cream*) deve, além disso, conter exclusivamente gordura láctea, exceto a gordura proveniente de outro ingrediente, como, por exemplo, ovo, aromatizante ou emulsificante (CLARKE, 2004).

Embora os países da União Europeia (UE) busquem um acordo sobre padrões comuns de composição, o teor mínimo atual de gordura do sorvete varia de 5%, no Reino Unido, a 10%, na Alemanha. Alguns países, como Reino Unido e outros países da Ásia, permitem a substituição da gordura láctea pela gordura vegetal, porém, quando isso ocorrer, deve ser divulgado na rotulagem do produto. A maioria dos países da UE tem como exigência mínima de sólidos totais entre 29% e 30% para o sorvete. Como nos EUA, de forma geral, os padrões europeus especificam concentrações e tipos de ingredientes não lácteos que são permitidos, os quais incluem açúcares, estabilizantes, emulsificantes, corantes e aromas (GOFF, 2011b).

No Brasil, até recentemente, as sobremesas congeladas eram denominadas gelados comestíveis, os quais eram classificados como sorvetes de creme, sorvetes de leite, sorvetes, *sherbets*, gelados de frutas ou *sorbets* e gelados; porém, esta classificação não existe mais (BRASIL, 1999).

Agora, de forma ampla e sem nenhuma exigência específica (exceto com relação a sua densidade), todas as sobremesas congeladas são classificadas como gelados comestíveis, incluindo os sorvetes. Os gelados comestíveis são definidos como produtos congelados obtidos a partir de uma emulsão de gorduras e proteínas, com a adição de outros ingredientes, ou de uma mistura de água, açúcares e outros ingredientes. A densidade aparente mínima deve ser de $0,475 \text{ kg L}^{-1}$. Sua designação comercial pode ser seguida de expressões relativas ao ingrediente que caracteriza o produto, ao processo de obtenção, à forma de apresentação e à característica específica (BRASIL, 2005). Além disso, no país,

os aditivos alimentícios utilizados em gelados comestíveis são regulamentados por normas específicas (BRASIL, 2007).

2.1.3 Fonte e funcionalidade de ingredientes

Dentre os principais componentes na mistura base de sorvete estão gordura, SLNG, açúcares, estabilizantes e emulsificantes; água e leite fluido estão entre as principais fontes de água para balancear ou padronizar os ingredientes na mistura base. Geralmente, uma mistura base é utilizada para a produção de diversos sabores de sorvetes. Os ingredientes lácteos e não lácteos para fornecer esses componentes utilizados em formulações são escolhidos de acordo com a disponibilidade, o custo, a qualidade (o aumento do teor de gordura e sólidos totais, geralmente, são associados com o aumento da qualidade) e as definições legais (GOFF, 2006a, 2011a; GOFF; HARTEL, 2006).

Na ciência de sorvete, pesquisas com ingredientes (FLORES; GOFF, 1999; GOFF; JORDAN, 1989; LUCAS et al., 2005; PEREIRA et al., 2011) têm focado as contribuições com que esses ou seus constituintes alteram a microestrutura e as propriedades coloidais, como, por exemplo, a compreensão e o controle da recristalização de gelo; a importância da transição vítrea na estabilidade do produto congelado; o desenvolvimento de estabilizantes e desenvolvimentos na área de proteínas estruturantes de gelo provenientes de fontes naturais (denominadas proteínas anticongelantes); os avanços na compreensão e no controle da desestabilização da gordura e da funcionalidade de emulsificante e o melhor conhecimento da funcionalidade de proteínas na interface da bolha de ar e estabilidade da bolha de ar (GOFF, 2008).

2.1.3.1 Gordura

As fontes principais e mais comuns de gordura são creme de leite, manteiga e gordura vegetal. O uso da gordura derivada de ingredientes lácteos e sua quantidade estão associados à qualidade e ou ao valor do sorvete. Por exemplo, sorvetes com teor de gordura de 14% a 18% são considerados sorvetes *premium* (GOFF, 2006a). A principal gordura utilizada na fabricação do sorvete, em adição ou substituição à gordura láctea, é a vegetal hidrogenada, devido aos baixos teores de colesterol, à plasticidade e ao bom preço. Outros tipos utilizados na fabricação do sorvete são as gorduras de coco, palma, cacau, algodão e colza (SOUZA et al., 2010).

A gordura em sobremesas congeladas lácteas aumenta a riqueza de sabor, age como bom transportador e sinérgico para os compostos de sabor adicionado, produz uma textura suave, característica pela lubrificação do palato e ajuda a dar corpo e a gerar propriedades de derretimento desejáveis (GOFF, 2006a; GOFF; HARTEL, 2006). Elevado teor de gordura leva a uma textura seca, quase granulada, um baixo teor de gordura para uma textura lisa, homogênea e ligeiramente viscosa (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006). O teor de gordura de uma mistura base também ajuda na lubrificação do tambor de congelamento enquanto o sorvete está sendo fabricado. As limitações sobre a concentração excessiva de gordura em uma mistura base incluem o custo, a capacidade de batimento dificultada e a rejeição do consumidor devido à riqueza excessiva e ao alto valor calórico. A gordura contribui com 9 kcal g⁻¹ na dieta, independente de sua origem. Durante o congelamento dinâmico do sorvete, a emulsão de gordura que existe na mistura base irá parcialmente coalescer (desestabilizar), como resultado da ação de emulsificantes, incorporação de ar, cristalização de gelo e elevadas forças cisalhantes das lâminas (GOFF; HARTEL, 2006).

A composição dos ácidos graxos da gordura utilizada e suas características térmicas são fatores importantes no comportamento do sorvete durante o congelamento e têm efeito sobre a estrutura do produto final (LUCAS et al., 2005). Os triacilgliceróis na gordura do leite têm ampla faixa de fusão, de 40 °C a -40 °C. Conseqüentemente, nas temperaturas de refrigeração existe sempre uma combinação de gordura líquida e cristalina dentro dos glóbulos. A razão sólido:líquido resultante nas temperaturas do tambor de congelamento é importante para a formação da estrutura do sorvete, devido, principalmente, à necessidade de gordura cristalina para a coalescência parcial. Portanto, quando fontes de gordura não lácteas são utilizadas, elas devem ser escolhidas com a finalidade de proporcionar um teor de gordura sólida adequado (GOFF, 2011a).

2.1.3.2 Sólidos lácteos não gordurosos (SLNG)

Fontes comuns de SLNG incluem leite integral ou condensado desnatado, leite em pó desnatado, soro em pó e produtos proteicos do soro (GOFF, 2006a). Além desses, leite em pó integral, leite concentrado, leite, leite em pó (CLARKE, 2004) e retentados de soro obtidos pelos PSM também podem ser incluídos.

Os SLNG incluem lactose, micelas de caseína, proteínas do soro, sais minerais (cinzas), vitaminas e outros componentes minoritários do leite ou produtos lácteos dos quais estes são derivados (como leite condensado desnatado, leite em pó desnatado e ingredientes derivados do soro). Os SLNG contribuem para o sabor, são responsáveis por parte da redução no ponto de congelamento, aumentam a viscosidade, melhoram a textura do sorvete e ajudam a dar corpo e resistência ao mastigar o produto. Além disso, são capazes de permitir maior *overrun* (incorporação de ar), sem a característica de neve ou textura estranha associada com *overrun* elevado, além da possibilidade de ser

uma fonte de baixo custo de sólidos totais. Atualmente, formulações de sorvete utilizam diversas fontes de SLNG, além dos sólidos do leite desnatado, para substituir toda ou parte dos SLNG, seja por razões funcionais ou econômicas (GOFF; HARTEL, 2006; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006). Ao avaliar substituições para SLNG, é importante considerar os níveis de proteína, lactose e cinzas nos ingredientes substitutos.

A lactose tem doçura reduzida com relação à sacarose e pouca solubilidade. Consequentemente, durante o congelamento do sorvete, ela é crioconcentrada além de sua solubilidade máxima (supersaturada) e, assim, é potencialmente propensa à cristalização. Cristais de lactose resultam no defeito conhecido como arenosidade; portanto, quando formados, devem ser pequenos para evitar a sensação arenosa na boca. Como um dissacarídeo, a lactose também contribui para a redução no ponto de congelamento na mistura base e, assim, sua concentração deve ser controlada. A redução do ponto de congelamento causa amolecimento do sorvete e o potencial desenvolvimento de frieza, maior potencial para a cristalização da lactose ou arenosidade e sabores salgados. Ao substituir os SLNG, devem-se adicionar sólidos totais suficientes para limitar o teor de água da mistura base e satisfazer aos requisitos mínimos legais de sólidos totais. Por estas razões, muitas vezes, é desejável substituir os SLNG com um produto ou produtos com concentrações semelhantes de lactose e proteína (GOFF; HARTEL, 2004).

As proteínas contribuem muito para o desenvolvimento da estrutura em sorvetes, incluindo emulsificação, aeração e retenção de água. As propriedades emulsificantes das proteínas na mistura base surgem a partir de sua adsorção aos glóbulos de gordura na homogeneização. As propriedades de aeração no sorvete contribuem para a formação inicial das bolhas de ar na mistura base. A capacidade de retenção de água das proteínas aumenta a viscosidade na mistura

base, que confere melhor corpo ao sorvete, aumenta o tempo de derretimento do sorvete e contribui para frieza reduzida (GOFF, 2011a).

Os minerais do leite, além de afetar o sabor e a textura do sorvete, também contribuem com uma parte na redução do ponto de congelamento. No leite, o ponto de congelamento, geralmente, é constante, uma vez que o leite está em equilíbrio osmótico com o sangue quando é sintetizado. A lactose contribui com cerca de 55% na redução do ponto de congelamento do leite integral ou desnatado; o cloreto contribui com aproximadamente 25% e os 20% restantes são devido a outros componentes solúveis, incluindo cálcio, potássio, magnésio, lactatos, fosfatos e citratos (GOFF, 2006b).

2.1.3.3 Açúcares

Os principais e mais comuns açúcares utilizados na fabricação de sorvete são a sacarose e os hidrolisados de amido de milho, também conhecido como xarope de milho ou glicose (GOFF, 2006a).

Os açúcares têm funções essenciais no sorvete. Eles fornecem o dulçor, controlam a quantidade de gelo, realçam sabores e melhoram a textura (fornecendo suavidade e palatabilidade nos sorvetes). Além disso, muitas vezes, são as fontes mais econômicas de sólidos totais. A capacidade de baixar o ponto de congelamento de uma solução confere uma medida de controle sobre a relação dureza/temperatura. Na determinação da mistura adequada de açúcares para uma mistura base de sorvete, os sólidos totais necessários dos açúcares, o dulçor de cada açúcar, bem como a redução do ponto de congelamento combinado de todos os açúcares em solução devem ser calculados para atingir o teor de sólidos adequado, o nível de dulçor apropriado e o nível de dureza satisfatório. O agente edulcorante mais comum utilizado é a sacarose, que também pode ser em combinação com outros açúcares. A sacarose, assim como

a lactose, está presente no sorvete no estado vítreo ou supersaturado, de modo que nenhum cristal de sacarose esteja presente (GOFF; HARTEL, 2006).

Além disso, tornou-se uma prática comum nas indústrias substituir toda ou parte da sacarose por açúcares derivados do amido de milho ou de outras fontes de amido, como o arroz, por exemplo. A utilização de sólidos do xarope de milho em sorvete tem os objetivos de: proporcionar maior suavidade, uma vez que este contribui para textura mais firme e mastigável; fornecer melhor características de derretimento e acentuar sabores de frutas; reduzir potencial choque térmico, o que melhora a prateleira vida do produto final e fornecer uma fonte econômica de sólidos totais (GOFF, 2011a; GOFF, HARTEL, 2004).

2.1.3.4 Emulsificantes

De fato, no sentido próprio da palavra, os emulsificantes não são necessários (existem proteínas suficientes para exercer esta função durante a homogeneização) e não desempenham papel significativo na formação das bolhas de ar. Porém, os emulsificantes estimulam a aglomeração dos glóbulos de gordura e se ligam às bolhas de ar (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006). Existem dois tipos principais de emulsificantes utilizados na fabricação de sorvete, os mono- e os di-glicerídeos e os ésteres de sorbitana, embora os ovos também forneçam propriedades emulsificantes semelhantes (GOFF, 2006a, 2011a; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

Algumas vezes, pequenas moléculas surfactantes (emulsificantes) são misturadas com estabilizantes em misturas patenteadas, porém, as funções e os mecanismos de ação dos emulsificantes são muito diferentes dos estabilizantes. Seu modo de ação está relacionado à sua atividade nas interfaces ar/solução aquosa e gordura/solução aquosa. Os emulsificantes são adicionados, principalmente, devido à sua influência nas interfaces entre glóbulos de gordura

e bolhas de ar; se os emulsificantes têm qualquer efeito sobre o tamanho dos cristais de gelo, esses efeitos são secundários, resultando dos efeitos das bolhas de ar e tamanho e formação do glóbulo de gordura sobre a cristalização do gelo (HARTEL, 1996).

Eles são utilizados para melhorar as propriedades de aeração da mistura base, produzir sorvete de extrusão com propriedades de retenção de corpo boas para facilitar a moldagem, produzir corpo e textura suaves no produto final e para produzir um produto com propriedades de retenção de corpo boa durante o derretimento. Como mecanismo de ação, eles reduzem a tensão interfacial gordura/solução aquosa na mistura, resultando no deslocamento de proteína da superfície do glóbulo de gordura que, por sua vez, reduz a estabilidade do glóbulo de gordura à coalescência parcial durante o processo de batimento e congelamento, o que leva à formação de uma estrutura agregada de gordura no produto congelado que contribui para propriedades de textura e derretimento (GOFF, 2006b, 2011a).

2.1.3.5 Estabilizantes

Os estabilizantes são um grupo de ingredientes (geralmente polissacarídeos) comumente utilizados em formulações de sorvete. Entre os utilizados estão gomas guar, xantana, alfarroba e carragena, carboximetilcelulose, gelatina, alginato e pectina (GOFF, 2011a; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

Estabilizantes são polímeros lineares ou ramificados, os quais contêm grupos hidroxilas que podem formar ligações de hidrogênio com as moléculas de água. Devido ao seu tamanho, estabilizantes não se dissolvem em água tão facilmente como moléculas menores; alguns exigem altas temperaturas ou forças cisalhantes para a hidratação completa. Quando dissolvidos, produzem soluções

de elevada viscosidade a baixas concentrações. Alguns estabilizantes em solução podem formar géis quando adicionados de cátions, aquecidos e/ou resfriados. Outros têm propriedades de soluções complexas, como comportamento sensível ao cisalhamento ou viscosidades particularmente elevadas (CLARKE, 2004).

As interações entre polissacarídeos e proteínas podem ser prejudiciais ou benéficas para a qualidade do produto final, dependendo da sua natureza e das propriedades desejadas do produto final (BRYANT; MCCLEMENTS, 2000). Quando dois polímeros diferentes são utilizados juntos, as interações entálpicas entre cadeias contrárias são, normalmente, mais ou menos favoráveis do que interações entre cadeias do mesmo tipo, levando à associação ou à segregação, respectivamente (FITZSIMONS; MULVIHILL; MORRIS, 2008).

As interações associativas normalmente ocorrem por atração eletrostática (por exemplo, entre polissacarídeos negativamente carregados e proteínas positivamente carregadas), as quais, geralmente, resultam na formação de complexos insolúveis. Interações segregativas, as quais são mais frequentes, ocorrem em quase todas as misturas de biopolímeros em que não há força eletrostática para que ocorra a associação (FITZSIMONS; MULVIHILL; MORRIS, 2008).

Mesmo quando um sistema de biopolímero misto é termodinamicamente instável, a separação de fases pode não ser observada na escala de tempo experimental devido às barreiras de energia cinética associada com o movimento limitado de moléculas por meiodas redes de biopolímeros. Assim, se um ou mais dos biopolímeros é altamente viscoso ou forma gel, a taxa e a extensão da separação de fases pode ser severamente retardada. A rede de biopolímero resultante pode ser interpenetrante (homogênea) ou de fase separada (heterogênea), dependendo do tipo de proteínas e de polissacarídeos envolvidos (BRYANT; MCCLEMENTS, 2000).

Os principais objetivos para utilizar estabilizantes em sorvetes são aumentar a viscosidade da mistura base, produzir suavidade no corpo e textura, retardar ou reduzir o crescimento de cristais de gelo e lactose durante armazenamento (ou mascarar os efeitos do crescimento de cristal), especialmente durante as flutuações de temperatura (conhecidos como choque térmico), manter em suspensão uniforme ingredientes de proporcionam sabor, proporcionar uniformidade ao produto, reduzir a migração de umidade do produto para a embalagem ou ar e ajudar a prevenir a contração do volume do produto durante o armazenamento. Além disso, eles aumentam a resistência ao derretimento (GOFF; HARTEL, 2004, 2006).

O mecanismo de ação dos estabilizantes em reforçar a estabilidade congelada está relacionado, principalmente, aos seus efeitos sobre os cristais de gelo e a matriz não congelada (GOFF, 2011a).

Os estabilizantes utilizados em sorvete devem ter um sabor neutro, não interagir com outros sabores no sorvete, contribuir para o derretimento aceitável do sorvete e fornecer textura desejável para o consumo. Limitações à sua utilização incluem a produção de características indesejáveis de derretimento, viscosidade da mistura excessiva e contribuição para um corpo pesado e empapado. Embora estabilizantes aumentem a viscosidade da mistura, eles têm pouco ou nenhum impacto sobre a redução do ponto de congelamento (GOFF; HARTEL, 2006). As baixas concentrações de estabilizantes adicionadas (~ 0,3%) também devem ter muito pouco efeito sobre o comportamento de fase; é amplamente aceito que a utilização de estabilizante em sorvete, em concentrações muito baixas, não influencia as curvas de transição vítrea (HARTEL, 1996).

Cada estabilizante tem suas próprias características, porém, frequentemente, ele apresenta efeitos sinérgicos. Assim é utilizado em combinação de dois ou mais, para melhorar sua eficácia geral (CLARKE, 2004;

GOFF, 2006b; GOFF; HARTEL, 2006). Por exemplo, a interação sinérgica da goma xantana com galactomananas, como a goma guar, resulta em aumento na viscosidade da solução (BEMILLER; WHISTLER, 1996; SWORN, 2009).

2.1.4 Formação da estrutura: mistura base

O desenvolvimento da textura e da estrutura no sorvete é sequencial, seguindo, basicamente, as etapas de fabricação. Para compreender melhor a estrutura do sorvete é necessário começar desde o início da formação da mistura base.

A estrutura do sorvete começa com a mistura base, como uma simples emulsão, com uma fase discreta de glóbulos de gordura parcialmente cristalina, envolvidos por uma camada interfacial composta de proteínas e surfactantes. A fase contínua ou aquosa consiste de micelas de caseínas não adsorvidas em suspensão em uma solução de açúcares, proteínas do soro não adsorvidas, sais e polissacarídeos de peso molecular elevado (GOFF, 2011a).

As operações de processamento de sorvete podem ser divididas em duas fases distintas, a fabricação da mistura base e as operações de congelamento. As principais etapas de fabricação da mistura base são a combinação e a mistura de ingredientes, a pasteurização contínua ou em bateladas, a homogeneização e a maturação ou a estabilização da mistura (GOFF; HARTEL, 2006).

Os ingredientes são pré-misturados antes da pasteurização, de acordo com as quantidades estabelecidas pela formulação. Esta mistura é relativamente simples. Se todo o processo for automatizado, tanto os ingredientes líquidos quanto os ingredientes em pó podem ser dosados por meio de bombas e agitados por lâminas (GOFF; HARTEL, 2004).

2.1.4.1 Tratamento térmico

O primeiro e principal objetivo da pasteurização é estabilizar o produto a partir do ponto de vista microbiológico. Além disso, também permite controlar a homogeneidade de microrganismos, se estes são inoculados intencionalmente no processo, como, por exemplo, bactérias lácticas (FOUCQUIER et al., 2012).

Com efeito, o aquecimento durante o processamento de produtos lácteos pode resultar em alterações na estrutura durante o processamento. As proteínas do soro são proteínas globulares, solúveis em água e sensíveis ao calor (RAIKOS, 2010). As alterações mais significativas durante o aquecimento estão relacionadas com as mais importantes proteínas do soro, tanto com relação à concentração quanto do ponto de vista tecnológico, α -lactalbumina (α -La) e, principalmente, β -lactoglobulina (β -Lg).

A conformação da β -Lg depende do pH; a temperatura ambiente com o pH entre 5,20 (seu ponto isoelétrico) e 7,50 (a faixa de pH que inclui o soro) e a β -Lg existe como um dímero de dois monômeros ligados por ligações não covalentes, com uma massa molar de 36,7 kDa. O monômero de 18,3 kDa está presente apenas em valores de pH abaixo de 3,0 ou acima de 8,0. Para valores de pH entre 3,7 e 5,1, em concentrações elevadas de proteína, os dímeros se unem para formar octâmeros, com um máximo a pH 4,6 (BALDASSO; KANAN; TESSARO, 2011).

A molécula da segunda proteína mais abundante no soro, α -La, consiste de 123 aminoácidos e tem massa molar de 14,1 kDa; ela contém quatro ligações dissulfeto e nenhum grupo fosfato (BALDASSO; KANAN; TESSARO, 2011). De acordo com Smith (2003 citado por BALDASSO; KANAN; TESSARO, 2011), nas condições iônicas do leite, a α -La se encontra como um monômero.

Os tratamentos térmicos podem conduzir à desnaturação das proteínas do soro, o que resulta na formação de agregados dessas que podem se associar

com as membranas dos glóbulos de gordura do leite e com as caseínas. Portanto, a pasteurização pode modificar fortemente as características físico-químicas do meio (DALGLEISH; CORREDIG, 2012; FOUCQUIER et al., 2012).

O principal componente envolvido durante o aquecimento é a β -Lg. Com o aumento da temperatura ocorre uma pequena mudança reversível na conformação da β -Lg e, a 65 °C, com pH natural do leite (pH 6,8), a estrutura terciária das proteínas globulares altera, o que conduz à exposição dos grupos tiol (sulfidríla) e hidrofóbico. Em seguida, a β -Lg desnaturada tende a agregar irreversivelmente com outras β -Lgs, α -Las, membranas dos glóbulos de gordura do leite e κ -caseínas localizadas na superfície das micelas de caseínas ou também, mais raramente, no soro (FOUCQUIER et al., 2012).

Durante a emulsificação dos ingredientes (antes da pasteurização), as caseínas são preferencialmente transferidas para a interface óleo/água, quando comparadas com as proteínas do soro, dominando a espessura da camada adsorvida e produzindo uma camada estabilizada. Após o aquecimento, as proteínas do soro competitivamente deslocam as caseínas da interface, exceto a κ -caseína, que resiste ao deslocamento devido à ligação complexa com a β -lg (UDABAGE et al., 2005).

2.1.4.2 Homogeneização

A homogeneização da mistura quente converte a massa de gordura em pequenos glóbulos finamente divididos (SEGALL; GOFF, 2002), aumentando consideravelmente o número e a área superficial dos glóbulos de gordura presentes. Os glóbulos grandes de gordura são fracionados em pequenos glóbulos com aproximadamente 1 μ m de diâmetro, resultando em uma emulsão fina com grande quantidade de pequenos glóbulos e com maior área superficial (GOFF, 2006b).

Em uma emulsão sem a presença de emulsificantes, as proteínas do leite rapidamente adsorvem aos glóbulos de gordura homogeneizados para reduzir sua tensão interfacial. As proteínas adsorvem, no lado da fase contínua da interface gordura-matriz, com as partes hidrofóbicas na interface. Caseínas livres, micelas de caseína e proteínas do soro têm diferentes atividades de superfície, de modo que as caseínas têm maior adsorção à interface do que as proteínas do soro (CLARKE, 2004). Este fato explica a maior tensão superficial dos pequenos glóbulos de gordura estabilizados por leite em pó desnatado em mistura base de sorvete, quando comparados, por exemplo, com concentrado proteico de soro. Embora tanto proteínas do soro quanto caseínas tenham capacidade de produzir emulsões estáveis à agregação, a repulsão eletrostática/estérica entre os pequenos glóbulos evita a floculação, devido, principalmente, às caseínas do leite pó desnatado. Por outro lado, as proteínas do soro são menos capazes de formar emulsões livres de agregação, o que confirma a maior influência das caseínas na interface de pequenos glóbulos monodispersos em mistura base de sorvete (MENDEZ-VELASCO, 2010).

Em uma típica mistura base com a presença de emulsificantes, estes reduzem a tensão interfacial entre as fases contínua e lipídica (glóbulo de gordura). Com isso, a adsorção à superfície dos glóbulos de gordura na homogeneização é mais favorável aos emulsificantes do que às caseínas, pois leva à redução da energia livre do sistema. Por outro lado, a redução da quantidade de caseínas adsorvidas à superfície dos glóbulos de gordura pelos emulsificantes resulta em uma emulsão menos estável às forças cisalhantes durante o congelamento dinâmico (GOFF, 1997; GOFF; JORDAN, 1989). De acordo com Goff e Jordan (1989), a adição de Tween 80 pós-homogeneização também resulta na desestabilização da gordura, ou seja, as caseínas também podem ser deslocadas da superfície dos glóbulos de gordura pelos emulsificantes, mesmo depois de serem adsorvidas.

A homogeneização deve ser, normalmente, realizada a uma temperatura acima do ponto de fusão da gordura para assegurar que a gordura tenha mobilidade para formar novos glóbulos. As temperaturas elevadas, por exemplo, acima de 65 °C, como no caso das misturas bases de sorvete, aumentará a probabilidade de cavitação, contribuindo com o processo de homogeneização (WILBEY, 2011). O aumento resultante de 8 a 10 vezes na área superficial dos glóbulos de gordura é responsável pela formação inicial da estrutura do glóbulo de gordura na mistura base (GOFF, 2011a).

Os efeitos de rede da homogeneização são glóbulos de gorduras menores e com tamanho médio mais uniforme, o que resulta em maior estabilidade dos glóbulos durante a maturação, melhor capacidade de batimento e um produto final mais suave, mais uniforme e com maior riqueza aparente (GOFF, 2011a).

2.1.4.3 Estabilização ou maturação

Após a pasteurização e a homogeneização, a mistura é, então, arrefecida e armazenada, ou melhor, maturada fisicamente à temperatura de 2 °C a 4 °C de 4 a 24 horas (GOFF, 2011a).

Dois processos importantes ocorrem durante a maturação. Primeiro, os emulsificantes adsorvem à superfície dos glóbulos de gordura, substituindo as proteínas do leite (Figura 1). Isso é facilitado pelo fato de que, à medida que a mistura é resfriada, os mono- e di- acilgliceróis começam a cristalizar, o que os torna mais hidrofóbicos, de modo que eles adsorvem mais fortemente aos glóbulos de gordura. Os emulsificantes têm suas cadeias de ácidos graxos na fase lipídica e sua parte polar na superfície em contato com a fase contínua. O deslocamento de proteínas pelos emulsificantes resulta em uma membrana mais fraca. Essa membrana é suficientemente forte para estabilizar a emulsão sob as

condições estáticas durante a maturação, mas torna a emulsão instável sob forças cisalhantes (CLARKE, 2004).

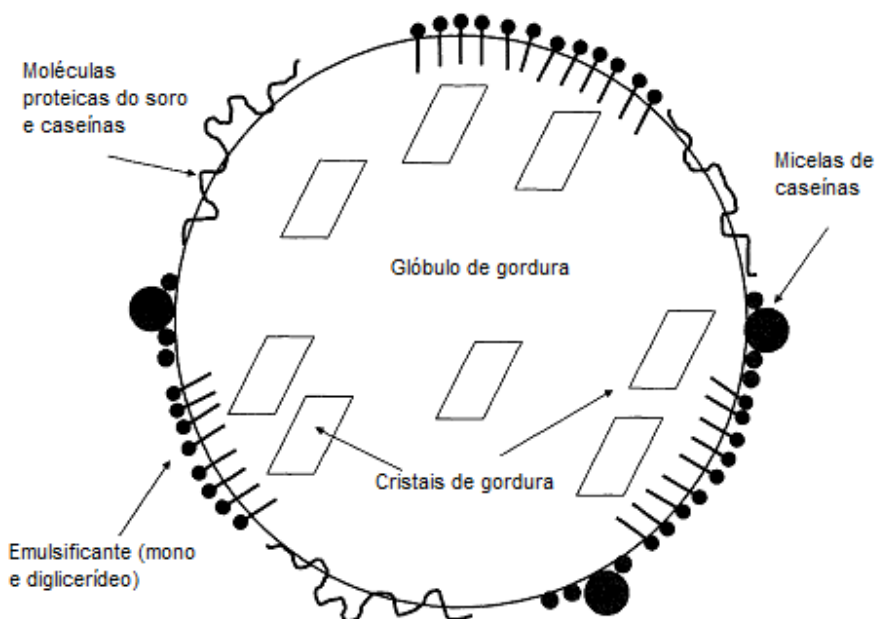


Figura 1 Representação esquemática do glóbulo de gordura durante a maturação
Fonte: Adaptado de Clarke (2004)

Segundo, a gordura no interior dos glóbulos começa a cristalizar. A cristalização é lenta porque a nucleação deve ocorrer dentro de cada glóbulo individual. Os monos- e os di-glicerídeos cristalinos e o elevado ponto de fusão dos triacilgliceróis promovem a cristalização de gordura por agirem como pontos de nucleação. Cristais de gordura podem se sobressair através da superfície do glóbulo. É essencial que o tempo de maturação seja longo o suficiente para que a cristalização ocorra e para que os emulsificantes desloquem parte das proteínas, uma vez que ambos os processos são precursores importantes para a próxima etapa na produção de sorvete (CLARKE, 2004).

Além desses dois processos importantes também ocorre a hidratação das proteínas do leite e dos estabilizantes (ocorre o aumento de viscosidade durante o período de maturação). O rearranjo nas membranas dos glóbulos de gordura resulta em uma textura mais suave e um produto de melhor qualidade. A proporção adequada sólido:líquido de gordura deve ser alcançada nesta fase. Essa proporção em função da temperatura e da composição de triacilgliceróis da gordura utilizada é necessária para a coalescência parcial durante o batimento dinâmico. As qualidades de batimento da mistura, geralmente, são melhoradas com a maturação. Misturas não maturadas apresentam baixa viscosidade, alta umidade na extrusão do congelamento dinâmico e exibe capacidades de batimento variáveis (GOFF, 2011a).

2.1.5 Formação da estrutura: sorvete

A textura do sorvete talvez seja um dos seus atributos de qualidade mais importantes. É a manifestação sensorial da estrutura. Assim, o estabelecimento de uma estrutura de sorvete ótima é crítica para a qualidade máxima da textura (GOFF, 2011a).

Após a maturação, a mistura base segue para a próxima etapa da produção do sorvete, o congelamento dinâmico, em que a mistura base é submetida, ao mesmo tempo, ao congelamento e ao batimento. A microestrutura de alimentos congelados, como o sorvete, é muito complexa e pode consistir de grande número de fases distintas. As diferentes fases podem ser dispersas ou contínuas (PINZER et al., 2012).

A emulsão da mistura base é subsequentemente incorporada de ar (estrutura aerada), criando uma fase dispersa de bolhas de ar, a qual é congelada, formando outra fase dispersa de cristais de gelo. A fase contínua é crioconcentrada e agora pode ser definida como matriz não congelada. Além

disso, a fase de gordura parcialmente cristalina a temperaturas refrigeradas sofre coalescência parcial durante o processo de congelamento dinâmico, resultando em uma rede de gordura aglomerada, que envolve parcialmente as bolhas de ar e dá origem a uma estrutura do tipo sólida (GOFF, 2011a). Segundo Pinzer et al. (2012), ainda não está totalmente elucidado se os cristais de gelo e a estrutura aerada constituem fase dispersa ou contínua. Além disso, eles são dependentes da composição exata e das condições ambientais (temperatura e tempo de armazenamento, por exemplo). A representação esquemática da estrutura do sorvete se encontra na Figura 2.

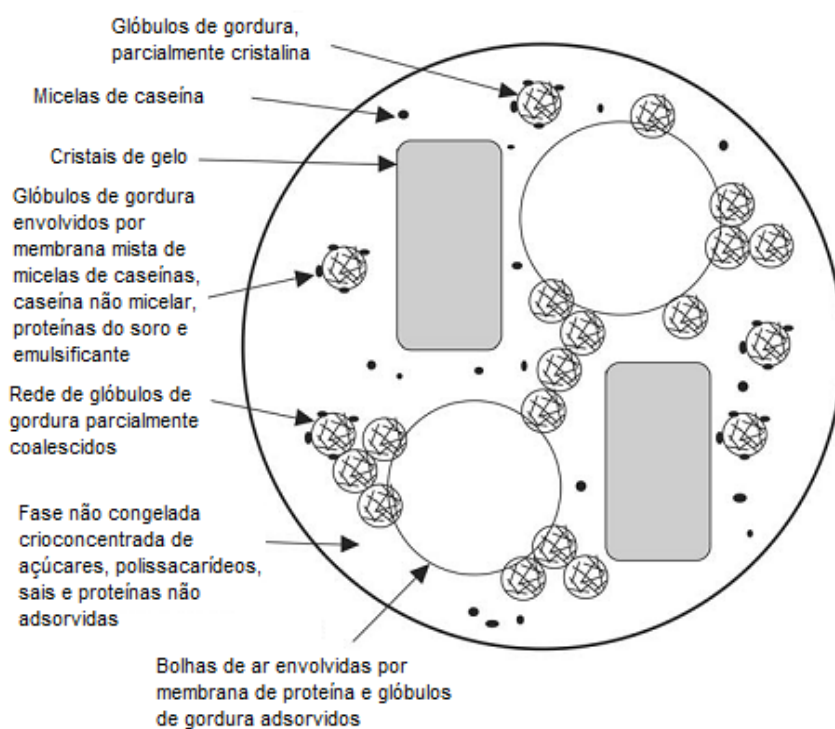


Figura 2 Diagrama esquemático da estrutura de sorvete
Fonte: Adaptado de Goff (2006b)

Em sorvetes, essas fases distintas estão inter-relacionadas e, juntas, estabelecem a estrutura e a textura resultantes. Consequentemente, os fatores que envolvem a composição da mistura base, as etapas de produção, principalmente o congelamento, e o perfil de temperatura ao longo do sistema de distribuição são críticos na concretização da boa qualidade do sorvete até chegar ao consumidor (GOFF, 2006b).

Um sorvete típico consiste de, aproximadamente, 25%-30% de gelo, 50% de ar, 5% de gordura e 15%-20% de matriz não congelada (solução crioconcentrada), por unidade de volume. As propriedades do sorvete são determinadas por sua formulação e as condições de processamento utilizadas em sua produção (CLARKE, 2004; UDABAGE et al., 2005). Portanto, esse produto envolve os três estados da matéria: sólido (cristais de gelo e gordura), líquido (solução não congelada crioconcentrada) e gasoso (bolhas de ar) (CLARKE, 2004).

Sorvete é um exemplo especial de microestrutura alimentícia complexa, a qual se altera drasticamente em resposta a diversos fatores, como composição, processamento, armazenamento e, principalmente, temperatura. Uma vez que o sorvete é um produto multifásico, as complexas interações entre as fases e os mecanismos físicos que dirigem a evolução da microestrutura ainda não são bem compreendidos (PINZER et al., 2012).

2.1.5.1 Cristalização do gelo

A formação de cristais de gelo pode ser influenciada por diversos fatores que interagem e dependem uns dos outros, principalmente condições de processo e formulação da mistura base (HARTEL, 1996).

Os açúcares e os sais na mistura base afetam o ponto de congelamento da mistura e, consequentemente, afetam o grau de sobreaquecimento para uma

dada temperatura do líquido refrigerante (MARSHALL; GOFF; HARTEL, 2003). Se o teor de gordura é aumentado em uma formulação, os cristais de gelo são menores, uma vez que o volume da fase gelo é reduzido, devido ao teor de água reduzido. Se outros componentes, exceto a água, são alterados para ajustar o teor de gordura, seus efeitos sobre a cristalização do gelo também devem ser considerados. Alterações no SLNG também afetam a formação dos cristais, principalmente devido à sua influência sobre o ponto de congelamento e transição vítrea (lactose). Assim, o aumento no teor de SLNG provoca uma redução no tamanho médio dos cristais de gelo; além disso, um efeito adicional pode resultar devido ao estado de desnaturação das proteínas, as quais podem agir como estabilizante e inibir o crescimento dos cristais (HARTEL, 1996). A coalescência parcial dos glóbulos de gordura também pode ter um papel na manutenção de cristais de gelo pequenos. As bolhas de ar podem agir como um isolante, atenuando as flutuações de temperatura, e pode fisicamente impedir o crescimento de cristais de gelo (COOK; HARTEL, 2010).

Os mecanismos que levam à formação de gelo em um congelador dinâmico são muito complexos (GOFF; HARTEL, 2004). O mecanismo real de cristalização do gelo no trocador de calor de superfície raspada ainda não é totalmente elucidado, devido às dificuldades técnicas para observar a formação do gelo por meio da mistura opaca e dentro de um congelador de superfície raspada. No entanto, alguns princípios básicos do mecanismo são, geralmente, bem aceitos.

A cristalização ocorre em quatro passos: sobrefrefecimento ou superesfriamento, nucleação, crescimento e recristalização (COOK; HARTEL, 2010).

O sobrefrefecimento ocorre quando a temperatura do líquido cai abaixo do seu ponto de congelamento. Quando o gelo congela ou cristaliza a partir de qualquer solução, várias etapas devem ocorrer. Primeiro, a solução deve ser

resfriada abaixo do ponto de congelamento da solução. A diferença de temperatura entre a temperatura real e a temperatura do ponto de congelamento da mistura é a força motriz para o congelamento (GOFF; HARTEL, 2006). Em geral, as moléculas de água estão constantemente em conjunto para formar aglomerados mantidos juntos por ligações de hidrogênio. Estes agrupamentos são continuamente quebrados devido a vibrações moleculares, embora a temperaturas mais baixas aumentem a formação de agrupamentos. Em certo nível de superarrefecimento, os aglomerados de gelo ganham moléculas suficientes de água para sobreviver ou não como núcleos de cristal. Assim, existe um raio crítico acima do qual os núcleos provavelmente sobreviverão (COOK; HARTEL, 2010).

A nucleação é o nascimento de um cristal. O processo de nucleação começa com o aglomerado inicial de gelo como uma agregação de moléculas livres. À medida que o aglomerado perde energia, as moléculas tornam-se mais ordenadas e uma estrutura de rede começa a se formar e o aglomerado se torna um embrião. Quando o embrião cresce suficientemente para estar em equilíbrio termodinâmico com a solução e quando ele supera a barreira de energia de nucleação, ele ainda é um núcleo - a menor partícula de moléculas em uma rede cristalina que não irá redissolver. Portanto, quando o núcleo cresce, torna-se um cristal (COOK; HARTEL, 2010).

A nucleação pode ocorrer de várias maneiras. Nucleação primária descreve a formação espontânea de um núcleo a partir da solução, enquanto a nucleação secundária descreve a formação de um núcleo a partir de um cristal preexistente ou de um fragmento de cristal. Existem dois tipos de nucleação primária, homogênea e heterogênea. Na nucleação homogênea, o núcleo é formado na maior parte do fluido por acumulação molecular. Na nucleação heterogênea, por outro lado, o núcleo se forma sobre uma partícula ou objeto

estranho, o qual poderia ser qualquer coisa, desde uma partícula de pó até a parede do congelador (COOK; HARTEL, 2010).

Dentro congelador de superfície raspada, vários processos complexos relacionados ao congelamento ocorrem simultaneamente. Além disso, cada processo afeta a natureza de outros processos, principalmente por meio da influência na transferência de calor. A camada fina de gelo policristalino que é raspada da parede do congelador é mais fria do que o fluido no centro do cilindro. Assim, esse floco raspado mais frio arrefece o ambiente circundante que, por sua vez, é aquecido. Este aquecimento, junto com a agitação mecânica, faz com que o floco seja dividido em pedaços menores (GOFF; HARTEL, 2004).

Os cristais de gelo policristalinos dentro desses flocos são dispersos na solução da massa em que eles derretem, crescem ou amadurecem, de acordo com as condições de seu ambiente imediato. Em regiões onde a temperatura é ligeiramente maior do que o floco policristalino da parede, os cristais de gelo começam a derreter. No entanto, o derretimento leva calor para fora da solução na forma de calor latente que, subsequentemente, arrefece o ambiente circundante. A direção da transferência de calor determina quais regiões obtêm o efeito de maior arrefecimento. Nas regiões onde a temperatura é um pouco menor do que o floco da parede, os cristais de gelo crescem devido à força motriz da temperatura. No entanto, o crescimento provoca a libertação de calor latente, que aquece o meio ambiente circundante (GOFF; HARTEL, 2006).

Para complicar ainda mais esta dinâmica de fusão e de crescimento dentro do congelador, ainda existe o mecanismo termodinâmico de amadurecimento. O amadurecimento baseia-se na ligeira diferença em equilíbrio (por exemplo, a temperatura de congelamento) entre os cristais de tamanhos diferentes. Sabe-se que cristais muito pequenos (menos de 5 μm para gelo) têm um ponto de congelamento ligeiramente inferior ao dos cristais grandes. Assim,

os cristais muito pequenos podem, efetivamente, derreter, ao mesmo tempo (no mesmo ambiente) em que os cristais de gelo maiores continuam a crescer. Na verdade, é este princípio de amadurecimento que leva a alterações em cristais de gelo devido à recristalização no armazenamento (GOFF; HARTEL, 2004, 2006).

A taxa de nucleação é importante, pois afeta o número de cristais em um produto que, por sua vez, afeta o tamanho de cada cristal. No caso dos sorvetes, uma vez que ele sai do congelador, o número máximo de cristais de gelo é definido e os cristais continuam a crescer até que a quantidade de gelo esteja em equilíbrio com a temperatura (COOK; HARTEL, 2010). O sorvete saindo do congelador dinâmico contém diversos pequenos cristais de gelo estimados em 4×10^9 cristais por litro, resultando em um produto suave e frio (GOFF; HARTEL, 2004).

Quando a água é congelada, ocorre o aumento das concentrações de açúcares e outros solutos presentes na mistura. Quando a concentração se torna muito alta, o processo de cristalização de gelo irá parar, deixando uma porção de água não congelada de 10% a 15% (solução crioconcentrada ou matriz não congelada), mesmo após um longo período de tempo de endurecimento (ADAPA et al., 2000).

Após a fase inicial da formação de gelo num congelador dinâmico, em que cerca da metade da água é transformada em gelo, existe a etapa de congelamento com ar forçado, frequentemente chamada de endurecimento (GOFF; HARTEL, 2006).

O tamanho médio dos cristais de gelo é de fundamental importância para a qualidade e a vida de prateleira de produtos congelados. Os cristais de gelo devem estar abaixo ou, pelo menos, não significativamente acima do limiar de detecção sensorial no momento do consumo, ou seja, de 40 a 50 μm (GOFF, 2006b; GOFF; HARTEL, 2006). Ao sair do congelador de superfície raspada, os cristais de gelo têm forma de disco (arredondado), com diâmetro médio de 20 a

30 μm . Após o endurecimento, o tamanho do cristal pode variar de 1 a 150 μm , com média aproximada de 35 μm (COOK; HARTEL, 2011). Quando os cristais tornam-se maiores do que esse tamanho, o sorvete pode ser considerado de estrutura grosseira. Além do controle da cristalização do gelo para produzir número e tamanho desejado de cristais, o controle da recristalização para reduzir a taxa de crescimento dos cristais são pontos críticos para a produção de sorvete de alta qualidade (GOFF; HARTEL, 2004).

2.1.5.2 Desestabilização da gordura e estabilização das bolhas de ar

Enquanto o processo de congelamento dinâmico está geralmente associado à formação da fase de gelo, aeração e batimento também são responsáveis pela formação dos aspectos coloidais da estrutura durante esse processo, uma vez que bolhas de ar e gordura parcialmente desestabilizadas ou coalescidas são elementos estruturais importantes (GOFF; HARTEL, 2004).

Ao mesmo tempo, quando o gelo é formado, também ocorre a incorporação de ar, a qual conduz ao desenvolvimento de células de ar e o *overrun* desejado (quantidade de ar incorporado). As bolhas de ar e os cristais de gelo têm, aproximadamente, de 20 a 50 μm e estão envolvidos pela matriz não congelada, a qual é dependente da temperatura (GOFF, 2011a; GOFF; HARTEL, 2004).

Além disso, a desestabilização da emulsão de gordura que ocorre durante o congelamento promove a incorporação e a estabilização das células de ar (GOFF; HARTEL, 2006). Em particular, a desestabilização da gordura é responsável por formar uma rede de glóbulos de gordura, com maior ou menor coalescência, que contribui para a textura do sorvete (LUCAS et al., 2005).

Para coalescência parcial e agregação dos glóbulos de gordura, certa quantidade de gordura cristalina é necessária, tornando a razão gordura

sólido:líquido a temperaturas de congelamento um parâmetro importante para a formação da estrutura do sorvete (SMET et al., 2010). A coalescência parcial ocorre quando cristais de gordura saliente dos glóbulos perfuram os glóbulos vizinhos em contato próximo. Os cristais de gordura mantêm os glóbulos em conjunto, como aglomerados, os quais podem continuar a crescer em agregados de tamanho maior. Outras formas de agregação dos glóbulos incluem aglomeração ou coalescência. Aglomeração refere-se aos glóbulos mantidos juntos por proteínas interfaciais ou áreas de superfície interagindo juntas. A coalescência ocorre quando os glóbulos se fundem completamente em outros maiores (MÉNDEZ-VELASCO; GOFF, 2012).

A agregação dos glóbulos, que por sua vez estabiliza as bolhas de ar, proporciona ao sorvete sua cremosidade característica, aparência seca e retenção de corpo. A desestabilização ainda proporciona a produção de um sorvete suave com boa resistência ao derretimento, uma vez que a estrutura da bolha de ar é reforçada pela rede tridimensional contínua parcialmente coalescida/aglomerada de gordura (GOFF; JORDAN, 1989; SMET et al., 2010; UDABAGE et al., 2005).

Ainda não existe completa elucidação dos tipos de agregados que compõem a estrutura de gordura em sorvete. O mecanismo geralmente aceito até então é a coalescência parcial (MÉNDEZ-VELASCO; GOFF, 2012).

2.1.5.3 Recristalização

A recristalização é o processo de alterações em número, tamanho e forma de cristais de gelo durante o armazenamento congelado, mantendo a massa de cristais total constante (COOK; HARTEL, 2010; FLORES; GOFF, 1999). Pode ocorrer tanto durante o processo de cristalização, durante o congelamento inicial do sorvete, quanto após o processo, durante o

armazenamento do sorvete. A recristalização, como o crescimento, é uma função de transferência de massa e calor, assim como o efeito Kelvin. Isso ocorre devido à tendência do sistema ao equilíbrio com energia livre mínima. Além disso, devido ao efeito Kelvin, pequenos cristais e extremidades afiadas de um cristal (maior redução no ponto de congelamento) derretem mais rápido do que cristais maiores e mais arredondados a uma dada temperatura (COOK; HARTEL, 2010).

A recristalização, basicamente, envolve pequenos cristais desaparecendo e cristais grandes surgindo, além da fusão de cristais em conjunto. Os três principais tipos de recristalização são isomassa, migratório e acréscimo (quando se trata de dispersões de cristais de gelo; quando se trata de emulsões e estrutura aerada, é referida como coalescência) (CLARKE, 2004; COOK; HARTEL, 2010; FLORES; GOFF, 1999).

Recristalização isomassa é a mudança na forma de um cristal sem alteração na massa (arredondamento). Refere-se a mudanças na estrutura interna ou superfície, de modo que cristais com formas irregulares e grandes proporções de superfície/volume assumem uma estrutura mais compacta. Assim, as superfícies mais nítidas (ou finas) são menos estáveis do que aquelas mais planas, tendendo a se tornar mais suaves ao longo do tempo (COOK; HARTEL, 2010; FLORES; GOFF, 1999).

Recristalização migratória refere-se, em geral, à tendência dos cristais maiores para crescer à custa de cristais menores. Maturação de Ostwald é um tipo de recristalização migratória que ocorre à temperatura e pressão constantes, devido a diferenças na energia de superfície entre os cristais. No entanto, a recristalização migratória é reconhecida por flutuações de temperatura (choque térmico), induzindo um comportamento de fusão e recongelamento, devido às flutuações da concentração de gelo. O comportamento de fusão/recongelamento pode conduzir ao total desaparecimento de cristais menores durante aquecimento

e ao crescimento de cristais maiores durante o resfriamento ou à redução no tamanho dos cristais durante a fusão parcial e a regeneração de cristais existentes durante o resfriamento. O comportamento fusão/recongelamento deve aumentar a temperaturas mais elevadas e mais rapidamente para os cristais menores (FLORES; GOFF, 1999).

A recristalização por acréscimo refere-se à tendência natural de cristais próximos se unirem para formar um cristal (COOK; HARTEL, 2010). Os gradientes de concentração nas áreas entre os cristais são elevados e, assim, o material é transportado para o ponto de contato entre cristais, e uma ligação é formada. Além disso, o arredondamento irá ocorrer porque uma superfície de curvatura alta como esta tem uma tendência natural para se tornar plana (FLORES; GOFF, 1999).

O ponto de congelamento de uma mistura de sobremesa congelada é crítico na fabricação de um produto aceitável. Produtos como sorvete devem ter um ponto de congelamento suficientemente elevado para permitir a formação de cristais de gelo adequados e pequenos. Se o ponto de congelamento é muito baixo, uma menor percentagem de água é congelada, o que aumenta os efeitos da recristalização quando a temperatura varia durante o armazenamento (ADAPA et al., 2000).

2.2 Soro

2.2.1 Definições

Segundo Codex Alimentarius Commission (2007, p. 21), soro é o “produto do leite fluido obtido durante a fabricação de queijo, caseína ou produtos similares, por separação a partir do coágulo após a coagulação do leite e ou produtos obtidos a partir do leite”.

Existem vários tipos de soro. Sua composição depende, principalmente, da sequência do processamento que resulta na remoção de caseína do leite fluido.

O tipo de soro mais frequentemente encontrado é obtido a partir da fabricação de queijo ou de certos produtos industriais de caseína, em que o processamento baseia-se na coagulação da caseína pelas enzimas do coalho ou agentes coagulantes de caseínas. O soro drenado resultante da coagulação de caseína por enzimas do coalho tem o valor do pH de aproximadamente 6,5-6,0 e este tipo de soro é referido como soro doce (JELEN, 2011).

O segundo tipo de soro mais encontrado, o soro ácido, é obtido pela coagulação ácida por meio da fermentação ou por adição de ácidos orgânicos ou minerais para coagular a caseína na fabricação de queijos frescos de coagulação ácida (por exemplo, queijo cottage ou quark) ou, ainda, a caseína ácida industrial (JELEN, 2011). A composição aproximada dos soros doce e ácido é apresentada na Tabela 3.

Tabela 3 Composição típica de soro doce e ácido (g L^{-1} de soro)

Componentes	Soro doce	Soro ácido
Sólidos totais	63,0-70,0	63,0-70,0
Lactose	46,0-52,0	44,0-46,0
Proteína	6,0-10,0	6,0-8,0
Cálcio	0,4-0,6	1,2-1,6
Fosfato	1,0-3,0	2,0-4,5
Lactato	2,0	6,4
Cloreto	1,1	1,1

Fonte: Adaptado de Jelen (2011)

Os principais componentes de soros doce e ácido, depois da água, são a lactose, as proteínas do soro e os minerais. As principais diferenças entre os dois tipos de soro estão no conteúdo mineral, na acidez e na composição da fração proteica do soro. Embora essas diferenças sejam relativamente pequenas como um todo, elas podem ter um efeito profundo sobre as propriedades tecnológicas e nutricionais dos soros e devem ser levadas em consideração em aplicações das várias tecnologias de processamento de soro. A coagulação ácida (utilizando a conversão de parte da lactose no leite para ácido láctico por bactérias de ácido lácticas e/ou adição de acidulantes, tais como glucona- δ -lactona ou vários ácidos tais como sulfúrico, fosfórico, clorídrico, cítrico ou ácido láctico) resulta em acidez substancialmente aumentada (pH final de aproximadamente 4,5) necessária para a precipitação da caseína. Neste pH baixo, o cálcio coloidal contido nas micelas de caseína no leite normal é solubilizado e parcialmente lixiviado para o soro. Por outro lado, a coagulação pelas enzimas do coalho produz um fragmento da molécula κ -caseína, denominado glicomacropéptido (GMP), que é solúvel no soro. Assim, o GMP constitui aproximadamente 20% da fração proteica do soro doce, mas não é encontrado em soro ácido, exceto quando a utilização de coalho é incluída no processo de fabricação de queijo fresco de coagulação ácida (como algumas vezes acontece na fabricação de queijo tipo cottage para aumentar a firmeza) (JELEN, 2011).

2.2.2 Panorama atual da produção

No Brasil, assim como em diversos outros países, a produção de queijo está aumentando gradualmente com o tempo, como se observa nos dados da Tabela 4. Relacionando este fato a questões atuais, como crise financeira mundial (MOLLO, 2011), quando, mesmo em tempos de mercados turbulentos, observa-se o crescimento na produção de queijo, e a situação demográfica

mundial (MONTEIRO, 2010), com a população em crescimento contínuo, pode-se deduzir que a produção de queijo continuará aumentando com o tempo, sendo este um alimento nutricionalmente importante para a população.

Como regra geral, 10 L de leite produzem cerca de 1 kg de queijo e 9 L de soro (JELEN, 2011; ROMÁN et al., 2011). Portanto, como a produção de soro é um processo inerente à produção de queijo, quanto maior a produção de queijo maior será a produção de soro. Em todo o mundo, a produção de soro é estimada em 180×10^6 t/ano (BALDASSO; KANAN; TESSARO, 2011) e, desse montante, apenas metade é processada (BALDASSO; BARROS; TESSARO, 2011).

Tabela 4 Produção de queijo em alguns países (dados em 1.000 toneladas métricas)¹

	2007	2008	2009	2010	2011^{dp}	2012^p
América do Norte						
Canadá	308	285	291	297	305	311
México	184	188	242	264	267	270
Estados Unidos	4435	4496	4570	4734	4800	4925
Subtotal	4927	4969	5103	5295	5372	5506
América do Sul						
Argentina	520	525	530	540	555	575
Brasil	580	607	614	648	675	700
Subtotal	1100	1132	1144	1188	1230	1275
União Europeia - 27	6760	6800	6810	6970	7070	7120
Antiga União Soviética						
Rússia	435	430	400	435	425	420
Ucrânia	244	249	228	212	185	200
Subtotal	679	679	628	647	610	620
Ásia						
Japão	43	47	45	48	48	49
Coreia	24	25	23	27	32	38
Filipinas	2	2	2	2	2	2
Subtotal	69	79	86	82	84	77
Oceania						
Austrália²	360	344	321	319	325	332
Nova Zelândia	331	288	308	268	257	280
Subtotal	691	632	629	587	582	612
Total	14226	14291	14400	14769	14948	15210

^{dp} Dados preliminares; ^p previsão; ¹ excluindo queijo fresco; ² ano terminando em 30 de junho, para o período 2007-2008

Fonte: Adaptado de USDA (2011)

2.2.3 De resíduo a coproduto valioso

O soro foi descoberto cerca de 3.000 anos atrás, quando o estômago de bezerros era utilizado para armazenar e transportar o leite. Por meio da ação da enzima quimosina, de ocorrência natural (coalho), encontrada no estômago dos bezerros, o leite coagulava durante o armazenamento e o transporte, resultando em “coágulo e soro” e, como tal, deu origem ao início da indústria do queijo (e soro) (SMITHERS, 2008).

Além de ser valorizado como um agente medicinal, nos séculos XVII e XVIII, o soro foi essencialmente considerado um resíduo pela indústria de laticínios e por isso foi relegado à sarjeta. No final do século XX, em diversos países, surgiram regulamentos que impediram a eliminação do soro de leite não tratado (JELEN, 2011; ROMÁN et al., 2011). Quando o soro é tratado como resíduo, representa um sério problema ambiental devido à elevada carga orgânica. A demanda química de oxigênio (DQO) pode chegar a 100.000 mg L⁻¹ e a demanda biológica de oxigênio (DBO) pode chegar a 40.000 mg kg⁻¹ ou mais (BALDASSO; BARROS; TESSARO, 2011; JELEN, 2011).

Devido à sua composição e aos transtornos causados pelo soro nas indústrias de laticínios, muitos pesquisadores se interessaram pela sua utilização econômica, como um subproduto da produção de queijo. Diversas pesquisas foram e ainda são desenvolvidas com a finalidade de encontrar opções para uma melhor utilização do soro, reduzindo assim problemas ambientais com descartes. O desenvolvimento de mercados utilizando o soro em pó e frações do soro como ingredientes nos gêneros, tanto alimentícios para consumo humano e animal quanto em indústrias farmacêuticas, transformou o então subproduto em coproduto valioso para a indústria de laticínios. Ingredientes lácteos à base de soro podem substituir, com eficiência e baixo custo, os sólidos do leite e dar origem a fórmulas alternativas para diversos alimentos (BALDASSO;

BARROS; TESSARO, 2011; SMITHERS, 2008; ZAVAREZE; MORAES; SALAS-MELLADO, 2010). No entanto, para algumas indústrias de laticínios, o soro ainda é frequentemente tratado como resíduo.

O soro contém aproximadamente metade dos sólidos totais do leite, incluindo a maior parte da lactose, proteínas do soro de leite (20% da proteína total do leite), minerais, vitaminas solúveis e água (BALDASSO; KANAN; TESSARO, 2011; FOX, 2011; ROMÁN et al., 2011). De acordo com Fox (2011), o soro retém aproximadamente 98% de lactose, 10% da gordura e 25% da proteína do leite.

Os componentes do soro de leite têm grande valor, do ponto de vista da nutrição humana. Eles incluem proteínas globulares, como β -Lg, α -La, albumina de soro bovino (BSA), imunoglobulinas (Ig) e lactoferrina, entre outras. As principais proteínas são β -Lg e α -La que, em conjunto, correspondem a, aproximadamente, 70%-80% da proteína do soro (KAPOOR; METZGER, 2008; SWAISGOOD, 1996). A proteína mais abundante no soro é a β -Lg, a qual representa 10% das proteínas totais do leite e aproximadamente 50% das proteínas do soro. A segunda mais abundante no soro é α -La, que corresponde a aproximadamente 2% das proteínas totais do leite e de 15% a 25% das proteínas do soro (BALDASSO; KANAN; TESSARO, 2011).

As proteínas do soro têm maior valor biológico do que caseínas (ROMÁN et al., 2011); suas proteínas têm teor de aminoácidos essenciais elevado, especialmente sulfurados (BALDASSO; BARROS; TESSARO, 2011), como se observa nos dados da Tabela 5.

Alguns autores têm relatado diversas propriedades fisiológicas das proteínas do soro (MARSHALL, 2004; SGARBIERI, 2004; ZIEGLER et al., 2012). De acordo com Ziegler et al. (2012), essas propriedades podem ser resumidas como: ação antitumoral através GSH (glutationa); estimulação de linfócitos e síntese de imunoglobulina; produção e propagação da radicais livres

antioxigênio; proteção do DNA por meio da neutralização de substâncias tóxicas e pró-carcinógenas; estabilização do DNA pela metilação de sítios do DNA específicos; proteção da mucosa gastrintestinal por estimulação da síntese das prostaglandinas; estimulação e formação de muco e inibição de atividades antibacterianas, antivirais e de gastrina.

Tabela 5 Composição de aminoácidos (g AA/100 g proteína) da proteína total, caseína e proteína do soro do leite bovino

Aminoácido	Proteína total	Caseína	Proteína do soro
Alanina	3,7	3,1	5,5
Arginina	3,6	4,1	3,3
Ácido aspártico	8,2	7,0	11,0
Cistina	0,8	0,3	3,0
Ácido glutâmico	22,8	23,4	15,5
Glicina	2,2	2,1	3,5
Histidina	2,8	3,0	2,4
Isoleucina	6,2	5,7	7,0
Leucina	10,4	10,5	11,8
Lisina	8,3	8,2	9,6
Metionina	2,9	3,0	2,4
Fenilalanina	5,3	5,1	4,2
Prolina	10,2	12,0	4,4
Serina	5,8	5,5	5,5
Treonina	4,8	4,4	8,5
Triptofano	1,5	1,5	2,1
Tirosina	5,4	6,1	4,2
Valina	6,8	7,0	7,5

Fonte: Adaptado de Belitz, Grosch e Schieberle (2009)

Além das propriedades nutricionais, as proteínas do soro têm propriedades funcionais que conferem propriedades físicas benéficas quando utilizadas como ingredientes em alimentos, principalmente devido à sua alta solubilidade, absorção de água, gelatinização e capacidades emulsificantes (BALDASSO; BARROS; TESSARO, 2011; ZAVAREZE; MORAES; SALAS-MELLADO, 2010).

Do ponto de vista tecnológico, uma das características importantes da β -Lg é a presença de um grupo sulfidríla livre "reativo" na sua estrutura primária. As proteínas do soro são termolábeis, sendo desnaturadas entre 60 °C e 70 °C. Esta desnaturação induzida pela temperatura da β -Lg expõe o grupo sulfidríla livre, o qual tem a capacidade de reticulação com outras moléculas de β -Lg e κ -caseína, por meio de ligações dissulfeto (KAPOOR; METZGER, 2008; SAWYER; COULTER; JENNESS, 1963).

O soro de leite *in natura* contém aproximadamente 93,6% de água e 6,4% de sólidos e o soro desidratado contém em torno de 12% de proteínas, 3% de gordura, 10% de minerais e 75% de lactose. Devido ao elevado teor de água e ao reduzido teor de proteína, o emprego de soro *in natura* em produtos alimentícios convencionais tem sido bastante limitado, principalmente pelo custo de secagem (ZAVAREZE; MORAES; SALAS-MELLADO, 2010). Além disso, muitas vezes, o cloreto de sódio presente no soro, devido ao tipo de salga utilizado durante a fabricação de queijos, também pode limitar tanto a utilização do soro *in natura* quanto do soro em pó, em produtos alimentícios. Entre as principais desvantagens da secagem do soro está não só o elevado consumo de energia, mas também a alteração das características dos componentes do soro, principalmente as proteínas, que são termolábeis e podem perder suas propriedades nutricionais e funcionais durante o aquecimento (BALDASSO; BARROS; TESSARO, 2011).

O processo de separação por membranas é um método alternativo muito atraente, uma vez que não utiliza calor e, como consequência, não envolve uma mudança de fase, o que torna o processo de concentração mais econômico. Além disso, alguns tipos de membranas podem auxiliar na redução da concentração de sódio presente no soro.

2.3 Processos de separação por membranas (PSM)

2.3.1 Aspectos gerais

A filtração por membrana foi primeiro aplicada a alimentos em 1965 e ao soro em 1971, permitindo, assim, a separação e o fracionamento de proteínas do soro, mantendo a sua solubilidade (TUNICK, 2009). O processamento por membrana comercial se desenvolveu ao longo dos últimos quarenta anos e está se tornando cada vez mais importante na indústria de alimentos, nas operações de concentração e fracionamento (GOULAS; GRANDISON, 2008). A filtração por membrana é amplamente utilizada com sucesso na tecnologia de laticínios para o fracionamento dos componentes do leite (BRANS et al., 2004; ROMÁN et al., 2011).

Os PSM são operações que utilizam membranas no fracionamento de misturas, soluções e suspensões, baseadas, principalmente, em diferenças de tamanho e natureza química, entre dois ou mais componentes na fase líquida. Seu espectro varia de milímetros (para filtros grosseiros) à escala Angstrom (Å) (para osmose inversa e membranas de separação de gás) (BALDASSO, 2008; GOULAS; GRANDISON, 2008).

Uma membrana é definida como uma estrutura com dimensões laterais muito maiores do que a sua espessura, por meio da qual a transferência de massa pode ocorrer sob uma variedade de forças motrizes. A membrana, neste caso,

atua como uma barreira seletiva (uma interface) que permite a passagem de certos componentes e retém os outros. Normalmente, o critério principal para a separação é o tamanho, embora outros fatores, tais como carga de superfície ou forma da molécula ou partícula pode ter efeito (GOULAS; GRANDISON, 2008). O líquido que passa através da membrana é chamado de permeado e o líquido retido é o retentado ou concentrado, o qual é enriquecido em um ou mais componentes não permeáveis (GOULAS; GRANDISON, 2008; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

A separação dos componentes depende, principalmente, da estrutura e da composição da membrana (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006). Os objetivos principais de qualquer PSM são a separação, a concentração e/ou a purificação de componentes presentes em solução e podem ser alcançados devido à capacidade da membrana de transportar um determinado componente da fase de alimentação mais prontamente que outro componente presente. Isso ocorre devido às diferenças existentes entre as propriedades físicas e/ou químicas da membrana e dos componentes que permeiam (BALDASSO, 2011).

Existem dois tipos de filtração nos PSM, a convencional e a tangencial. Na filtração convencional, o fluido escoava perpendicularmente através da membrana e, na tangencial, o escoamento é paralelo à área da membrana. Este último tipo de sistema de filtração, largamente utilizado em processamento do leite e soro de queijo, é mais eficiente, pois facilita o arraste dos solutos, evitando que estes se acumulem sobre a superfície da membrana (BOSCHI, 2006).

Na Figura 3 observa-se o mecanismo de transporte na filtração convencional e tangencial através de uma membrana semipermeável, em que a pressão hidrostática no lado do retentado é maior que do lado do permeado na membrana.

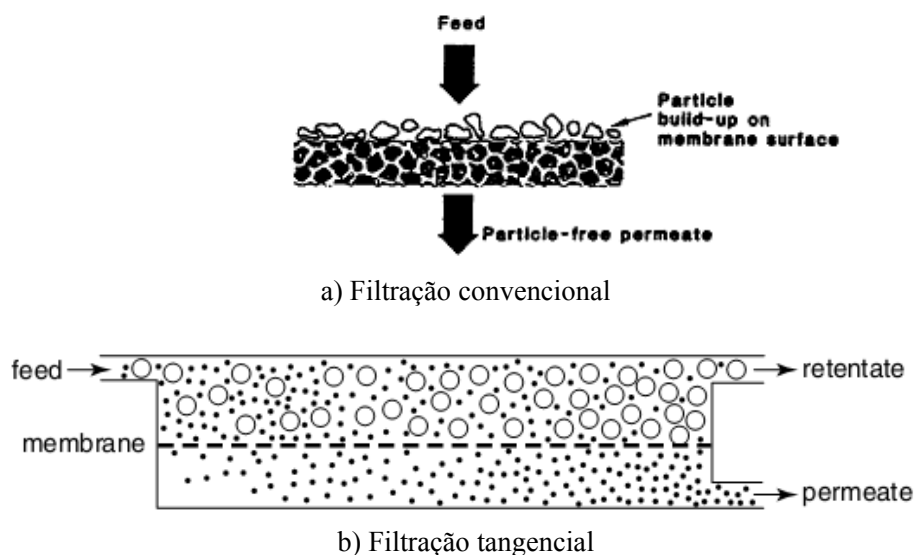


Figura 3 Esquema simplificado de filtração (a) convencional e (b) tangencial por membrana

Fonte: Adaptado de (a) Eykamp (1995) e (b) Walstra, Wouters e Geurts (2006)

2.3.2 Classificação dos PSM

Segundo Baldasso (2011), os PSM podem ser divididos em dois tipos: aqueles que envolvem a difusão do solvente (água) e os que envolvem a difusão do soluto. Os primeiros, mais comumente utilizados industrialmente, são denominados de processos de osmose e envolvem a microfiltração (MF), a ultrafiltração (UF), a nanofiltração (NF) e a osmose inversa (OI); os demais se denominam processos de diálise (D) e envolvem a eletrodialise (ED), a pervaporação (PV) e a permeação gasosa (PG).

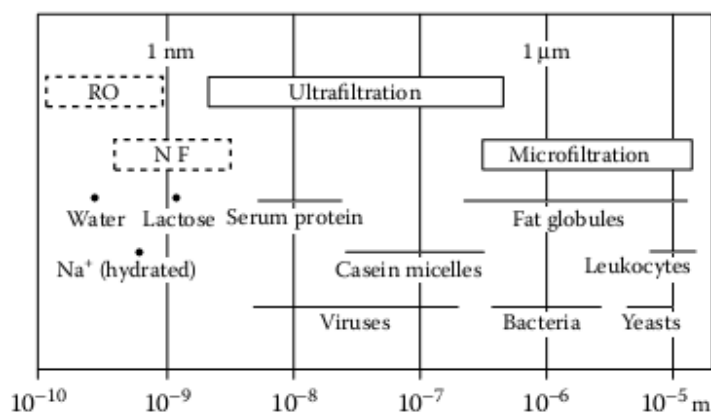


Figura 4 Tamanhos de partículas aproximados para os quais os PSM que envolvem a difusão do solvente podem ser aplicados, em que RO é igual a OI
 Fonte: Walstra, Wouters e Geurts (2006, p. 342)

Na Figura 4 são apresentados os tamanhos de partículas ou moléculas separadas nos PSM que envolvem a difusão do solvente. Nos PSM, a força motriz é uma diferença de pressão hidrostática sobre a membrana. Esta é chamada de pressão transmembrana, geralmente realizada por uma bomba de pressão na linha de alimentação e uma válvula borboleta na linha do retentado. Na D, a força motriz é uma diferença de concentração e, na ED, é uma diferença de potencial elétrico (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006). Fundamentalmente, a OI e a NF não se separam em uma base de tamanho de partícula. Esta revisão bibliográfica será direcionada aos PSM, que envolvem a difusão do solvente, em especial a NF.

Na Tabela 6 apresenta-se a faixa de tamanhos de poros das membranas para os PSM que envolvem a difusão do solvente e as faixas aproximadas de pressão aplicáveis em cada processo. A MF e a UF operam em pressões relativamente baixas, uma vez que a pressão osmótica gerada pelas partículas suspensas e macromoléculas é baixa. Em contraste, as pressões envolvidas a OI e NF são relativamente elevadas, devido à alta pressão osmótica gerada pelos

pequenos solutos e, portanto, altas diferenças de pressão osmótica entre retentados e permeados (GOULAS; GRANDISON, 2008).

Tabela 6 PSM que envolvem a difusão do solvente, relacionados ao tamanho dos poros das membranas e aos limites de pressão aplicáveis

PSM	Tamanho dos poros (nm)	Limites de pressão (Pa)
MF	50-10000	$(0,1-3,5) \times 10^5$
UF	1-100	$(1,0-5,0) \times 10^5$
NF	1-10	$(5,0-20) \times 10^5$
OI	< 2	$(10-100) \times 10^5$

Fonte: Adaptado de Baldasso (2011)

2.3.3 Aplicações dos PSM na indústria de laticínios

2.3.3.1 Microfiltração (MF)

A MF é intermediária entre a filtração regular e UF. A membrana tem poros bastante amplos e a diferença de pressão a ser aplicada é pequena entre a MF e a UF. Em indústrias de laticínios, a MF é utilizada para separar os sólidos dissolvidos no soro dos sólidos coloidais (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

O método pode ser aplicado para remover pequenas partículas e microrganismos da salmoura do queijo ou de águas residuais, remover bactérias do leite desnatado e padronizar o teor de gordura do leite. A quantidade de retentado final tende a ser muito pequena (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006). Além disso, também pode ser aplicado para separar sólidos séricos dissolvidos de sólidos coloidais, sendo utilizado, principalmente, para remover parte das proteínas séricas grandes e caseínas dissolvidas (principalmente β -caseína) do leite (JOHNSON, 2011).

2.3.3.2 Ultrafiltração (UF)

A UF separa eficientemente macromoléculas (como proteínas dissolvidas) a partir da solução e, além disso, quaisquer partículas presentes, tais como micelas de caseína, glóbulos de gordura, células somáticas ou bactérias, também são retidas. Partículas ou moléculas de baixo peso molecular, como água, lactose, minerais solúveis e vitaminas, passam através da membrana, formando o permeado (MISTRY, 2011; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

Uma aplicação comum é a concentração de proteína. O processo é frequentemente aplicado ao soro e ao leite e ele pode causar alterações interessantes na composição de produtos lácteos. O retentado é utilizado na fabricação de queijo. A concentração do retentado é variada pela reciclagem contínua da alimentação através da membrana. Isso ocorre até que a concentração desejada de proteínas do leite seja alcançada. Existem três métodos principais para a utilização de UF na fabricação de queijos que são: baixa concentração (também conhecida como padronização de proteínas), média concentração e alta concentração (conceito pré-queijo). À baixa concentração, o leite pode ser padronizado quanto ao teor de proteína, por adicionar o permeado ou retentado do leite desnatado. À alta concentração (conceito pré-queijo), o leite pode ser concentrado até um ponto tal que a composição se aproxima à do coágulo. O retentado pode, então, ser coagulado para se obter diretamente o coágulo. A UF é um processo quase único; a filtração em gel pode proporcionar resultados comparáveis, mas dificilmente é aplicada em escala industrial e a diálise é tipicamente um método de laboratório (MISTRY, 2011; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

2.3.3.3 Osmose inversa (OI)

A osmose inversa (OI) é aplicada para remover a água. O princípio de separação é baseado na solubilidade da água e a solubilidade pobre da maioria dos outros componentes na membrana. O processo provoca uma grande diferença na pressão osmótica entre retentado e permeado; portanto, pressões transmembranas elevadas são necessárias (WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

A OI pode ser uma alternativa atraente para a evaporação devido ao menor consumo de energia, uma vez que o processo removerá apenas água, tanto se aplicado em leite quanto em soro. O leite concentrado por OI é uma alternativa não térmica para leites condensados utilizando calor e, além disso, o uso de leite concentrado por OI também é uma prática geralmente aceita para padronizar o leite para a fabricação de queijos, embora não tão popular como outras formas de adição de caseína, devido à introdução de lactose extra ao leite padronizado. Ainda que a OI seja considerada uma alternativa à concentração térmica, geralmente, este método não é utilizado para tais aplicações, pois os atuais evaporadores de múltiplos efeitos equipados com sistemas de recompressão do vapor oferecem maior eficiência de operação, embora combinações de evaporação térmica e de OI tenham sido sugeridas para a otimização do processo. O processo é principalmente aplicado ao soro. As desvantagens podem ser que o líquido não seja tão altamente concentrado como por evaporação e que o permeado não é, de nenhuma maneira, água pura (JOHNSON, 2011; MISTRY, 2011; WALSTRA; WOUTERS; GEURTS, 2006).

2.3.3.4 Nanofiltração (NF)

A nanofiltração (NF) é a nomenclatura adotada, como a separação de solutos ocorre na faixa de nanômetros (10^{-9} m). Esta é a mais recente nos PSM e se encontra sobre os limites entre OI e UF, porém, permite a permeação de alguns eletrólitos monovalentes e moléculas nitrogenadas e orgânicas de baixo peso molecular (ao contrário da OI), retendo todas as outras moléculas de soluto que a membrana de UF geralmente permitiria no permeado (GOULAS; GRANDISON, 2008; KELLY, 2011).

A perda de nitrogênio e lactose no permeado pode ser influenciada tanto pelas características da membrana quanto pelo pré-tratamento na alimentação e nas condições do processo. Com relação às características da membrana, alguns parâmetros, como diâmetro e tamanho dos poros e composição e carga da membrana, são importantes. As características da membrana são difíceis de estabelecer ou alterar, porém, as características de alimentação e as condições do processo são mais fáceis de controlar, como, por exemplo, força iônica, valência de íons, composição de sais, viscosidade e pH (HORST et al., 1995). As perdas de lactose (1%-2%) no permeado demandam o tratamento biológico antes do descarte como resíduo. Porém, esforços contínuos para melhorar o desempenho das membranas NF sugerem que as tentativas de reduzir as perdas de lactose seriam, provavelmente, à custa da permeabilidade mineral (KELLY, 2011).

As membranas de NF são carregadas negativamente e são altamente seletivas para a permeação de íons monovalentes (~55%), como Na^+ e K^+ , e, por outro lado, têm elevada rejeição a cátions (~90%), tais como Ca^{2+} e Mg^{2+} . Embora os mecanismos de separação ainda não sejam totalmente claros, de forma geral, são determinados por complexos efeitos estéricos e elétricos ou princípio de eletroneutralidade (efeito de Donnan) (CUARTAS-URIBE et al., 2009; LEVENSTEIN; HASSON; SEMIAT, 1996). Este efeito tem sido

demonstrado por meio da adição de citrato para aumentar a permeação de cloreto, no caso do soro ácido de caseína.

As principais aplicações da NF na indústria de laticínios são tratamento de águas residuais (BALANNEC et al., 2005; LÁSZLÓA et al., 2007; TURAN, 2004) e concentração/dessalinização do soro (DEC; CHOJNOWSKI, 2007). Além disso, também pode ser aplicada ao permeado de UF (ATRA et al., 2005; RICE et al., 2006, 2009, 2011) e ao leite, no intuito de reduzir seus sais (GOULAS; GRANDISON, 2008).

Para a desmineralização do soro antes dos processos de NF, nos processos industriais, o soro era concentrado por evaporação (EV), seguido pela desmineralização utilizando ED (EV + ED) e ou colunas de troca iônica (TI) (HORST et al., 1995). Portanto, a NF surge como uma alternativa para ED. Pan et al. (2011) também sugerem que a NF é uma boa alternativa ao processo combinado de EV e ED. De acordo com Horst (1995), a redução mineral com relação aos íons monovalentes durante a NF de soro doce de queijo gouda é comparável à obtida quando o soro é desmineralizado por ED (60%). As membranas da NF têm sido amplamente utilizadas para a desmineralização de soro ácido (BARRANTES; MORR, 1997; DEC; CHOJNOWSKI, 2007; NGUYEN; REYNOLDS; VIGNESWARAN, 2003) e doce (CUARTAS-URIBE et al., 2007; HORST et al., 1995; PAN et al., 2011; RÄSÄNEN et al., 2002; ROMÁN et al., 2011).

O soro destinado ao consumo humano ou animal aumenta seu valor agregado quando ele é desmineralizado. A NF aplicada ao soro doce, além de desalinizar parcialmente, também permite que ocorra a concentração deste. Esse processo aumenta o valor agregado dos produtos derivados do soro doce e ainda reduz os custos da EV e de sua utilização (DEC; CHOJNOWSKI, 2007).

Na indústria de processamento de soro, tanto NF quanto MF, UF e OI são utilizados em combinação, seguidos, principalmente, pela EV para obter os

produtos desejados, geralmente em pó. Estes produtos têm valor agregado elevado, como, por exemplo, concentrado proteico de soro (20%-89% de proteína) e isolado proteico de soro (pelo menos 90% de proteína) e são utilizados em diversos produtos alimentícios, devido à sua funcionalidade e ao seu valor nutricional.

Concentrados proteicos de soro (WPC), soro em pó e lactose hidrolisada são citados como ingredientes utilizados para a substituição de sólidos lácteos não gordurosos (SLNG) em sorvetes e outros produtos lácteos. De acordo com Nguyen et al. (1997), a proporção de WPC ou soro em pó utilizados em sorvetes foi, contudo, limitada, devido às suas características de sabor salgado e outras características de sabor, além de alguns defeitos estruturais, tais como arenosidade e frieza, causados pela cristalização da lactose. Adesso e Kleyn (1986 citados por NGUYEN et al., 1997) investigaram o efeito da substituição de 15% a 100% de soro em pó desmineralizado e WPC de leite em pó desnatado em sorvetes e concluíram que os níveis de substituição acima de 50% necessitaram da adição de β -galactosidase (lactase) para evitar a cristalização da lactose.

Nguyen et al. (1997) avaliaram o efeito da utilização do soro de queijo cottage concentrado por NF como um substituto para o leite desnatado em pó e o efeito da adição de lactase na elaboração de sorvetes. Estes autores comprovaram que o soro concentrado por NF de queijo cottage foi utilizado nas formulações de sorvetes em até 50% de substituição do SLNG, sem qualquer efeito significativo sobre as características sensoriais do produto. Além disso, a hidrólise de lactose nas formulações, pela adição de lactase, não resultou em qualquer melhoria significativa nos sorvetes contendo concentrado de soro de queijo cottage.

De acordo com Nguyen, Reynolds e Vigneswaran (2003), o concentrado final da NF contém quantidades significativas de proteína, gordura e lactose.

Além disso, ele é considerado adequado para a utilização em produtos lácteos, tais como sorvetes e iogurtes.

O retentado de soro doce da NF, por si só, o qual é parcialmente dessalinizado, tem grande potencial para aplicação direta em diversos produtos alimentícios, principalmente sorvetes. Porém, raros são os trabalhos publicados sobre a aplicação do retentado de soro da NF em produtos alimentícios, principalmente de soro doce.

REFERÊNCIAS

- ADAPA, S. et al. Mechanisms of ice crystallization and recrystallization in ice cream: a review. **Food Reviews International**, New York, v. 16, n. 3, p. 259-271, June 2000.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE SORVETE. **Produção e consumo de sorvetes no Brasil**. São Paulo, 2012. Disponível em: <http://www.abis.com.br/estatistica_producaoconsumodesorvetesnobrasil.html>. Acesso em: 1 mar. 2012.
- ATRA, R. et al. Investigation of ultra- and nanofiltration for utilization of whey protein and lactose. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 67, n. 3, p. 325-332, Apr. 2005.
- BALANNEC, B. et al. Comparative study of different nanofiltration and reverse osmosis membranes for dairy effluent treatment by dead-end filtration. **Separation and Purification Technology**, London, v. 42, n. 2, p. 195-200, Mar. 2005.
- BALDASSO, C. **Concentração, purificação e fracionamento das proteínas do soro lácteo através da tecnologia de separação por membranas**. 2008. 163 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.
- _____. **Fracionamento dos componentes do soro de leite através da tecnologia de separação por membranas**. 2011. 282 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.
- BALDASSO, C.; BARROS, T. C.; TESSARO, I. C. Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration. **Desalination**, Amsterdam, v. 278, n. 1/3, p. 381-386, 2011.
- BALDASSO, C.; KANAN, J. H. C.; TESSARO, I. C. An investigation of the fractionation of whey proteins by two microfiltration membranes with nominal pore size of 0.1 µm. **International Journal of Dairy Technology**, Huntingdon, v. 64, n. 3, p. 343-349, June 2011.
- BARRANTES, L. D.; MORR, C. V. Partial deacidification and demineralization of cottage cheese whey by nanofiltration. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 62, n. 2, p. 338-341, Apr. 1997.

BELITZ, H. D.; GROSCH, W.; SCHIEBERLE, P. **Food chemistry**. 4th ed. Berlin: Springer, 2009. 1113 p.

BEMILLER, J. N.; WHISTLER, R. L. Carbohydrates. In: FENNEMA, O. R. (Ed.). **Food chemistry**. 3rd ed. New York: M. Dekker, 1996. p. 157-224.

BOSCHI, J. R. **Concentração e purificação das proteínas do soro de queijo por ultrafiltração**. 2006. 105 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

BRANS, G. et al. Membrane fractionation of milk: state of the art and challenges. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v. 243, n. 1/2, p. 263-272, Nov. 2004.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução nº 266**, de 22 de setembro de 2005. Aprova o regulamento técnico para gelados comestíveis e preparados para gelados comestíveis. Brasília, 2005. Disponível em:
<<http://www.cabreuva.sp.gov.br/pdf/VISA/Alimentos/RDC%20266%20-%20Produtos%20Gelados.pdf>>. Acesso em: 12 jun. 2012.

_____. **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. Brasília, 1999. Disponível em:
<http://www.anvisa.gov.br/legis/portarias/379_99.htm>. Acesso em: 12 jun. 2012.

_____. **Resolução RDC nº 3**, de 15 de janeiro de 2007. Aprova o regulamento técnico sobre “atribuição de aditivos e seus limites máximos para a categoria de alimentos 3: gelados comestíveis”. Brasília, 2007. Disponível em:
<http://www.anvisa.gov.br/legis/resol/2007/rdc/03_170107rdc.htm>. Acesso em: 12 jun. 2012.

BRYANT, C. M.; MCCLEMENTS, D. J. Influence of xanthan gum on physical characteristics of heat-denatured whey protein solutions and gels. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 14, n. 4, p. 383-390, July 2000.

CLARKE, C. **The science of ice cream**. Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 2004. 187 p.

CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION. **Milk and milk products**. Rome: FAO-WHO, 2007. 242 p.

COOK, K. L. K.; HARTEL, R. W. Effect of freezing temperature and warming rate on dendrite break-up when freezing ice cream mix. **International Dairy Journal**, Barking, v. 21, n. 6, p. 447-453, June 2011.

_____. Mechanisms of ice crystallization in ice cream production. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, Chicago, v. 9, n. 2, p. 213-222, Mar. 2010.

CUARTAS-URIBE, B. et al. Comparison of the behavior of two nanofiltration membranes for sweet whey demineralization. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 90, n. 3, p. 1094-1101, Mar. 2007.

_____. A study of the separation of lactose from whey ultrafiltration permeate using nanofiltration. **Desalination**, Amsterdam, v. 241, n. 1/3, p. 244-255, May 2009.

DALGLEISH, D. G.; CORREDIG, M. The structure of the casein micelle of milk and its changes during processing. **Annual Review of Food Science and Technology**, Palo Alto, v. 3, p. 449-467, 2012.

DEC, B.; CHOJNOWSKI, W. Application of nanofiltration for demineralization and deacidification of twarog acid whey. **Polish Journal of Natural Sciences**, Olsztyn, v. 22, n. 2, p. 320-332, Feb. 2007.

EYKAMP, W. Microfiltration and ultrafiltration. In: NOBLE, R. D.; STERN, S. A. (Ed.). **Membrane separations technology: principles and applications**. Amsterdam: Elsevier, 1995. p. 1-44.

FITZSIMONS, S. M.; MULVIHILL, D. M.; MORRIS, E. R. Large enhancements in thermogelation of whey protein isolate by incorporation of very low concentrations of guar gum. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 22, n. 4, p. 576-586, June 2008.

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 1999.

FOUCQUIER, J. et al. Toward an integrated modeling of the dairy product transformations, a review of the existing mathematical models. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 27, n. 1, p. 1-13, Jan. 2012.

FOX, P. F. Cheese: overview. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Elsevier, 2011. v. 1, p. 534-543.

GOFF, H. D. 65 years of ice cream science. **International Dairy Journal**, Barking, v. 18, n. 7, p. 754-758, July 2008.

_____. Colloidal aspects of ice cream: a review. **International Dairy Journal**, Barking, v. 7, n. 6/7, p. 363-373, June/July 1997.

_____. Ice cream. In: FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Advanced dairy chemistry**. 3rd ed. New York: Springer, 2006a. v. 2, p. 441-450.

_____. Ice cream and desserts: ice cream and frozen desserts: manufacture. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Academic, 2011a. v. 2, p. 899-904.

_____. Ice cream and desserts: ice cream and frozen desserts: product types. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Academic, 2011b. v. 2, p. 893-898.

_____. Quality and safety of frozen dairy products. In: SUN, D. W. (Ed.). **Handbook of frozen food processing and packaging**. Boca Raton: CRC, 2006b. p. 441-458.

GOFF, H. D.; HARTEL, R. W. Ice cream and frozen desserts. In: HUI, Y. H. (Ed.). **Handbook of food science, technology and engineering**. Boca Raton: CRC, 2006. p. 1-48.

_____. _____. In: HUI, Y. H. et al. (Ed.). **Handbook of frozen foods**. New York: M. Dekker, 2004. p. 495-566.

GOFF, H. D.; JORDAN, W. K. Action of emulsifiers in promoting fat destabilization during the manufacture of ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 72, n. 1, p. 18-29, Jan. 1989.

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.

GOULAS, A.; GRANDISON, A. S. Applications of membrane separation. In: BRITZ, T. J.; ROBINSON, R. K. (Ed.). **Advanced dairy science and technology**. Oxford: Blackwell, 2008. p. 35-74.

HARTEL, R. W. Ice crystallization during the manufacture of ice cream. **Trends in Food Science and Technology**, Cambridge, v. 7, p. 315-321, Oct. 1996.

HORST, H. C. van der et al. Use of nanofiltration for concentration and demineralization in the dairy industry: model for mass transport. **Journal of Membrane Science**, Amsterdam, v. 104, n. 3, p. 205-218, Aug. 1995.

JELLEN, P. Whey processing: utilization and products. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Elsevier, 2011. v. 4, p. 731-737.

JOHNSON, M. E. Cheese: preparation of cheese milk. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Elsevier, 2011. v. 2, p. 544-551.

KAPOOR, R.; METZGER, L. E. Process cheese: scientific and technological aspects: a review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, Chicago, v. 7, n. 2, p. 194-214, Mar. 2008.

KELLY, P. M. Milk protein products: membrane-based fractionation. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Elsevier, 2011. v. 3, p. 864-872.

LÁSZLÓA, Z. et al. Dairy waste water treatment by combining ozonation and nanofiltration. **Separation Science and Technology**, New York, v. 42, n. 7, p. 1627-1637, June 2007.

LEVENSTEIN, R.; HASSON, D.; SEMIAT, R. Utilization of the Donnan effect for improving electrolyte separation with nanofiltration membranes. **Journal of Membrane Science**, New York, v. 116, n. 1, p. 77-92, July 1996.

LUCAS, T. et al. NMR assessment of ice cream: effect of formulation on liquid and solid fat. **International Dairy Journal**, Barking, v. 15, n. 12, p. 1225-1233, Dec. 2005.

MARSHALL, K. Therapeutic applications of whey protein. **Alternative Medicine Review**, Napa, v. 9, n. 2, p. 136-155, June 2004.

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

MENDEZ-VELASCO, C. **Characterization of fat structures in ice cream and enhancement of their colloidal interactions in ice creams high in unsaturated fat**. 2010. 125 p. Dissertation (Master in Science) - The University of Guelph, Guelph, 2010.

MENDEZ-VELASCO, C.; GOFF, H. D. Fat structure in ice cream: a study on the types of fat interactions. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 29, n. 1, p. 152-159, Jan. 2012.

MISTRY, V. V. Cheese: membrane processing in cheese manufacture. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Elsevier, 2011. v. 1, p. 618-624.

MOLLO, M. L. R. Crédito, capital fictício, fragilidade financeira e crises: discussões teóricas, origens e formas de enfrentamento da crise atual. **Economia e Sociedade**, Campinas, v. 20, n. 3, p. 449-474, dez. 2011.

MONTEIRO, A. A cidade: um espaço de (des)encontros entre a evolução do conhecimento e a qualidade de vida dos seres humanos. **Revista Mercator**, Fortaleza, v. 9, n. 1, p. 7-23, dez. 2010.

NGUYEN, M. H. et al. Use of membrane concentrated cottage cheese whey in ice-creams. **Australian Journal of Dairy Technology**, Werribee, v. 52, n. 2, p. 75-78, Oct. 1997.

NGUYEN, M. H.; REYNOLDS, N.; VIGNESWARAN, S. By-product recovery from cottage cheese production by nanofiltration. **Journal of Cleaner Production**, Amsterdam, v. 11, n. 7, p. 803-807, Nov. 2003.

PAN, K. et al. A study of demineralization of whey by nanofiltration membrane. **Desalination**, Amsterdam, v. 267, n. 2/3, p. 217-221, Feb. 2011.

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 and Technology**, Berlin, v. 232, n. 6, p. 1093-1102, May 2011.

PINZER, B. R. et al. 3D-characterization of three-phase systems using X-ray tomography: tracking the microstructural evolution in ice cream. **Soft Matter**, Cambridge, v. 8, n. 17, p. 4584-4594, Mar. 2012.

RAIKOS, V. Effect of heat treatment on milk protein functionality at emulsion interfaces: a review. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 24, n. 4, p. 259-265, Apr. 2010.

RÄSÄNEN, E. et al. Comparison of commercial membranes in nanofiltration of sweet whey. **Lait**, Les Ulis, v. 82, n. 3, p. 343-356, May/June 2002.

RICE, G. S. et al. Analysis of separation and fouling behaviour during nanofiltration of dairy ultrafiltration permeates. **Desalination**, Amsterdam, v. 236, n. 1/3, p. 23-29, Jan. 2009.

_____. Fouling behaviour during the nanofiltration of dairy ultrafiltration permeate. **Desalination**, Amsterdam, v. 199, n. 1/3, p. 239-241, Nov. 2006.

_____. Rejection of dairy salts by a nanofiltration membrane. **Separation and Purification Technology**, London, v. 79, n. 1, p. 92-102, May 2011.

ROMÁN, A. et al. Experimental investigation of the sweet whey concentration by nanofiltration. **Food and Bioprocess Technology**, Chicago, v. 4, n. 5, p. 702-709, July 2011.

SAWYER, W. H.; COULTER, S. T.; JENNESS, R. Role of sulfhydryl groups in the interaction of κ -casein and β -lactoglobulin. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 46, n. 6, p. 564-565, June 1963.

SEGALL, K. I.; GOFF, H. D. A modified ice cream processing routine that promotes fat destabilization in the absence of added emulsifier. **International Dairy Journal**, Barking, v. 12, n. 12, p. 1013-1018, Dec. 2002.

SGARBIERI, V. C. Propriedades fisiológicas-funcionais das proteínas do soro de leite. **Revista de Nutrição**, Campinas, v. 17, n. 4, p. 397-409, out./dez. 2004.

SMET, K. et al. Influence of milk fatty acid composition and process parameters on the quality of ice cream. **Dairy Science and Technology**, Les Ulis, v. 90, n. 4, p. 431-447, July/Aug. 2010.

SMITHERS, G. W. Whey and whey proteins: from 'gutter-to-gold'. **International Dairy Journal**, Barking, v. 18, n. 7, p. 695-704, July 2008.

SOUZA, J. C. B. et al. Sorvete: composição, processamento e viabilidade da adição de probiótico. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 21, n. 1, p. 155-165, jan./mar. 2010.

SWAISGOOD, H. E. Characteristics of milk. In: FENNEMA, O. R. (Ed.). **Food chemistry**. 3rd ed. New York: M. Dekker, 1996. p. 842-878.

SWORN, G. Xanthan gum. In: PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. (Ed.). **Handbook of hydrocolloids**. 2nd ed. Cambridge: Woodhead, 2009. p. 186-205.

TUNICK, M. H. Dairy Innovations over the past 100 years. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 57, n. 18, p. 8093-8097, Sept. 2009.

TURAN, M. Influence of filtration conditions on the performance of nanofiltration and reverse osmosis membranes in dairy wastewater treatment. **Desalination**, Amsterdam, v. 170, n. 1, p. 83-90, Oct. 2004.

UDABAGE, P. et al. Physical behavior of dairy ingredients during ice cream processing. **Lait**, Les Ulis, v. 85, p. 383-394, July 2005.

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. **Dairy: world markets and trade**. Washington, 2011. 26 p. Disponível em: <<http://www.usda.gov>>. Acesso em: 10 abr. 2012.

WALSTRA, P.; WOUTERS, J. T. M.; GEURTS, T. J. **Dairy science and technology**. 2nd ed. Boca Raton: CRC, 2006. 763 p.

WILBEY, R. A. Homogenization of milk: principles and mechanism of homogenization, effects and assessment of efficiency: valve homogenizers. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Academic, 2011. v. 2, p. 750-754.

ZAVAREZE, E. R.; MORAES, K. S.; SALAS-MELLADO, M. L. M. Qualidade tecnológica e sensorial de bolos elaborados com soro de leite. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 30, n. 1, p. 100-105, jan./mar. 2010.

ZIEGLER, F. L. F. et al. Partial chemical and functional characterization of milk whey products obtained by different processes. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 32, n. 1, p. 56-64, jan. 2012.

CAPÍTULO 2

Sorvete elaborado com retentado de soro de nanofiltração: características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais

RESUMO

O sorvete é a sobremesa mais comum dentre as sobremesas lácteas congeladas, cujo consumo aumenta gradualmente, com o tempo, no país. Diversos estudos são realizados no intuito de elucidar como ingredientes ou seus componentes alteram a microestrutura e as propriedades coloidais em sorvetes. Ingredientes lácteos à base de soro podem substituir, com eficiência e baixo custo, os sólidos do leite e dar origem a fórmulas alternativas para diversos alimentos. Além das propriedades nutricionais, as proteínas do soro têm propriedades funcionais que conferem propriedades físicas benéficas quando utilizadas como ingredientes em alimentos, principalmente devido à sua alta solubilidade, à absorção de água, à gelatinização e às capacidades emulsificantes. Portanto, o retentado de soro doce de nanofiltração, o qual é parcialmente dessalinizado, tem grande potencial para aplicação direta em diversos produtos alimentícios, principalmente sorvetes. Sendo assim, o trabalho foi realizado com o objetivo de avaliar os efeitos da utilização do retentado de soro doce proveniente de nanofiltração como fonte parcial de sólidos lácteos não gordurosos em sorvetes. Foram elaboradas cinco formulações de misturas base de sorvete com diferentes níveis (0%, 20%, 30%, 40% e 50%) de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração (SLNGs-RSDN) nas misturas base de sorvete. A elevação dos SLNGs-RSDN nas misturas base de sorvete resultou na redução dos teores de proteínas lácteas totais e cinzas e elevação dos teores de proteínas solúveis, nitrogênio não proteico e lactose. Com relação às análises reológicas, todas as misturas base apresentaram comportamento pseudoplástico, tendo a elevação dos SLNGs-RSDN resultado na redução do índice de comportamento de fluxo e na elevação do índice de consistência das misturas bases. A resistência ao derretimento e a aceitação sensorial dos consumidores não foram influenciadas quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados nos sorvetes; por outro lado, os valores de *overrun*, temperatura de derretimento e taxa de recristalização dos cristais de gelo foram reduzidos e os valores de firmeza instrumental e tamanho dos cristais de gelo foram elevados. Os sorvetes com níveis superiores de SLNGs-RSDN foram caracterizados por textura firme, aroma de baunilha, aroma de manteiga, cor amarela e sabor residual de manteiga.

Palavras-chave: Sorvete. Retentado de soro doce proveniente de nanofiltração. Composição. Características físicas. Aceitação e caracterização sensorial.

ABSTRACT

Ice cream is the commonest dessert among the frozen dairy desserts and the consumption of which increases gradually over time in Brazil. A number of studies have been conducted in order to elucidate as ingredients or their components modify the microstructure and the colloidal properties in ice creams. Dairy ingredients on the basis of whey can replace the milk solids with both efficiency and low cost and give rise to alternative formulations for several food products. In addition to the nutritional properties, whey proteins have functional properties that confer beneficial physical properties when used as an ingredient in foods, particularly due to their high solubility, absorption of water, gelling and emulsifying capabilities. Therefore, the nanofiltration sweet whey retentate, which is partially desalted, has great potential for the direct application in various food products, especially ice cream. As such, the work was undertaken with the purpose of evaluating the effects of the use of sweet whey retentate coming from nanofiltration as a partial source of non-fat milk solids in ice cream. Five formulations of ice cream mix were prepared with different levels (0, 20, 30, 40 and 50%) of milk solids non-fat coming from nanofiltration sweet whey retentate in the base mixes of ice-cream. The increase of the non-fat milk solids in the base mixes from the nanofiltration sweet whey retentate in the ice cream mix resulted into reduced contents of total milk protein and ash and elevated contents of soluble proteins, non-protein nitrogen and lactose. As regards the rheological analyses, all the base mixes showed pseudoplastic rheological behavior, the rise of the contents of milk nonfat solids from nanofiltration sweet whey retentate having resulted into the reduction of the flow behavior index and increase of the consistency index in the base mixes. The melting resistance and consumer sensory acceptance were not affected when the levels of nonfat milk solids from the nanofiltration sweet whey retentate were elevated in the ice creams, but, on the other hand, the values of overrun, melting temperature and growth rate of ice crystals were reduced and the values of instrumental hardness and size of ice crystals were elevated. The ice creams with higher levels of nonfat milk solids from the nanofiltration sweet whey retentate were characterized by firm texture, aroma of vanilla and butter, yellow color and butter aftertaste.

Keywords: Ice cream. Nanofiltration sweet whey retentate. Composition. Physical characteristics. Acceptance and sensory characterization.

1 INTRODUÇÃO

Dentre as sobremesas congeladas, a mais popular e apreciada em todo mundo é o sorvete. No Brasil, tanto a produção quanto o consumo deste produto vêm aumentando gradualmente, com o tempo.

Estudos têm focado nas contribuições de ingredientes e seus constituintes sobre as propriedades coloidais, durante e após o processo de produção e microestrutura do sorvete (ADAPA et al., 2000; ALVAREZ; WOLTERS; VODOVOTZ, 2005; BAER; WOLKOW; KASPERSON, 1997; DAMODARAN, 2007). Dentre os principais componentes nas formulações de sorvetes estão estabilizantes, emulsificantes, açúcares, gordura e sólidos lácteos não gordurosos. Os ingredientes lácteos e não lácteos para fornecer esses componentes utilizados em formulações são escolhidos de acordo com a disponibilidade, as definições legais, a qualidade e o custo.

O soro foi essencialmente considerado como resíduo, pela indústria de laticínios, por um longo tempo. Devido à sua elevada carga orgânica e aos transtornos causados pelo soro das indústrias de laticínios ao meio ambiente, pesquisadores se interessaram pela utilização econômica do soro como um subproduto da produção de queijo. O desenvolvimento de mercados utilizando o soro em pó e frações do soro como ingredientes, tanto nos gêneros alimentícios para consumo humano e animal quanto em indústrias farmacêuticas, transformou o então subproduto em coproduto valioso para a indústria de laticínios. Ingredientes lácteos à base de soro podem substituir, com eficiência e baixo custo, os sólidos do leite e dar origem a fórmulas alternativas para diversos alimentos. Até recentemente, um dos problemas do soro doce proveniente da fabricação de queijo era o seu elevado teor de sais minerais, especialmente cloreto de sódio, provocando perda de qualidade do soro e limitando suas aplicações em produtos alimentícios (PAN et al., 2011). Porém,

devido às inovações na indústria de laticínios, a nanofiltração, a qual é o mais recente dos processos de separação por membranas aplicada na área de laticínios, surge como uma solução para esse problema.

As membranas de nanofiltração são carregadas negativamente. Elas são altamente seletivas, são permeáveis a íons monovalentes, como Na^+ e também têm elevada rejeição a cátions ($\sim 90\%$), tais como Ca^{2+} (CUARTAS-URIBE et al., 2009; LEVENSTEIN; HASSON; SEMIAT, 1996). Porém, a nanofiltração é utilizada principalmente como uma alternativa para eletrodialise associada à evaporação. O retentado de soro doce de nanofiltração, o qual é parcialmente dessalinizado, tem grande potencial para aplicação direta em diversos produtos alimentícios, principalmente sorvetes. Trabalhos publicados sobre a aplicação do retentado de soro da nanofiltração em produtos alimentícios são raros (NGUYEN et al., 1997); sobre a aplicação do retentado de soro doce de nanofiltração em sorvetes não foi encontrado nenhum.

Sendo assim, este trabalho foi realizado com o objetivo de avaliar os efeitos de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração em diferentes níveis de adição sobre as características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais dos sorvetes.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Ingredientes

Para o preparo das misturas base de sorvete foram utilizados os seguintes ingredientes:

- a) creme de leite (69,67% de gordura, Laticínios Verde Campo, Lavras, Brasil);
- b) leite em pó integral (96,36% de sólidos, Cotochés, Itumbiara, Brasil);
- c) retentado de soro doce de nanofiltração (11,22% de sólidos, Laticínios Verde Campo, Lavras, Brasil) proveniente da fabricação de queijos prato, minas padrão, padrão curado e minas frescal;
- d) sacarose (Usina Caeté, Conceição das Alagoas, Brasil);
- e) xarope de milho (97,57% de sólidos, 38-40 DE, Corn Products International, São Paulo, Brasil);
- f) goma guar (Gemacom Tech, Juiz de Fora, Brasil);
- g) goma xantana (Gemacom Tech, Juiz de Fora, Brasil);
- h) monoacilglicerol (Gemacom Tech, Juiz de Fora, Brasil);
- i) aroma artificial de baunilha (Dr. Oetker, São Paulo, Brasil).

O retentado de soro doce de nanofiltração, ao chegar à Planta Piloto do Laboratório de Laticínios, foi submetido ao processo de termização (63 °C por 15 segundos). Esse processo foi necessário para evitar a acidificação do retentado durante as análises de composição química e física dos ingredientes e os cálculos das formulações.

2.2 Delineamento experimental

Foram elaboradas cinco formulações de misturas base de sorvete. O fator de estudo foram os diferentes níveis (0%, 20%, 30%, 40% e 50%) de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração (SLNGs-RSDN) nas misturas base.

O experimento foi realizado utilizando-se o delineamento inteiramente casualizado (DIC), com três repetições. O efeito dos diferentes níveis de SLNGs-RSDN foi avaliado sobre a composição química e física e a qualidade física e sensorial dos sorvetes.

2.3 Etapas de produção dos sorvetes

Todas as etapas de produção de sorvete foram realizadas na Planta Piloto do Laboratório de Laticínios do Departamento de Ciência dos Alimentos, da Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG.

As misturas bases de sorvete foram padronizadas com 10% de gordura láctea (proveniente do creme de leite, leite em pó integral e retentado de soro doce nanofiltrado, quando presente), 11% de sólidos lácteos não gordurosos (provenientes do leite em pó integral, retentado de soro doce nanofiltrado quando presente e creme de leite), 12% de sacarose, 4% de xarope de milho, 0,15% de estabilizante (gomas guar e xantana 1:1) e 0,075% de emulsificante (monoacilglicerol). Acrescentaram-se 0,2% de aroma artificial de baunilha às diferentes misturas bases do sorvete.

Na Tabela 1 apresenta-se a formulação utilizada para cada nível de SLNGs-RSDN na mistura base de sorvete.

Para o preparo da mistura base, todos os ingredientes foram dispersos em água e, quando presentes na formulação, na água e no retentado de soro doce

de nanofiltração previamente aquecidos a 50 °C, sob agitação de 3.500 rpm, em um agitador industrial (Refrigas, Bauru, Brasil). A sacarose foi anteriormente misturada ao emulsificante e ao estabilizante para facilitar a solubilização. A mistura base foi, então, pasteurizada, a 72 °C/15 minutos e, em seguida, submetida a condições cisalhantes em agitador industrial (Refrigas, Bauru, Brasil), a 3.500 rpm, por 2 minutos. A mistura foi, então, resfriada a 10 °C e maturada fisicamente, a 4 °C, por 24 horas.

Tabela 1 Formulações das misturas base com diferentes níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

Ingredientes (kg)	Níveis de adição ¹				
	0 %	20 %	30 %	40 %	50 %
Sacarose	2,400	2,400	2,400	2,400	2,400
Xarope de milho	0,820	0,820	0,820	0,820	0,820
Monoacilglicerol	0,015	0,015	0,015	0,015	0,015
Goma guar	0,015	0,015	0,015	0,015	0,015
Goma xantana	0,015	0,015	0,015	0,015	0,015
Aroma	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040
Creme de leite	1,701	1,918	2,027	2,136	2,245
Leite em pó integral	3,019	2,365	2,039	1,712	1,385
Retentado de soro	0	4,143	6,215	8,286	10,358
Água	11,975	8,268	6,415	4,561	2,708
Total	20	20	20	20	20

¹ Níveis de adição: 0%, 20%, 30%, 40% e 50% de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

Para a produção do sorvete foi utilizada uma adaptação do método proposto por Clarke (2004) (Figura 1).

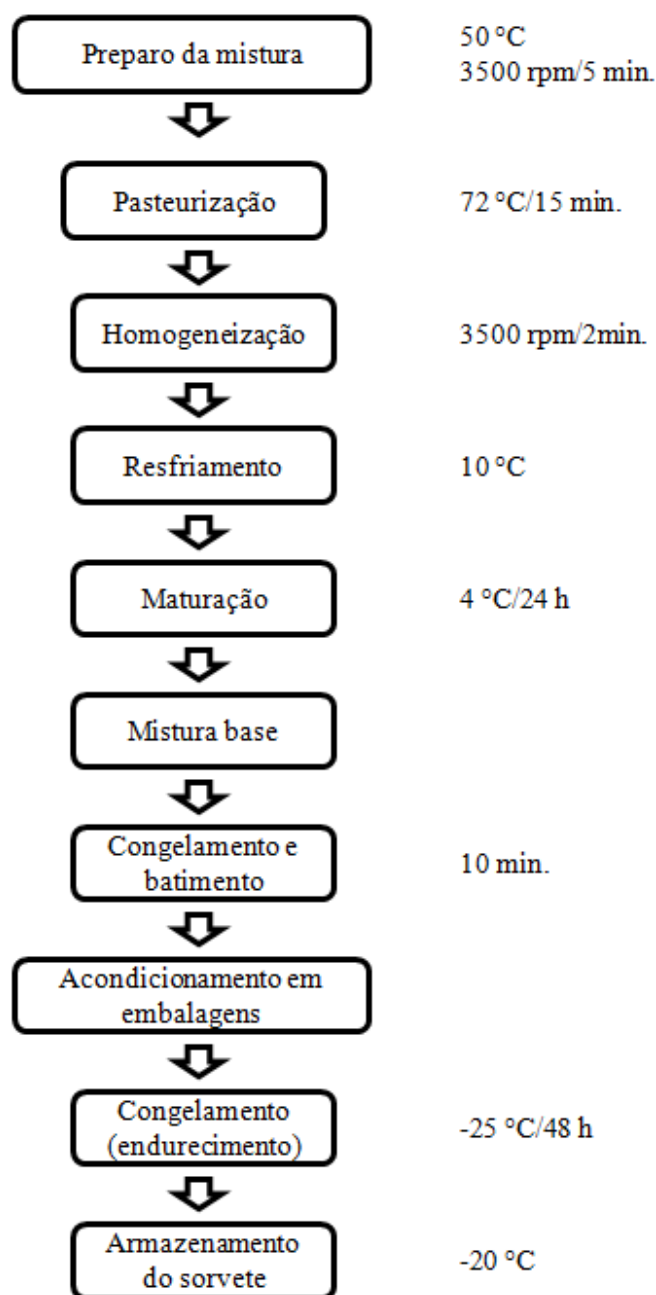


Figura 1 Fluxograma de fabricação de sorvete

Todas as formulações de mistura base de sorvete foram submetidas às mesmas condições de congelamento, que ocorreu em uma produtora descontínua horizontal (Refrigás, Bauru, Brasil), com tempo de batimento total de 10 minutos. Posteriormente, o sorvete foi acondicionado em embalagens adequadas e imediatamente foi submetido ao congelamento com ar forçado, em uma câmara de congelamento, a -25 °C, onde permaneceu por 48 horas para completar a fase de endurecimento. Posteriormente, os sorvetes foram armazenados a -20 °C, para a realização das análises.

2.3 Características físicas e químicas do leite em pó integral e do retentado de soro doce de nanofiltração

2.3.1 pH

O pH foi determinado por meio do método eletrométrico, utilizando-se um pHmetro digital (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

2.3.2 Acidez

A determinação da acidez foi realizada pela titulação do teor de ácido láctico presente na amostra por uma solução alcalina na presença de indicador (BRASIL, 2006).

2.3.3 Sólidos totais

Os sólidos totais foram determinados por meio do método gravimétrico até peso constante, em estufa, a 100 °C (BRASIL, 2006).

2.3.4 Gordura

O teor de gordura foi determinado pelo método butirométrico (BRASIL, 2006).

2.3.5 Compostos nitrogenados

Os compostos nitrogenados das amostras foram digeridos em meio ácido na presença de calor e catalisadores. Em seguida, foram destilados em aparelho MicroKjedahl (ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS - AOAC, 2005) e titulados por solução padrão de ácido clorídrico. Para a determinação de proteínas totais e solúveis, utilizou-se o fator 6,38.

O teor de nitrogênio solúvel foi considerado a fração solúvel em pH 4,6 e o teor de nitrogênio não proteico (NNP) foi considerado a fração solúvel em ácido tricloroacético.

2.3.6 Cinzas

A fração de cinzas ou resíduo mineral fixo foi determinada por meio gravimétrico, a 550 °C, em mufla (AOAC, 2005).

2.3.7 Lactose

O teor de lactose foi determinado por diferença, ou seja, a concentração de sólidos totais foi subtraída do somatório dos teores de gordura, proteína total e cinzas.

2.4 Características físicas e químicas de composição da mistura base

2.4.1 pH

Utilizou-se o método eletrométrico para a determinação do pH com o auxílio de um pHmêtro digital (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

2.4.2 Acidez

A determinação da acidez foi realizada pela titulação do teor de ácido láctico presente na amostra por uma solução alcalina na presença de indicador, com adaptação ao método de leite fluido para o retentado de soro (BRASIL, 2006).

2.4.3 Sólidos totais

Os sólidos totais foram determinados por meio do método gravimétrico. Utilizou-se banho-maria para a perda inicial de umidade e, em seguida, estufa a 100 °C, até peso constante, segundo técnica descrita pela AOAC (2005).

2.4.4 Gordura

A determinação da gordura foi realizada pelo método de extração de Rose-Gottlieb, segundo metodologia da AOAC (2005).

2.4.5 Compostos nitrogenados

Os compostos nitrogenados das amostras foram digeridos em meio ácido na presença de calor e catalisadores. Em seguida, foram destilados em aparelho MicroKjedahl (AOAC, 2005) e titulados por solução padrão de ácido clorídrico. Para a determinação de proteínas totais e solúveis, utilizou-se o fator 6,38.

O teor de nitrogênio solúvel foi considerado a fração solúvel em pH 4,6 e o teor de NNP foi considerado a fração solúvel em ácido tricloroacético.

2.4.6 Cinzas

A fração de cinzas ou resíduo mineral fixo foi determinada por meio gravimétrico, a 550 °C, em mufla (AOAC, 2005).

2.4.7 Lactose

O teor de lactose da mistura foi determinado por diferença, ou seja, a concentração de sólidos totais foi subtraída do somatório dos teores de gordura, proteína total, cinzas e as concentrações de sacarose e xarope de milho utilizadas nas formulações das misturas base, conforme descrito por Patel, Baer e Acharya (2006).

2.5 Características físicas da mistura base e do sorvete

2.5.1 Comportamento reológico

O comportamento reológico foi analisado por meio de um viscosímetro rotacional de cilindros concêntricos Brookfield DVIII Ultra (Brookfield

Engineering Laboratories, Stoughton, USA), com o auxílio de um sensor de cisalhamento coaxial SC4-25 (4,73 mm de diâmetro e 100,41 mm de comprimento; Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA). Um banho ultratermostato (Nova Ética, Vargem Grande Paulista, Brasil) foi acoplado ao viscosímetro, para controlar a temperatura das amostras (5 °C), as quais foram analisadas após o período de maturação. As amostras foram submetidas a uma rampa crescente de taxa de deformação que variou linearmente de 2,2 a 50,6 s⁻¹, durante 6 minutos de ensaio, sendo tomados 12 pontos.

Com os valores da tensão de cisalhamento (τ) e taxa de deformação ($\dot{\gamma}$), foram calculados os parâmetros reológicos pelo modelo da Lei da Potência (Equação 1), utilizando-se o software Reocalc (versão V.3.1, Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA) para a captura dos dados.

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (1)$$

em que

τ = tensão de cisalhamento (Pa)

k = índice de consistência (Pa s)

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

n = índice de fluxo

2.5.2 Overrun

O *overrun* foi calculado conforme o método descrito por Whelan et al. (2008). Os volumes iguais (50 mL) da mistura base e do sorvete foram pesados e o *overrun* foi determinado de acordo com a Equação 2:

$$\text{Overrun (\%)} = \frac{\text{peso da mistura base} - \text{peso do sorvete}}{\text{peso do sorvete}} \times 100 \quad (2)$$

2.5.3 Textura

Para a análise de textura, utilizou-se, como parâmetro, a firmeza, a qual foi mensurada em um texturômetro (TA-XT2i, Texture Tech. Corp., Scarsdale, USA), utilizando-se como acessório *Knife Edge* (HDP/BS0). 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 -18 °C, por 24 horas. Adotaram-se as seguintes condições de análise: distância de penetração de 60 mm; velocidade da probe durante a penetração de 2 mm s⁻¹; velocidade da probe antes da penetração de 2 mm s⁻¹ e velocidade da probe após a penetração de 10 mm s⁻¹. Todos os dados obtidos foram analisados com o auxílio do software Exponent Lite Express (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).

2.5.4 Temperatura de derretimento

Utilizou-se, para a determinação da temperatura de derretimento, 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±6 °C e ΔH= -30,25 J/g) e zinco (T = 28,5±1,5 °C e ΔH = 104,71 J/g). Foram transferidos aproximadamente 3 mg de amostra para um cadinho de alumínio, o

qual foi hermeticamente fechado. O seguinte protocolo de temperatura foi utilizado: as amostras foram equilibradas a $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ e aquecidas, de $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, à taxa de $3\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$.

2.5.5 Comportamento de derretimento

Antes da realização dos testes, as amostras foram transferidas para um congelador, a $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 12 horas. As amostras de sorvete (51 g) foram removidas de seus respectivos potes e colocadas em uma peneira de aço (abertura de $0,3\text{ cm} \times 0,3\text{ cm}$) no topo de um funil, o qual foi anexado a uma proveta. Os testes foram realizados em uma sala com temperatura controlada ($20 \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$). O peso do material que passou por meio da peneira foi anotado, a cada 5 minutos, durante um intervalo de 60 minutos. Além disso, também foi observado o tempo da primeira gota de sorvete derretido. Posteriormente, por meio da adaptação ao método utilizado por Alvarez, Wolters e Vodovotz (2005), Garcia, Marshall e Heymann (1995), Muse e Hartel (2004) e Puangmanee et al. (2008), obteve-se a taxa de derretimento. O peso do material (g) derretido foi plotado graficamente em função do tempo (min), apresentando comportamento sigmoidal, tendo a inclinação linear do evento de derretimento principal (região com taxa de derretimento máxima) sido obtida como a taxa de derretimento.

2.6 Características microestruturais do sorvete

2.6.1 Tamanho dos cristais de gelo

Para mensurar o tamanho médio dos cristais de gelo, amostras de sorvete, a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, foram transferidas para outro congelador, a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Então, cubos com aproximadamente 1 cm^3 foram obtidos do núcleo do sorvete, com o

auxílio de uma faca afiada. Uma fatia fina deste cubo (~1 mm) foi retirada com uma lâmina fina de aço inoxidável afiada e colocada sobre uma gota de álcool isoamílico em uma lâmina de vidro para microscopia. As lâminas foram cobertas com lamínulas, introduzidas em um recipiente contendo nitrogênio líquido e, em seguida, foram imediatamente encaminhadas ao *cold stage* (Physitemp TS-4 controller, Physitemp Instruments Inc., Clifton, USA), a -17 °C (COSTA et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; REGAND; GOFF, 2006). Todos os utensílios e reagentes utilizados na preparação da amostra foram pré-resfriados, a -20 °C. As imagens dos cristais de gelo foram capturadas utilizando-se 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). Diferentes campos em cada lâmina foram fotomicrografados para a obtenção de 300 cristais de gelo por repetição, com um total de 900 cristais por amostra. Os tamanhos dos cristais de gelo foram analisados por meio do software de análise de imagens Sigma Scan Pró 5.0 (Systat Software Inc., San Jose, USA). Os diâmetros dos cristais de gelo foram distribuídos em uma curva de frequência para obter a mediana (X_{50}), conforme modelo apresentado por Flores e Goff (1999a).

2.6.2 Recristalização

Para simular a recristalização, cinco embalagens de cada amostra de sorvete foram transferidas do armazenamento (-25 °C) para um congelador, a -20 °C e cada amostra foi submetida a um ciclo programado de aquecimento e resfriamento. Durante este ciclo, o congelador foi mantido a -20 °C, por 12 horas, aquecido a -10 °C, por 12 horas, resfriado a -20 °C, por 12 horas e novamente aquecido a -10 °C, por 12 horas. Este ciclo de

resfriamento/aquecimento durou 48 horas e foi repetido sete vezes, em todas as amostras (COSTA et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; REGAND; GOFF, 2006).

A captura e a análise das imagens foram realizadas de forma similar à avaliação do tamanho dos cristais de gelo. A taxa de crescimento dos cristais de gelo foi calculada conforme Regand e Goff (2002) e está representada na Equação 3.

$$\text{Taxa de crescimento (\%)} = \frac{(X_{50} \text{ após o ciclo} - X_{50} \text{ antes do ciclo})}{X_{50} \text{ antes do ciclo}} \times 100 \quad (3)$$

em que X_{50} equivale ao diâmetro circular mediano dos cristais de gelo.

2.7 Análise sensorial

Após uma semana de armazenamento (-25 °C), foi realizada a análise sensorial das amostras. Para tal, foi utilizado o teste CATA (sigla do inglês *check-all-that-apply*), o qual foi adotado no intuito de caracterizar o sorvete elaborado com retentado de soro por nanofiltração e avaliar simultaneamente a aceitação do consumidor, de acordo com Dooley, Lee e Meullenet (2010).

Para a realização dos testes sensoriais, as amostras foram mantidas a -15 °C, por 24 horas, antes do início dos testes. As amostras (0%, 20%, 30%, 40% e 50%) foram apresentadas em um recipiente de plástico branco (50 mm de diâmetro) codificado com um número aleatório de três dígitos. Cada amostra continha aproximadamente 30 g, à temperatura entre -8 e -10 °C (KEMP; HOLLOWOOD; HORT, 2009; STONE; SIDEL, 2004). A temperatura foi estritamente monitorada para manter a consistência.

2.7.1 Levantamento dos atributos para o teste CATA

O levantamento dos atributos foi realizado em uma reunião com dezesseis consumidores potenciais de sorvete (provadores não treinados). Durante a reunião, as duas amostras extremas (0% e 50% de SLNGs-RSDN) foram codificadas e apresentadas aos consumidores. Junto com as amostras foi entregue uma ficha, na qual os consumidores foram orientados a descrever livremente as características similares e diferentes das amostras com relação à aparência, ao aroma, ao sabor e à textura do sorvete. Posteriormente, foi discutido o significado de cada atributo citado, no intuito de nomeá-los adequadamente, e a importância desse atributo para descrever o produto. Os atributos selecionados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 Atributos que descrevem as amostras

Cor amarelada
Cor creme
Aparência cremosa
Aroma de leite
Aroma de baunilha
Aroma de manteiga
Sabor doce
Sabor de baunilha
Sabor de leite
Sabor residual de manteiga
Textura cremosa
Firme
Gomoso

2.7.2 Avaliação das amostras

Os testes foram realizados com 111 consumidores, utilizando-se a ficha de avaliação apresentada na Figura 2. As amostras foram apresentadas de forma balanceada, monódica e em sessão única. Os consumidores avaliaram a aceitação das amostras em relação aos atributos (aparência, aroma, sabor, textura e impressão global) e, simultaneamente, foi solicitado que os provadores assinalassem as características que melhor descreviam a respectiva amostra.

Amostra n° _____

ESCALA

9 – gostei extremamente
8 – gostei muito
7 – gostei moderadamente
6 – gostei ligeiramente
5 – nem gostei/nem desgostei
4 – desgostei ligeiramente
3 – desgostei moderadamente
2 – desgostei muito
1 – desgostei extremamente

Nota Aparência: _____	Nota Aroma: _____	Nota Sabor: _____
<input type="checkbox"/> Cor amarelada <input type="checkbox"/> Cor creme <input type="checkbox"/> Aparência cremosa	<input type="checkbox"/> Aroma de leite <input type="checkbox"/> Aroma de baunilha <input type="checkbox"/> Aroma de manteiga	<input type="checkbox"/> Sabor doce <input type="checkbox"/> Sabor de baunilha <input type="checkbox"/> Sabor de leite <input type="checkbox"/> Sabor residual manteiga
Nota Textura: _____	Nota Impressão Global: _____	
<input type="checkbox"/> Textura cremosa <input type="checkbox"/> Firme <input type="checkbox"/> Gomosa		

Figura 2 Ficha de avaliação sensorial das amostras de sorvete

2.8 Análise estatística

Os dados experimentais obtidos foram submetidos à análise de variância (ANAVA) para avaliar se houve diferença significativa em relação aos diferentes níveis de SLNGs-RSDN (fator de estudo) na mistura base e no sorvete.

Para as variáveis em que houve diferença significativa na análise de variância, foi realizada análise de regressão, para avaliar o efeito dos diferentes níveis de SLNGs-RSDN sobre elas. Na análise de regressão foram testados diversos modelos, sendo o critério de seleção baseado na significância dos coeficientes de regressão e coeficiente de determinação R^2 .

Para as variáveis em que não houve diferença significativa na ANOVA foram apresentados as médias, o desvio padrão ou o gráfico de frequência.

Para a variável tamanho de cristais de gelo, além das análises citadas, foi realizada também análise de frequência dos dados de tamanho de cristais de gelo antes e após os ciclos de variação de temperatura.

Os resultados do CATA foram analisados utilizando-se análise de componentes principais (ACP) para caracterizar as amostras de sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN.

Todos os dados foram analisados com o auxílio do *software* R (R DEVELOPMENT CORE TEAM, 2007).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Características físicas e químicas do leite em pó integral e do retentado de soro doce de nanofiltração

Foi realizada a caracterização física, química e físico-química do leite em pó integral e retentado de soro doce de nanofiltração, no intuito de facilitar a comparação da adição parcial de SLNGs-RSDN na mistura base de sorvete. Os resultados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 Características físicas e químicas do leite em pó integral e do retentado de soro doce proveniente de nanofiltração

Características físicas e químicas ¹	Ingredientes	
	Leite em pó integral	Retentado de soro
pH	6,63±0,01	6,43±0,03
Acidez	1,24±0,02	0,19±0,00
Sólidos totais	96,36±0,28	11,22±0,15
Gordura	27,00±0,00	0,60±0,00
Proteínas totais	31,77±0,44	2,36±0,29
Proteínas solúveis	4,64±0,14	2,07±0,24
NNP	0,42±0,03	0,19±0,03
Cinzas	5,92±0,06	0,75±0,03
Lactose	31,67±0,76	7,50±0,16

¹ Resultados em percentuais (m/m), exceto pH

Observa-se que o teor de proteínas totais do retentado de soro é inferior à concentração do leite em pó integral. Por outro lado, as relações proteínas

solúveis/sólidos totais e NNP/sólidos totais do retentado de soro (18,45% e 1,69%, respectivamente) são superiores àquelas do leite em pó integral (4,82% e 0,44%, respectivamente).

3.2 Características físicas e químicas da mistura base

Os dados referentes ao pH das misturas bases de sorvete são apresentados no Gráfico 1. Houve diferença em relação ao pH ($p < 0,05$). Pode-se observar ligeira redução no pH à medida que as concentrações de SLNGs-RSDN foram elevadas, uma vez que os coeficientes de regressão foram muito baixos. O valor do pH variou de 6,42 a 6,28, nas misturas base com 0% e 50 % de SLNGs-RSDN, respectivamente. Essa leve redução pode ser devido ao valor ligeiramente menor do pH do retentado de soro doce de nanofiltração (RSDN) em relação ao valor do leite em pó integral (ver seção 3.1).

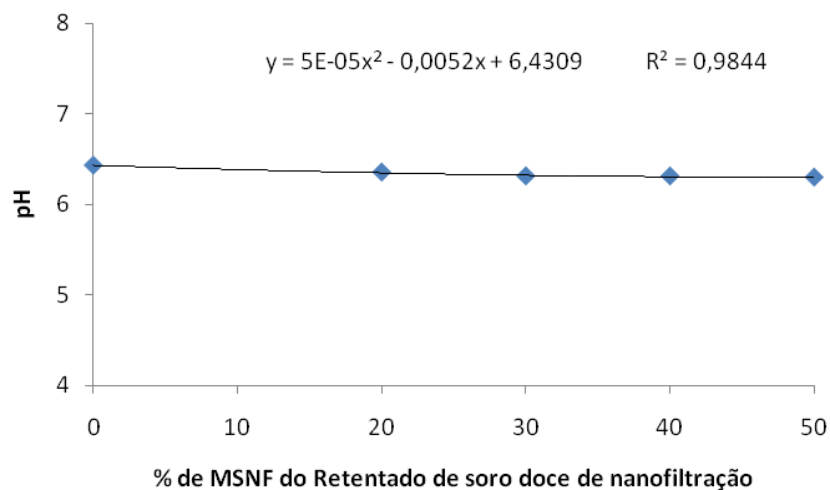


Gráfico 1 Equação de regressão e coeficiente de determinação do pH para os diferentes níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

Não houve diferença ($p > 0,05$) com relação ao teor de sólidos totais, gordura e acidez entre as misturas base de sorvete; as médias obtidas variaram de 36,92% a 37,06%, 10,02% a 10,13% e 0,20% a 0,22%, respectivamente. Isso pode ser explicado devido ao fato de os teores de sólidos totais e gordura serem padronizados no preparo das misturas base e os resultados com relação à acidez demonstram que não houve diferença entre as concentrações de compostos de caráter ácido entre os diferentes níveis de SLNGs-RSDN.

No Gráfico 2 são apresentados os dados referentes ao teor de proteínas totais, proteínas solúveis, nitrogênio não proteico (NNP), cinzas e lactose das misturas bases. As equações de regressão e seus respectivos coeficientes de determinação são apresentados na Tabela 4.

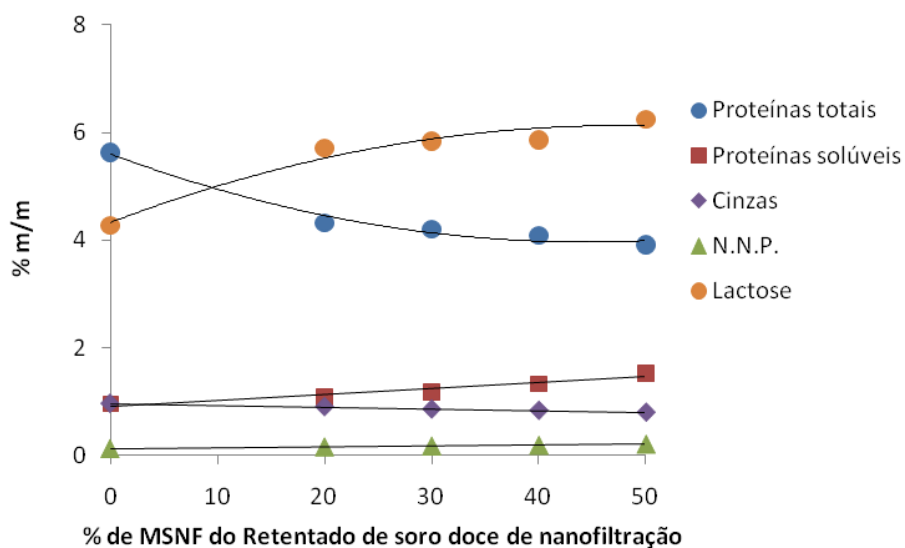


Gráfico 2 Equação de regressão e coeficiente de determinação de carboidratos, proteínas totais, proteínas solúveis, NNP e cinzas, para os diferentes níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

Tabela 4 Equações de regressão e coeficientes de determinação para as características físicas e químicas

Variável dependente	Coeficientes de regressão e determinação	
	Modelo estimador	R ²
Proteínas totais	$0,0008x^2 - 0,0738x + 5,601$	0,977
Proteínas solúveis	$0,0111x + 0,9013$	0,938
NNP	$0,0016x + 0,1234$	0,998
Cinzas	$-0,0032x + 0,9668$	0,995
Lactose	$-0,0008x^2 + 0,0754x + 4,3296$	0,954

Os teores de proteínas totais, proteínas solúveis e NNP foram diferentes entre as misturas base de sorvete ($p < 0,05$). Em níveis elevados de SLNGs-RSDN, pode-se observar que houve redução do teor de proteínas totais (~ 28,75% de redução entre a mistura base com 0% e 50% de SLNGs-RSDN). Isso pode ser explicado devido ao fato de o teor de proteínas totais do leite em pó integral ser superior ao teor de proteínas do RSDN (Tabela 3). Por outro lado, em elevados níveis de SLNGs-RSDN ocorreu teor de proteínas solúveis (~ 62,22% de aumento entre a mistura base com 0% e 50% de SLNGs-RSDN) e NNP (~ 75% de aumento entre a mistura base com 0% e 50% de SLNGs-RSDN) mais elevado. Esse fato deve-se às relações proteínas solúveis/sólidos totais e NNP/sólidos totais serem superiores no RSDN, quando comparadas àquelas no leite em pó integral (Tabela 3).

O teor de cinzas foi significativamente diferente ($p < 0,05$) entre as misturas base de sorvete com diferentes níveis de SLNGs-RSDN, porém, pode-se observar que o coeficiente de regressão foi baixo (Gráfico 2). Houve ligeira redução com relação ao teor de cinzas (~ 16,49% de redução entre a mistura base com 0 e 50% de SLNGs-RSDN), conforme os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados nas misturas base de sorvete. Esse comportamento foi devido ao fato de o teor de cinzas do leite em pó integral ser maior que o do retentado de soro doce de nanofiltração (Tabela 3).

O teor de lactose foi diferente entre as misturas com diferentes níveis de SLNGs-RSDN ($p < 0,05$). Quando os SLNGs-RSDN foram elevados, o teor de lactose também se elevou (~ 41,34% de aumento entre a mistura base com 0% e 50% de SLNGs-RSDN). Um dos principais problemas em utilizar SLNG proveniente de produtos derivados do soro em sorvetes é o aumento da quantidade de lactose, que pode resultar não apenas em um produto com textura arenosa, mas também pode inviabilizar seu consumo devido à intolerância à lactose por parte de consumidores. No presente trabalho, o teor de lactose da

mistura base com 50% de SLNGs-RSDN está dentro do teor de lactose em sorvetes encontrado tanto na literatura, como se pode observar nos trabalhos de Druzian, Doki e Scamparini (2005) e Pereira et al. (2011), quanto naqueles encontrados nos mercados do país.

3.3 Características físicas da mistura base e do sorvete

3.3.1 Comportamento reológico

A elevação dos SLNGs-RSDN influenciou o comportamento reológico das misturas bases. No Gráfico 3 está representada a curva de fluxo ou cisalhamento das misturas base de sorvete. Esta é a relação da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação nos diferentes níveis de SLNGs-RSDN (HIDALGO; ZAMORA, 2006).

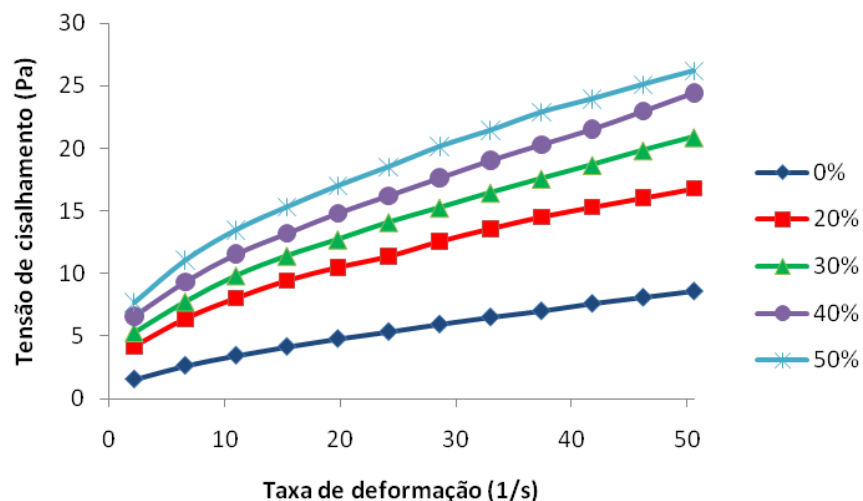


Gráfico 3 Relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação das misturas base de sorvete, a 5 °C

Níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração: 0% de SLNGs-RSDN, 20% de SLNGs-RSDN, 30% de SLNGs-RSDN, 40% de SLNGs-RSDN, 50% de SLNGs-RSDN

Observa-se uma relação de não linearidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Essa relação é um comportamento típico de um fluido não-newtoniano pseudoplástico, de acordo com Chhabra e Richardson (2008) e Clarke (2004).

Por meio do Gráfico 4 confirma-se o comportamento pseudoplástico das misturas base de sorvete, em que a viscosidade aparente diminui quando a taxa de deformação aumenta. De acordo com Bahramparvar, Razavi e Khodaparast (2010) e Wang e Wood (2006), o comportamento pseudoplástico é um resultado da orientação progressiva das moléculas constituintes com o cisalhamento crescente no sistema testado. Geralmente, misturas base de sorvete exibem um comportamento de fluxo não-newtoniano, como o apresentado no presente trabalho (BAHRAMPARVAR; RAZAVI; KHODAPARAST, 2010).

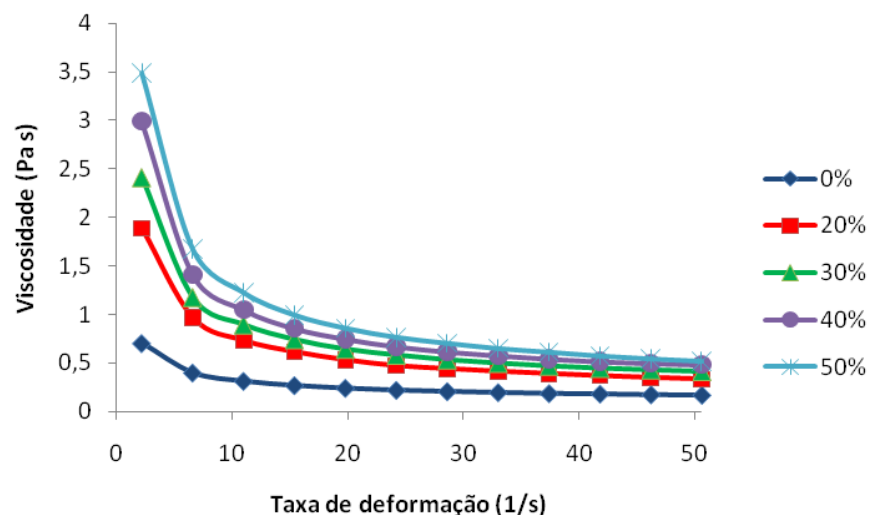


Gráfico 4 Relação entre a viscosidade e a taxa de deformação das misturas base de sorvete a 5 °C

Níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração: 0% de SLNGs-RSDN, 20% de SLNGs-RSDN, 30% de SLNGs-RSDN, 40% de SLNGs-RSDN, 50% de SLNGs-RSDN

De acordo com Bahramparvar, Razavi e Khodaparast (2010), existem vários modelos para descrever a reologia de fluidos não-newtonianos e o modelo da Lei da Potência, provavelmente, é o mais utilizado para descrever líquidos não-newtonianos. Além disso, segundo alguns autores, o modelo da Lei da Potência é o mais utilizado para mistura base de sorvete, o qual também apresenta bons resultados com relação aos parâmetros reológicos (OLIVEIRA; SOUZA; MONTEIRO, 2008; PEREIRA, 2010). Do mesmo modo, o modelo da Lei de Potência foi utilizado devido ao fato de seus dois parâmetros, índice de comportamento de fluxo (n) e índice de consistência (K), apresentarem boa representação dos dados para todos os intervalos das taxas de deformação neste trabalho.

Houve diferença ($p < 0,05$) em relação aos índices de consistência e comportamento de fluxo. Os parâmetros de índice de consistência e índice de comportamento de fluxo para o modelo da Lei da Potência relacionando as misturas base de sorvete são apresentados nos Gráficos 5 e 6, respectivamente.

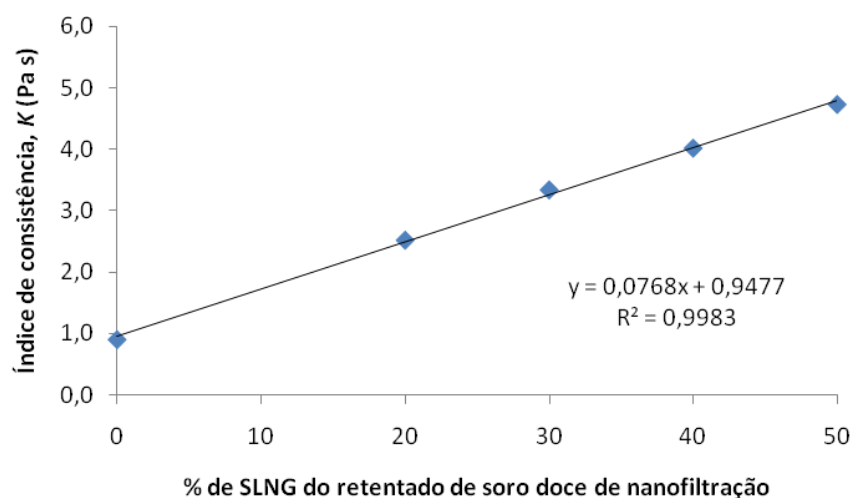


Gráfico 5 Equação de regressão e coeficiente de determinação do índice de consistência para os diferentes níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

O índice de consistência fornece uma indicação das propriedades de escoamento da mistura e o índice de comportamento de fluxo significa a proximidade da mistura de ser um fluido newtoniano (BAHRAMPARVAR; RAZAVI; KHODAPARAST, 2010; MUSE; HARTEL, 2004). Observa-se que, com a elevação dos níveis de SLNGs-RSDN, ocorreram a elevação do índice de consistência e a redução do índice de comportamento de fluxo. Esse comportamento indica que quando os níveis de SLNGs de leite em pó foram reduzidos e os de RSDN foram elevados ocorreu a elevação da viscosidade nas misturas base de sorvete (LIM et al., 2008).

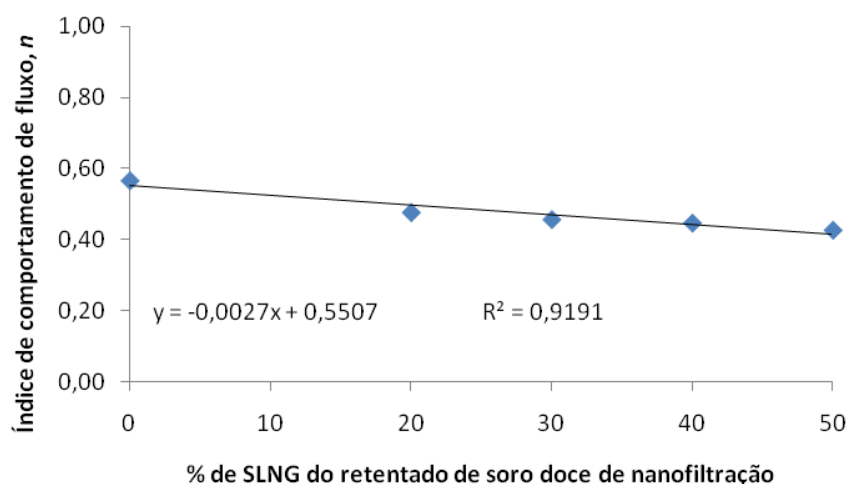


Gráfico 6 Equação de regressão e coeficiente de determinação do índice de comportamento de fluxo para os diferentes níveis de SLNG proveniente do RSDN

Esse aumento de viscosidade pode ser explicado pela elevação do teor de proteínas solúveis na medida em que os SLNGs-RSDN foram elevados (ver seção 3.2). Embora tenha existido diferença em outros parâmetros físicos e químicos de composição entre as misturas bases de sorvete com diferentes níveis de SLNGs-RSDN, esses parâmetros pouco influenciaram a viscosidade.

As proteínas do soro apresentam propriedades funcionais, como alta solubilidade, absorção de água, gelatinização e capacidades emulsificantes (BALDASSO; BARROS; TESSARO, 2011; ZAVAREZE; MORAES; SALAS-MELLADO, 2010). Com a elevação da proporção proteínas solúveis/proteínas totais, provavelmente, a interação entre as proteínas do soro e as caseínas presentes nas misturas base, principalmente entre κ -caseína e β -Lg, também foi elevada, contribuindo parcialmente para a elevação da viscosidade.

Uma das características importantes da β -Lg é a presença de um grupo sulfidrila livre "reativo" em sua estrutura primária. Durante a pasteurização das misturas base ocorreu desnaturação dessa proteína. Com essa desnaturação

induzida pelo calor, a β -lactoglobulina expõe o grupo sulfidril livre, o qual tem a capacidade de reticulação com outras moléculas de β -lactoglobulina e κ -caseína por meio de ligações dissulfeto (KAPOOR; METZGER, 2008; SAWYER; COULTER; JENNESS, 1963). As proteínas do soro desnaturadas também podem se associar com as membranas dos glóbulos de gordura do leite e com as caseínas (FOUCQUIER et al., 2012).

Nguyen et al. (1997) elaboraram formulações com substituição do SLNG do sorvete convencional por concentrado de soro ácido de nanofiltração. Embora algumas condições de composição e processamento do sorvete desses autores sejam diferentes no presente trabalho, o aumento de viscosidade observado vai contra o trabalho deles. Os autores compararam a viscosidade do controle (sem substituição dos SLNG) com tratamentos de 25% e 50% de substituição dos SLNG pelos SLNG do concentrado de soro ácido por nanofiltração e, então, observaram a redução da viscosidade com as amostras com maiores níveis de concentrado de soro ácido de nanofiltração. Segundo eles, isso ocorreu devido à redução do teor de proteínas na mistura base. A proporção proteínas totais/sólidos totais do concentrado de soro ácido de nanofiltração utilizado no trabalho de Nguyen et al. (1997), no entanto, foi a metade da proporção no RSDN utilizada no presente trabalho.

Patel, Baer e Acharya (2006) substituíram os SLNG do sorvete por concentrado proteico de soro (WPC) e concentrado proteico de leite (MPC), no intuito de aumentar o teor de proteínas das formulações. Os níveis de aumento de proteínas para ambos os tratamentos foram de 30%, 60% e 90%, com relação ao controle. No trabalho citado, pode-se observar que o tratamento com maior viscosidade foi aquele com 60% de aumento de proteínas, seguido pelo tratamento com 90% de proteínas provenientes do WPC. De acordo com os resultados do trabalho desses autores, embora o aumento da viscosidade possa estar relacionado com o aumento do teor de proteínas, também é possível

indagar sobre a existência de uma relação ideal entre as concentrações de proteínas do soro e caseínas para o aumento da viscosidade em sistemas lácteos. No presente trabalho, a mistura base com 50% de SLNGs-RSDN obteve a maior viscosidade, aumentando em 60% o teor de proteínas solúveis com relação à mistura base de 0% de SLNGs-RSDN. Do mesmo modo, o tratamento com maior viscosidade, no trabalho de Patel, Baer e Acharya (2006), foi aquele que teve aumento de 60% do teor de proteínas provenientes do WPC.

Outra parcela de contribuição na elevação da viscosidade nas misturas base de sorvete pode estar relacionada à interação entre polímeros presentes (gomas guar e xantana) nas misturas base com as proteínas do soro e (BENICHOU et al., 2007; BRYANT; MCCLEMENTS, 2000; ERCELEBI; IBANOĞLU, 2007; FITZSIMONS; MULVIHILL; MORRIS, 2008; PEREZ et al., 2010) as interações relatadas entre gomas guar e xantana (BEMILLER; WHISTLER, 1996; SWORN, 2009).

Quando goma guar foi adicionada, em baixas concentrações (~ 0,05%-0,10% em peso), em soluções com isolado proteico de soro (WPI), Fitzsimons, Mulvihill e Morris (2008) concluíram que as interações segregativas entre a goma guar e o WPI, nas misturas monofásicas, promovem agregação de proteínas do soro desnaturadas e o aumento da agregação de moléculas de proteínas desnaturadas aumenta a resistência do gel do WPI. Em concentrações mais elevadas, provocam a agregação excessiva (precipitação incipiente), resultando em perda da força do gel.

De acordo com Bryant e McClements (2000), devido às interações benéficas entre as proteínas do soro e a goma xantana, é possível formular alimentos que exibem uma grande variedade de características de textura e aparência. Segundo os autores, em baixas concentrações, a goma xantana adicionada a uma solução de WPI desnaturado pelo calor pode causar um aumento apreciável na sua opacidade, na taxa de gelificação e rigidez final. Os

autores postulam que o mecanismo físico responsável por este efeito é a incompatibilidade termodinâmica da goma xantana e o WPI desnaturado pelo calor, o que leva à separação de fases e à formação de uma emulsão água em água.

Benichou et al. (2007) detectaram um sinergismo nas propriedades de superfície de misturas WPI/goma xantana. Estes autores concluíram que, conjugados, WPI e goma xantana exibem um efeito significativo sobre a redução da tensão superficial da água nas razões WPI/polissacarídeo entre 8 e 20, sendo estes indicados como sendo potencialmente adequados para aumentar a hidrofobicidade da superfície da proteína, a fim de melhorar o seu poder emulsificante.

Portanto, de acordo com os resultados apresentados no presente trabalho, a influência principal do aumento da viscosidade nas misturas bases com maior teor de SLNGs-RSDN foi, provavelmente, promover interações entre os biopolímeros κ -caseína/ β -lactoglobulina/gomas guar-xantana.

3.3.2 Overrun

A incorporação e a distribuição de tamanhos de células de ar fornecem textura suave e influencia propriedades de derretimento e dureza em sorvete (SOFJAN; HARTEL, 2004). A geração de espuma pode ser considerada um processo dinâmico entre as forças de dispersão e coalescência. O ar incorporado em uma fase fluida é instável e sujeito à distorção adicional, devido às forças de cisalhamento no misturador. A distribuição do tamanho da célula de ar de uma espuma em um misturador do tipo rotor é influenciada por vários parâmetros de mistura, incluindo velocidade do rotor, tempo de residência, proporção gás-líquido e viscosidade da fase líquida (CHANG; HARTEL, 2002a).

Houve diferença ($p < 0,05$) entre os valores de *overrun*. Os resultados de *overrun* referentes aos diferentes níveis de SLNGs-RSDN são apresentados no Gráfico 7.

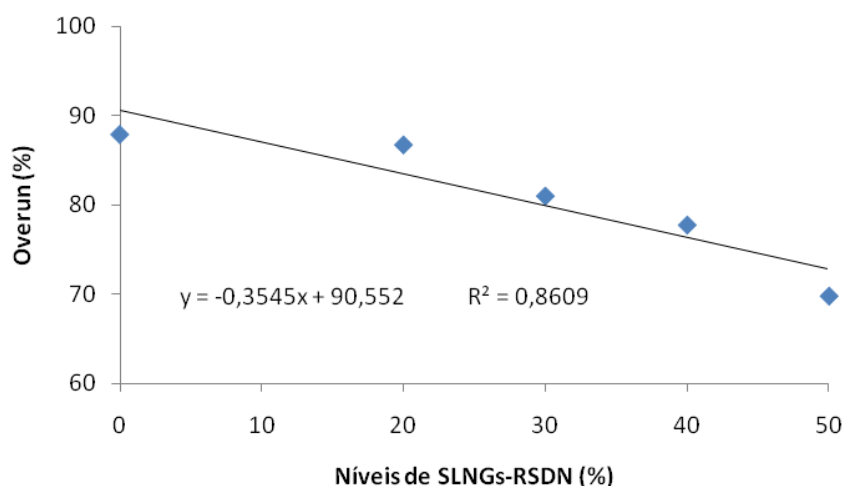


Gráfico 7 *Overrun* do sorvete com diferentes níveis de SLNGs-RSDN

Os valores de *overrun* sofreram redução em função da maior incorporação de SLNGs-RSDN devido ao aumento de viscosidade da matriz não congelada e às condições de processo.

Existem inúmeros fatores que influenciam o desenvolvimento de células de ar no sorvete. No congelamento, forças de cisalhamento durante a mistura “quebram” células maiores em menores devido à elevada tensão de cisalhamento local. Esta tensão de cisalhamento é governada pelo impulsor de mistura e viscosidade da suspensão de sorvete (SOFJAN; HARTEL, 2004).

Chang e Hartel (2002a), ao adicionarem estabilizantes em mistura base de sorvete, correlacionaram o aumento da viscosidade à redução no tamanho das células de ar durante o congelamento em congeladores descontínuo. Fatores de formulação, como teor de gordura e concentração e tipo de emulsificante, não

tiveram nenhum efeito sobre o tamanho das células de ar, embora os níveis de desestabilização de gordura tenham sido diferentes.

A elevação dos SLNGs-RSDN aumentou a viscosidade das misturas base de sorvete (ver seção 3.3.1). Além disso, a elevação dos níveis de SLNGs-RSDN também elevou a viscosidade da fase de matriz não congelada (crioconcentrada) durante o congelamento dinâmico, quando a temperatura do sistema diminuiu.

Este aumento na viscosidade teria possibilitado a maior incorporação de ar nos sorvetes. Além do maior *overrun*, o aumento na viscosidade da matriz também leva ao maior nível de micro dispersão e estabilização das células de ar (CHANG; HARTEL, 2002b; EISNER; WILDMOSER; WINDHAB, 2005; PEREIRA et al., 2011). Porém, no presente trabalho, todas as misturas base de sorvete foram submetidas ao mesmo tempo de batimento e congelamento (10 minutos). Conseqüentemente, as amostras com níveis mais elevados de SLNGs-RSDN, provavelmente, tenderam a reter o ar mais rápido. Como as forças cisalhantes continuaram a agir no sistema, este começou a entrar em colapso; as células de ar coalesceram e foram dissipadas da microestrutura do sorvete, devido às forças de cisalhamento durante o congelamento.

Misturas base, quando submetidas às forças cisalhantes, incorporam ar e, se estas forças continuam a agir, o sistema atinge um pico máximo de incorporação e começa a entrar em colapso, reduzindo a quantidade de ar incorporado (ADAPA et al., 2000). De acordo com Chang e Hartel (2002a), no congelamento em congelador de superfície raspada descontínuo, o *overrun* aumenta até um ponto máximo e depois diminui durante os últimos estágios de congelamento ao longo do batimento. Segundo Baer, Wolkow e Kasperson (1997), em geral, à medida que aumenta a viscosidade, a resistência ao derretimento e a suavidade do corpo aumentam, mas a taxa de batimento diminui. Pereira et al. (2011) também observaram ponto de *overrun* máximo ao

substituir parcialmente o leite em pó desnatado por extrato hidrossolúvel de soja em formulações de sorvete e submeter todas as amostras ao mesmo tempo de batimento e congelamento. Portanto, como resultado das mesmas condições de processo no presente trabalho, quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados, o *overrun* foi reduzido.

As proteínas lácteas, segundo Patel, Baer e Acharya (2006), são conhecidas por sua capacidade de formar espumas, contribuindo, assim, para a estabilização das células de ar em sorvete. Embora o teor de proteínas lácteas totais (Gráfico 2) tenha reduzido devido à elevação dos níveis de SLNGs-RSDN, o teor de proteínas solúveis (Gráfico 2) foi elevado, resultando na elevação da viscosidade das misturas base de sorvete, devido ao provável aumento das interações κ -caseína/ β -lactoglobulina/polissacarídeos (ver seções 3.2 e 3.3.1).

Portanto, a alteração de outros componentes na composição física e química dos sorvetes devido à elevação dos níveis de SLNGs-RSDN influenciou pouco ou nada o *overrun*. Além disso, a elevação do teor de proteínas solúveis obteve efeitos secundários sobre o *overrun*, os quais resultaram no aumento da viscosidade do sistema. Assim, segundo Chang e Hartel (2002a), a formação das bolhas de ar é governada principalmente pelas propriedades reológicas e forças cisalhantes no processo.

3.3.3 Textura

A textura do sorvete talvez seja um dos seus atributos de qualidade mais importantes (GOFF, 2011). De acordo com Kaya e Tekin (2001), a textura do sorvete depende de diversos fatores, como, por exemplo, estado de agregação dos glóbulos de gordura, quantidade de ar, tamanho das bolhas de ar, viscosidade da fase aquosa e tamanho e estado de agregação dos cristais de gelo.

Os dados referentes ao comportamento de cada mistura base durante as análises texturométricas são apresentados no Gráfico 8, na qual o pico máximo da força de compressão foi determinado como os valores da firmeza instrumental, apresentados no Gráfico 9.

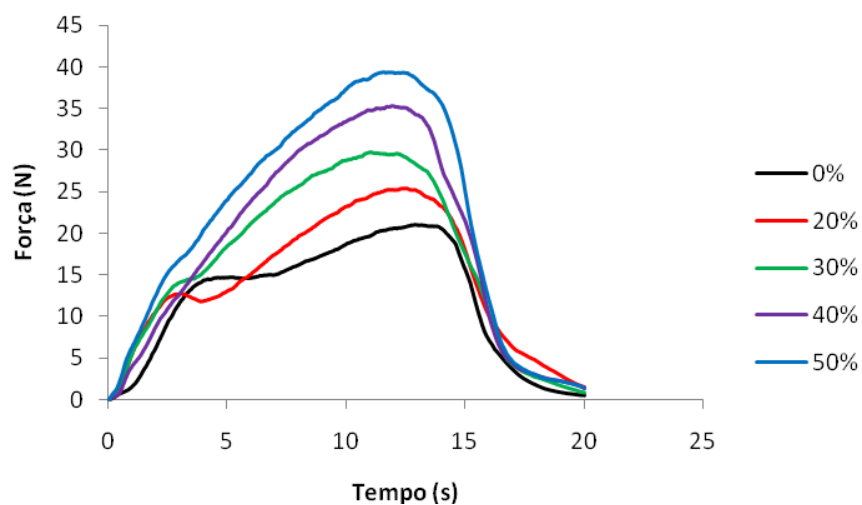


Gráfico 8 Curvas obtidas para textura instrumental dos sorvetes
Níveis: 0% de SLNG do RSDN, 20% de SLNG do RSDN, 30% de SLNG do RSDN, 40% de SLNG do RSDN, 50% de SLNG do RSDN

Os valores de firmeza foram diferentes ($p < 0,05$) entres os sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN. Em níveis de SLNGs-RSDN mais elevados, a firmeza foi proporcionalmente maior. Além do *overrun* (Gráfico 7), principal fator, cujo valor tem relação inversa com a firmeza no sorvete (MUSE; HARTEL, 2004; SOFJAN; HARTEL, 2004), esse comportamento, provavelmente, também está relacionado ao coeficiente de consistência da mistura base (Gráfico 5) e ao tamanho dos cristais de gelo (Gráfico 12), os quais, segundo Muse e Hartel (2004), têm relação direta com a firmeza.

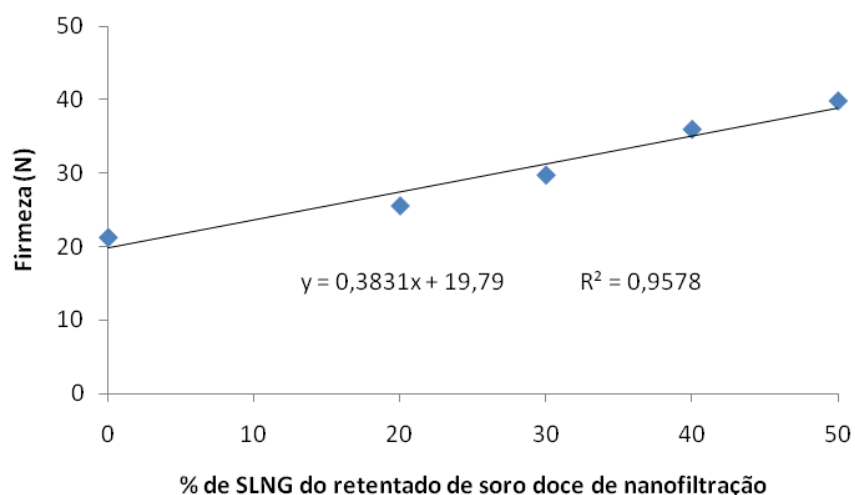


Gráfico 9 Textura instrumental do sorvete, medida como firmeza

3.3.4 Temperatura de derretimento

A lactose é responsável por, aproximadamente, 55% do ponto de congelamento no leite desnatado ou integral; cloretos são responsáveis por aproximadamente 25% e o restante de 20% deve-se a outros componentes solúveis, como potássio, cálcio, magnésio, lactatos, fosfatos e citratos (GOFF, 2006).

Os resultados referentes às temperaturas de derretimento são apresentados no Gráfico 10.

Houve diferença ($p < 0,05$) entre as temperaturas de derretimento, porém, pode-se observar que o coeficiente de regressão foi baixo. Observa-se que, à medida que os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados, a temperatura de derretimento reduziu de $-4,27$ °C para $-4,76$ °C, para as misturas base com 0% e 50% de SLNGs-RSDN. Isso pode ser explicado pelo aumento do teor de lactose nas misturas bases (ver seção 3.2), uma vez que moléculas (principalmente

açúcares) de baixo peso molecular têm a capacidade de baixar o ponto de congelamento (COOK; HARTEL, 2010; HAGIWARA; HARTEL, 1996).

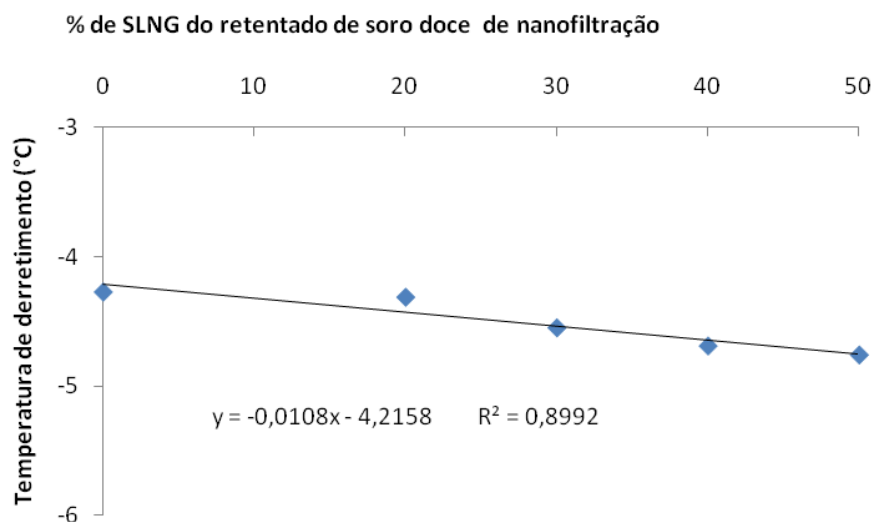


Gráfico 10 Temperatura de derretimento das misturas base de sorvete

Embora os sais do leite afetem o ponto de congelamento nos sorvetes, a redução do teor de cinzas com a elevação dos níveis de SLNGs-RSDN pouco influenciou a temperatura de derretimento. E, ainda, as proteínas, por serem, comparativamente, moléculas maiores, não exercem nenhum efeito mensurável sobre o ponto de congelamento (COOK; HARTEL, 2010).

3.3.5 Comportamento de derretimento

O derretimento de sorvetes pode ser influenciado por diversos fatores, entre eles teor de proteínas (BEST, 1991 citado por KOEFERLI; PICCINALI; SIGRIST, 1996), desestabilização da gordura, *overrun*, natureza dos cristais de gelo e coeficiente de consistência (SOFJAN; HARTEL, 2004). No Gráfico 11

são apresentados os comportamentos de derretimento dos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN.

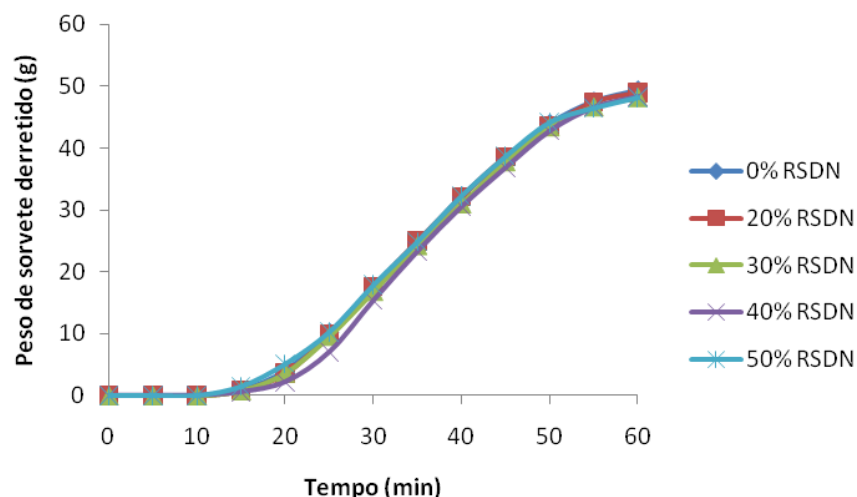


Gráfico 11 Comportamento dos sorvetes durante o derretimento

Não houve diferença significativa ($p > 0,05$) entre o comportamento de derretimento entre os sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN. As taxas de derretimento variaram de 1,30 a 1,40 g min^{-1} de sorvete derretido para os sorvetes com 0% e 50% de SLNGs-RSDN, respectivamente e o tempo necessário para a primeira gota de sorvete derretido ocorrer variou de 13,66 a 14,53 minutos, para os sorvetes com 0% e 50% de SLNGs-RSDN, respectivamente.

Embora, a viscosidade das misturas base (ver seção 3.3.1), o *overrun* (ver seção 3.3.2) e o tamanho dos cristais de gelo (ver seção 3.4.1) dos sorvetes tenham sido diferentes, esses parâmetros não influenciaram o comportamento de derretimento. Provavelmente, a maior viscosidade das misturas base compensou a redução do *overrun* e a elevação de tamanho dos cristais de gelo com relação à resistência ao derretimento em sorvetes com níveis de SLNGs-RSDN mais

elevados, resultando no comportamento de derretimento similar entre os sorvetes.

A maior resistência observada por Pereira et al. (2011) em sorvetes com substituição parcial do leite em pó desnatado por extrato hidrossolúvel de soja foi relacionada ao aumento da viscosidade da matriz e à redução no tamanho dos cristais de gelo.

Outro provável fator que influenciou os comportamentos de derretimento similares seria a faixa relativamente pequena de tamanho dos cristais de gelo nos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN, a qual variou de 19,87 a 24,78 μm , para os sorvetes com 0% e 50% de SLNGs-RSDN, respectivamente. O mesmo ocorreu com o *overrun*, cujos valores variaram de 87,89% a 69,78% de ar incorporado, para os sorvetes com 0% e 50% de SLNGs-RSDN, respectivamente.

Muse e Hartel (2004) relataram que níveis mais elevados de polissorbato 80 e tempos de batimento mais longos promoveram níveis elevados de gordura desestabilizada, promovendo a estabilidade das células de ar. Portanto, estes autores concluíram que o *overrun* não foi um fator determinante na taxa de derretimento, mesmo tendo seu efeito relatado por meio de estudos anteriores. Esse comportamento foi relacionado à faixa relativamente estreita de *overruns* produzidos, variando apenas de 40% a 70%.

3.4 Características microestruturais do sorvete

3.4.1 Tamanho dos cristais de gelo e recristalização

Os dados referentes ao tamanho dos cristais antes do ciclo de variação de temperatura nos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN são apresentados no Gráfico 12.

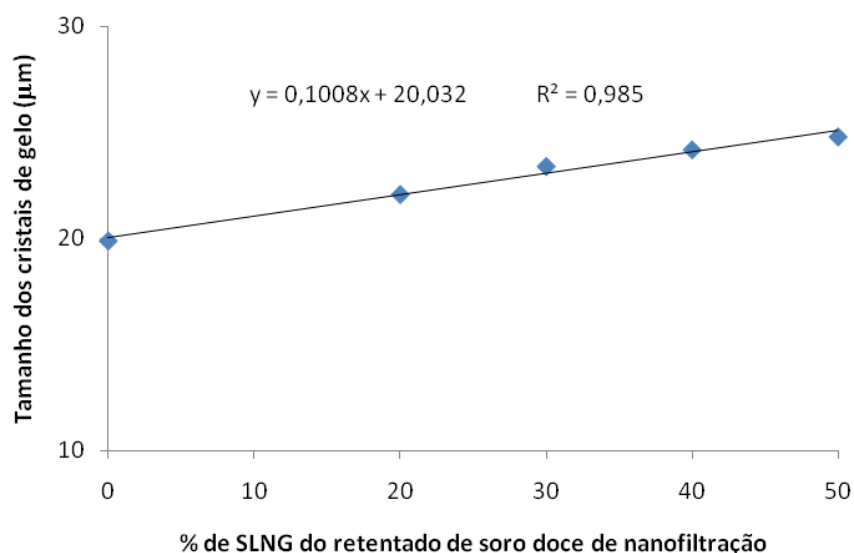


Gráfico 12 Diâmetros equivalentes circulares medianos dos cristais de gelo (X_{50}) antes do ciclo de variação de temperatura dos sorvetes com diferentes níveis de SLNG proveniente do RSDN

Houve diferença ($p < 0,05$) de tamanho dos cristais de gelo entre os sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN. Os SLNGs-RSDN elevados elevaram o tamanho dos cristais, variando de 19,87 a 24,78 μm , para os sorvetes com 0% e 50 % de SLNGs-RSDN, respectivamente. Esse aumento de tamanho pode ser explicado pela redução do teor de proteínas totais e *overrun*.

As proteínas, por terem um peso molecular elevado, difundem mais lentamente do que outros solutos, o que poderia interferir na estrutura de cristalização do gelo (COOK; HARTEL, 2010). Além disso, proteínas do soro e caseínas têm boa capacidade de ligação com a água e, com isso, menos água livre está disponível para formar cristais de gelo, possivelmente resultando na formação de cristais de gelo menores em sorvetes. As proteínas adsorvem firmemente à superfície do cristal de gelo, impedindo o crescimento adicional, o que impede a formação de cristais de gelo maiores (PATEL; BAER;

ACHARYA, 2006). De acordo com Patel, Baer e Acharya (2006) e Pereira et al. (2011), o aumento no teor de proteínas lácteas em misturas base de sorvete leva à formação de cristais de gelo com diâmetros médios menores. Portanto, a redução no teor de proteínas totais no presente trabalho, provavelmente, influenciou a elevação dos diâmetros circulares medianos dos cristais de gelo quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados.

A quantidade de ar incorporado em sorvete influencia o tamanho dos cristais de gelo, portanto, cristais de gelo maiores são observados em menores *overruns* (RUGER; BAER; KASPERSON, 2002; SOFJAN; HARTEL, 2004). Cristais de gelo grosseiros podem ser observados em sorvetes com *overrun* reduzido; quanto maior a dispersão de células de ar, menor a probabilidade de colisões entre cristais de gelo durante o congelamento dinâmico (COOK; HARTEL, 2010; FLORES; GOFF, 1999a; HARTEL, 1996).

No entanto, a elevação de tamanho dos cristais de gelo no presente trabalho foi influenciada principalmente pela redução do *overrun*; quando os SLNGs-RSDN foram elevados, o teor de proteínas não teve qualquer efeito sobre o tamanho dos cristais de gelo (ver cap. 3, seção 3.3.1).

As flutuações de temperatura às quais os sorvetes são submetidos causam aumento de tamanho dos cristais de gelo, afetando diretamente a qualidade do produto. O ciclo de variação de temperatura utilizado para simular essas flutuações de temperatura nas amostras de sorvetes resultou na elevação de tamanho dos cristais de gelo (COSTA et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; REGAND; GOFF, 2006).

O tamanho dos cristais de gelo após o ciclo de variação de temperatura não foi significativo ($p > 0,05$) entre os sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN, variando de 24,88 a 25,83 μm , para os sorvetes com 0% e 50% de SLNGs-RSDN, respectivamente.

No Gráfico 13 são apresentados os dados referentes à taxa de crescimento dos cristais de gelo após os sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN serem submetidos ao ciclo de variação de temperatura.

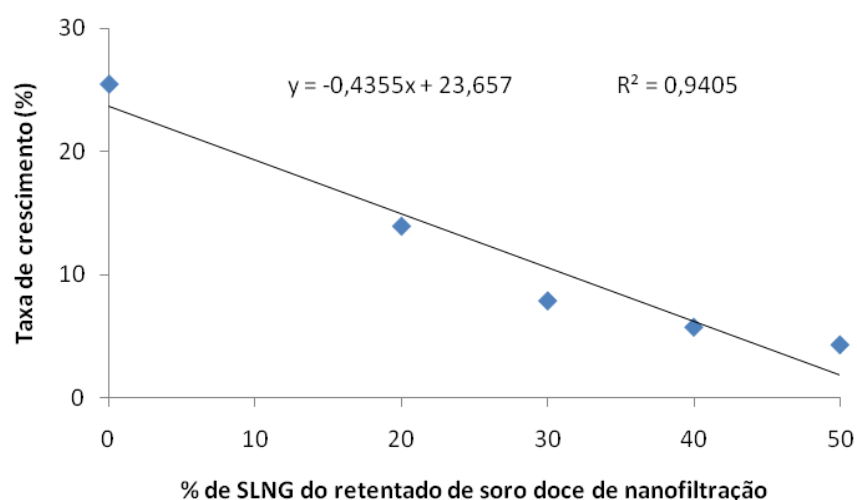


Gráfico 13 Taxa de crescimento de cristais de gelo após o ciclo de variação de temperatura dos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs provenientes do RSDN

A recristalização, basicamente, envolve pequenos cristais desaparecendo e cristais grandes surgindo, além do derretimento de cristais em conjunto. A taxa de recristalização em si, segundo Cook e Hartel (2010), é uma função das propriedades do sistema, como composição e temperatura. Pode-se observar a redução considerável da taxa de crescimento dos cristais quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados.

Essa redução da taxa de crescimento dos cristais pode estar relacionada com o aumento da viscosidade da matriz não congelada, o qual pode reduzir a mobilidade das moléculas dispersas e, do mesmo modo, reduzir a taxa de crescimento de cristais maiores.

Uma rede de estabilizantes pode ocorrer na matriz não congelada. Essa estrutura afeta a taxa em que a água pode difundir para a superfície de um cristal em crescimento durante a flutuação da temperatura ou a velocidade a que solutos e macromoléculas podem se difundir para fora da superfície de um cristal de gelo em crescimento (GOFF et al., 1993; REGAND; GOFF, 2003). Assim, segundo Pereira et al. (2011), o mecanismo de ação das proteínas sobre o crescimento dos cristais durante as flutuações de temperatura (choques térmicos) está relacionado com o aumento da viscosidade da matriz (ver seção 3.3.1), resultando numa menor mobilidade das partículas. Portanto, a cinética de difusão pode ser mais importante do que as considerações termodinâmicas (GOFF et al., 1993; REGAND; GOFF, 2003).

Outro mecanismo também foi proposto por Damodaran (2007), Regand e Goff (2006) e Wang e Damodaran (2009), ao analisarem o efeito da inibição da recristalização em sorvetes produzidos com proteína do trigo de inverno, polipeptídios do colágeno bovino e polipeptídios da gelatina, respectivamente. Esse mecanismo, que também foi citado por Pereira et al. (2011), relaciona a inibição do crescimento dos cristais de gelo em sorvetes à adsorção de proteínas ou polipeptídios na interface gelo-solução por meio de ligações de hidrogênio.

Embora, os sorvetes submetidos ao ciclo de variação de temperatura tenham aumentado o tamanho dos cristais de gelo, todas as amostras apresentaram cristais de gelo com diâmetro circular mediano inferior a 50 μm . Quando os cristais de gelo são maiores do que cerca de 50 μm , segundo Drewett e Hartel (2007), eles podem ser detectados na boca, e o excesso desses cristais maiores pode resultar em um produto grosseiro.

O diâmetro circular mediano dos cristais de gelo foi dividido em quatro categorias e, então, a frequência relativa foi calculada para cada amostra de sorvete (PEREIRA et al., 2011; RUGER; BAER; KASPERSON, 2002). **Nos**

Gráficos 14 e 15 apresentam-se as distribuições de tamanho dos cristais de gelo antes e após o ciclo de variação de temperatura, respectivamente.

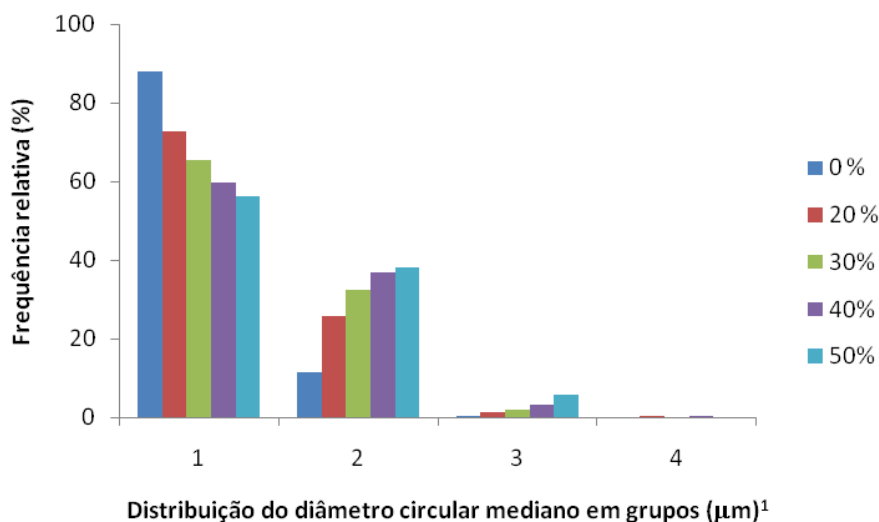


Gráfico 14 Frequência relativa da distribuição de tamanho dos cristais de gelo em diferentes categoriais de tamanho, antes do ciclo de variação de temperatura

¹ Categorias de tamanho dos cristais de gelo: 1 = [10-25 μm], 2 = [25-40 μm], 3 = [40-55 μm], 4 = ≥ 55 μm

* Legenda: 0%-0% de SLNGs-RSDN, 20%-20% de SLNGs-RSDN, 30%-30% de SLNGs-RSDN, 40%-40% de SLNGs-RSDN, 50%-50% de SLNGs-RSDN

Antes de serem submetidos aos ciclos de variação de temperatura, quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados, os sorvetes apresentaram menor percentual de cristais de gelo na categoria 1. Na categoria 2, observou-se maior percentual de cristais de gelo quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados nos sorvetes. No entanto, pode-se observar que praticamente todos os cristais de gelo estão abaixo de 55 μm nos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN, ou seja, abaixo do limiar de detecção sensorial.

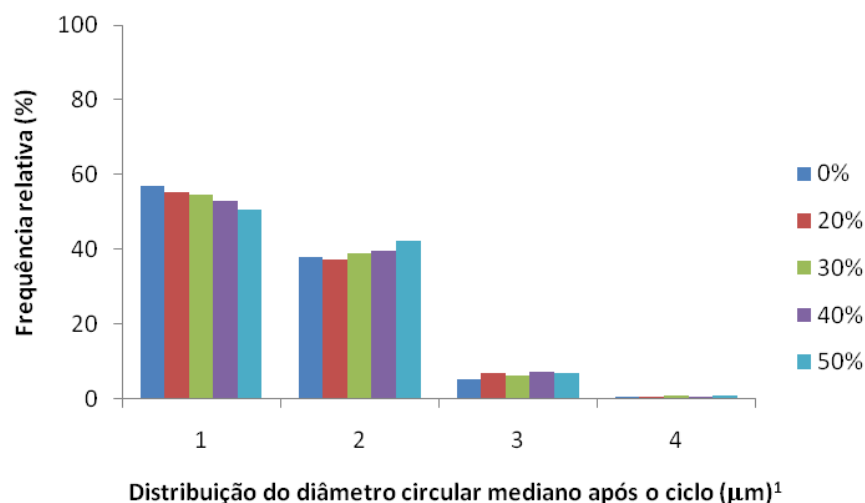


Gráfico 15 Frequência relativa da distribuição de tamanho dos cristais de gelo em diferentes categoriais de tamanho, após o ciclo de variação de temperatura

¹ Categorias de tamanho dos cristais de gelo: 1 = [10-25 μm], 2 = [25-40 μm], 3 = [40-55 μm], 4 = ≥ 55 μm

* Legenda: 0%-0% de SLNGs-RSDN, 20%-20% de SLNGs-RSDN, 30%-30% de SLNGs-RSDN, 40%-40% de SLNGs-RSDN, 50%-50% de SLNGs-RSDN.

Após os sorvetes serem submetidos aos ciclos de variação de temperatura, de modo geral, observou-se que houve redução da distribuição dos cristais de gelo na categoria 1 e elevação nas categorias 2 e 3. Houve ligeira redução e elevação de cristais de gelo nas categorias 1 e 2, respectivamente, quando os níveis de SLNGs-RSDN foram elevados. Além disso, pode-se observar que, mesmo depois de os sorvetes serem submetidos aos ciclos de variação de temperatura, praticamente todos os cristais de gelo dos sorvetes estavam abaixo do limiar de detecção sensorial, independente dos diferentes níveis de SLNGs-RSDN.

3.5 Análise sensorial

As médias das notas de aceitação do consumidor referentes aos atributos são apresentadas na Tabela 4. Não houve diferença significativa ($p < 0,05$) com relação à aceitação, pelo consumidor, dos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN.

Tabela 4 Médias das notas de aceitação pelo consumidor

Atributos ¹	Níveis ²				
	0%	20%	30%	40%	50%
Aparência	7,52	7,66	7,51	7,37	7,59
Aroma	6,96	7,03	7,02	6,05	7,04
Sabor	7,33	7,58	7,37	7,17	7,25
Textura	7,49	7,52	7,45	7,43	7,64
Impressão global	7,45	7,50	7,40	7,21	7,32

¹ Escala hedônica

² Níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro de nanofiltração: 0%-0% de SLNGs-RSDN, 20%-20% de SLNGs-RSDN, 30%-30% de SLNGs-RSDN, 40%-40% de SLNGs-RSDN, 50%-50% de SLNGs-RSDN

Nguyen et al. (1997), utilizando escala hedônica, também não observaram diferença nas características sensoriais quando os sólidos lácteos não gordurosos do sorvete convencional foram substituídos pelos sólidos lácteos não gordurosos do concentrado de soro ácido de nanofiltração.

Em geral, todos os sorvetes foram bem aceitos pelos consumidores com relação a todos os atributos. O sorvete com 50% de SLNGs-RSDN obteve notas médias de aceitação entre 7 e 8 (correspondendo de “gostei moderadamente” a “gostei muito” na escala hedônica) em relação a todos os atributos.

No Gráfico 16 é apresentada a frequência de notas ≥ 6 (na escala hedônica “gostei ligeiramente”) dos atributos em relação aos sorvetes com diferentes níveis de SLNGs-RSDN.

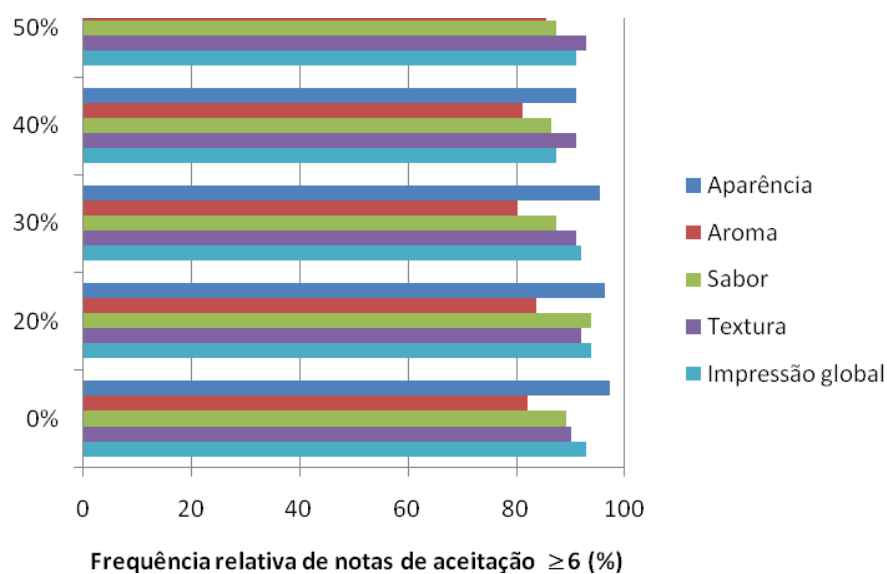


Gráfico 16 Frequência de notas ≥ 6 em relação aos atributos para os sorvetes com diferentes níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

* Níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro de nanofiltração: 0%-0% de SLNGs-RSDN, 20%-20% de SLNGs-RSDN, 30%-30% de SLNGs-RSDN, 40%-40% de SLNGs-RSDN, 50%-50% de SLNGs-RSDN

Pela distribuição das notas, observa-se que a maioria dos consumidores deu notas ≥ 6 com relação a todos os atributos e a frequência de notas para cada atributo foi similar para os sorvetes com 50% de SLNGs-RSDN.

A utilização do perfil sensorial de consumidor pode ser considerada uma alternativa ao perfil sensorial clássico (DOOLEY; LEE; MEULLENET, 2010).

No Gráfico 17, por meio do mapa de preferência externo, é apresentada a caracterização dos sorvetes com diferentes concentrações de SLNGs-RSDN.

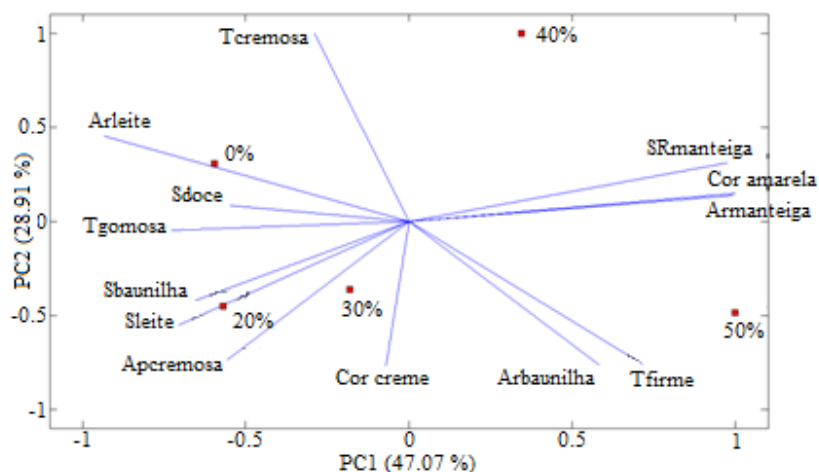


Gráfico 17 Mapa de preferência externo com as características dos sorvetes com diferentes níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração

Legenda: Tcremosa – textura cremosa; Arleite – aroma de leite; Sdoce – sabor doce; Tgomosa – textura gomosa; Sbaunilha – sabor de baunilha; Sleite – sabor de leite; Apremosa – aparência cremosa; Arbaunilha – aroma de baunilha; Tfirme – textura firme; Armanteiga – aroma de manteiga; SRmanteiga – sabor residual de manteiga

Os sorvetes com menor SLNGs-RSDN sugerem, em ordem decrescente, as características de aroma de leite, sabor doce, textura gomosa, textura cremosa, sabor de baunilha, sabor de leite, aparência cremosa e cor creme. Os sorvetes com SLNGs-RSDN mais elevados parecem apresentar, em ordem decrescente, textura firme, aroma de baunilha, aroma de manteiga, cor amarela e sabor residual de manteiga.

A caracterização também pode ser relacionada com a composição e os parâmetros de qualidade analisados nos sorvetes. Por exemplo, no sorvete com 50% de SLNGs-RSDN:

- a) a textura firme pode estar relacionada com *overrun* reduzido, tamanho dos cristais de gelo mais elevados e, principalmente, à maior firmeza instrumental;
- b) o aroma de manteiga e o sabor residual de manteiga, provavelmente, estão relacionados com o tipo de bactérias láticas utilizadas durante a fabricação de queijo. Essas bactérias, provavelmente, produziram compostos aromáticos no soro doce antes de este ser submetido ao processo de nanofiltração, transferindo esses compostos aromáticos para o sorvete:
 - a) o menor *overrun*, ou seja, a menor quantidade de ar incorporada, provavelmente, destacou a cor amarela, devido ao menor volume do sorvete;
 - b) provavelmente, o maior teor de lactose influenciou o aroma de baunilha. É importante lembrar que, além de influenciar o sabor, os açúcares também podem ser responsáveis pela fixação de compostos aromáticos.
 - c) com relação aos sorvetes com SLNGs-RSDN reduzido:
 - d) o aroma de leite e o sabor de leite podem estar relacionados com o aumento de leite em pó integral utilizado nas formulações;
 - e) a ausência de compostos aromáticos (aqueles presentes nos sorvetes com SLNGs-RSDN elevados), provavelmente, potencializou a percepção do sabor doce e de baunilha nesses sorvetes;
 - f) o maior *overrun*, provavelmente, reduziu a cor amarela e melhorou a percepção da cor creme, devido ao maior volume do sorvete. Além disso, o maior *overrun* também potencializou a percepção de textura gomosa e cremosa e, do mesmo modo, a aparência cremosa.

Portanto, embora sorvetes com níveis elevados de SLNGs-RSDN tenham apresentado, aparentemente, características distintas em relação aos sorvetes com níveis reduzidos, a aceitação do consumidor com relação ao produto não foi afetada.

4 CONCLUSÃO

A elevação dos sólidos lácteos não gordurosos proveniente do rententado de soro doce de nanofiltração resultou na redução dos teores de proteínas lácteas totais e cinzas e, na elevação dos teores de proteínas solúveis, nitrogênio não proteico e lactose.

Todas as misturas base apresentaram comportamento reológico pseudoplástico e a elevação dos sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração resultou na redução do índice de comportamento de fluxo e na elevação do índice de consistência das misturas bases.

O *overrun* reduziu quando os níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração foram superiores.

Quando os níveis de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração foram elevados, o valor de firmeza instrumental foi elevado.

A temperatura de derretimento foi influenciada pelos níveis superiores de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração, ou seja, a temperatura de derretimento reduziu quando os níveis foram elevados.

A elevação dos sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração não influenciou a resistência ao derretimento nos sorvetes.

O tamanho dos cristais de gelo foi elevado quando os sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração foram superiores; por outro lado, a recristalização dos cristais de gelo foi reduzida.

A aceitação sensorial, pelos consumidores, não foi influenciada pelos sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração.

Os sorvetes com níveis inferiores de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração foram caracterizados por aroma de leite, sabor doce, textura gomosa, textura cremosa, sabor de baunilha, sabor de leite, aparência cremosa e cor creme. Os sorvetes com níveis superiores de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do rententado de soro doce de nanofiltração foram caracterizados por textura firme, aroma de baunilha, aroma de manteiga, cor amarela e sabor residual de manteiga.

O sorvete com 50% de sólidos lácteos não gordurosos proveniente do retentado de soro de nanofiltração pode ser sugerida como a melhor formulação tanto do ponto de vista econômico, pelo fato de o retentado de soro doce proveniente de nanofiltração ser uma fonte de sólidos lácteos não gordurosos de baixo, quanto do ponto de vista tecnológico, por elevar a viscosidade da matriz não congelada, reduzindo problemas de recristalização.

REFERÊNCIAS

ADAPA, S. et al. Rheological properties of ice cream mix and ice creams containing fat and fat replacers. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 83, n. 10, p. 2224-2229, Oct. 2000.

AIME, D. B. et al. Textural analysis of fat reduced vanilla ice cream products. **Food Research International**, Ontario, v. 34, n. 2/3, p. 237-246, Mar./Apr. 2001.

ALVAREZ, V. B. et al. Physical properties of ice cream containing milk protein concentrates. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 88, n. 3, p. 862-871, Mar. 2005.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of the Official Analytical Chemists**. 18th ed. Gaithersburg, 2005. 1141 p.

BAER, R. J.; WOLKOW, M. D.; KASPERSON, K. M. Effect of emulsifiers on the body and texture of low fat ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 80, n. 12, p. 3123-3132, Dec. 1997.

BAHRAMPARVAR, M.; RAZAVI, S. M. A.; KHODAPARAST, M. H. H. Rheological characterization and sensory evaluation of a typical soft ice cream made with selected food hydrocolloids. **Food Science and Technology International**, London, v. 16, n. 1, p. 79-88, Feb. 2010.

BALDASSO, C.; BARROS, T. C.; TESSARO, I. C. Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration. **Desalination**, Amsterdam, v. 278, n. 1/3, p. 381-386, 2011.

BEMILLER, J. N.; WHISTLER, R. L. Carbohydrates. In: FENNEMA, O. R. (Ed.). **Food chemistry**. 3rd ed. New York: M. Dekker, 1996. p. 157-224.

BENICHO, A. et al. Formation and characterization of amphiphilic conjugates of whey protein isolate (WPI)/xanthan to improve surface activity. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 21, n. 3, p. 379-391, May 2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. **Instrução Normativa nº 68**, de 12 de dezembro de 2006. Oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos, para controle de leite e produtos lácteos. Brasília, 2006. Disponível em:

<http://www.cidasc.sc.gov.br/html/servico_animal/Inspecao%20Animal/ORIENTA%C7%D5ES%20SOBRE%20ROTULAGEM/LEITE%20E%20DERIVADOS/IN%2068_06_an%Elises%20oficiais%20leite%20e%20produtos%20l%20cteos.pdf>. Acesso em: 12 jun. 2012.

BRYANT, C. M.; MCCLEMENTS, D. J. Influence of xanthan gum on physical characteristics of heat-denatured whey protein solutions and gels. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 14, n. 4, p. 383-390, July 2000.

CHANG, Y.; HARTEL, R. W. Development of air cells in a batch ice cream freezer. **Journal of Food Engineering**, London, v. 55, n. 1, p. 71-78, Nov. 2002a.

_____. Stability of air cells in ice cream during hardening and storage. **Journal of Food Engineering**, London, v. 55, n. 1, p. 59-70, Nov. 2002b.

CHHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. **Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications**. 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2008. 518 p.

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**, Chicago, v. 9, n. 2, p. 213-222, Mar. 2010.

COSTA, F. F. et al. Effect of calcium chloride addition on ice cream structure e quality. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 91, n. 6, p. 2165-2174, June 2008.

CUARTAS-URIBE, B. et al. A study of the separation of lactose from whey ultrafiltration permeate using nanofiltration. **Desalination**, Amsterdam, v. 241, n. 1/3, p. 244-255, May 2009.

DAMODARAN, S. Inhibition of ice crystal growth in ice cream mix by gelatin hydrolysate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 55, n. 26, p. 10918-10923, Dec. 2007.

DOOLEY, L.; LEE, Y. S.; MEULLENET, J. F. The application of check-all-that-apply (CATA) consumer profiling to preference mapping of vanilla ice cream and its comparison to classical external preference mapping. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 21, n. 4, p. 394-401, June 2010.

DREWETT, E. M.; HARTEL, R. W. Ice crystallization in a scraped surface freezer. **Journal of Food Engineering**, London, v. 78, n. 3, p. 1060-1066, Feb. 2007.

DRUZIAN, J. I.; DOKI, C.; SCAMPARINI, A. R. P. Determinação simultânea de açúcares e polióis por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE-IR) em sorvetes de baixas calorias ("diet"/ "light"). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 2, p. 279-284, abr./jun. 2005.

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.

ERCELEBI, E. A.; IBANOĞLU, E. Influence of hydrocolloids on phase separation and emulsion properties of whey protein isolate. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 80, n. 2, p. 454-459, May 2007.

FITZSIMONS, S. M.; MULVIHILL, D. M.; MORRIS, E. R. Large enhancements in thermogelation of whey protein isolate by incorporation of very low concentrations of guar gum. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 22, n. 4, p. 576-586, June 2008.

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.

_____. 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.

FOUCQUIER, J. et al. Toward an integrated modeling of the dairy product transformations, a review of the existing mathematical models. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 27, n. 1, p. 1-13, Jan. 2012.

GARCIA, R. S.; MARSHALL, R. T.; HEYMANN, H. Low fat ice creams from freeze-concentrated versus heat-concentrated nonfat milk solids. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 78, n. 11, p. 2345-2351, Nov. 1995.

GOFF, H. D. Ice cream and desserts: ice cream and frozen desserts: manufacture. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Academic, 2011. v. 2, p. 899-904.

_____. Quality and safety of frozen dairy products. In: SUN, D. W. (Ed.). **Handbook of frozen food processing and packaging**. Boca Raton: CRC, 2006. p. 441-458.

GOFF, H. D. et al. The influence of polysaccharides on the glass transition in frozen sucrose solutions and ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 76, n. 5, p. 1268-1277, May 1993.

HAGIWARA, T.; HARTEL, R. W. Effect of sweetener, stabilizer, and storage temperature on ice recrystallization in ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 79, n. 5, p. 735-744, May 1996.

HARTEL, R. W. Ice crystallization during the manufacture of ice cream. **Trends in Food Science and Technology**, Cambridge, v. 7, p. 315-321, Oct. 1996.

HIDALGO, F. J.; ZAMORA, R. Fats: physical properties. In: HUI, Y. H. (Ed.). **Handbook of food science, technology and engineering**. Boca Raton: CRC, 2006. p. 1-27.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo, 2008. 1020 p.

KAPOOR, R.; METZGER, L. E. Process cheese: scientific and technological aspects: a review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, Chicago, v. 7, n. 2, p. 194-214, Mar. 2008.

KAYA, S.; TEKIN, A. R. The effect of salep content on the rheological characteristics of a typical ice-cream mix. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 47, n. 1, p. 59-62, Jan. 2001.

KEMP, S. E.; HOLLOWOOD, T.; HORT, J. **Sensory evaluation: practical handbook**. Oxford: Willey-Blackwell, 2009. 196 p.

KOEFERLI, C. R. S.; PICCINALI, P.; SIGRIST, S. The influence of fat, sugar and non-fat milk solids on selected taste, flavor and texture parameters of a vanilla ice-cream. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 7, n. 2, p. 69-79, Apr. 1996.

LEVENSTEIN, R.; HASSON, D.; SEMIAT, R. Utilization of the Donnan effect for improving electrolyte separation with nanofiltration membranes. **Journal of Membrane Science**, New York, v. 116, n. 1, p. 77-92, July 1996.

LIM, S. Y. et al. High hydrostatic pressure modification of whey protein concentrate for improve body and texture of low fat ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 91, n. 4, p. 1308-1316, Apr. 2008.

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

NGUYEN, M. H. et al. Use of membrane concentrated cottage cheese whey in ice-creams. **Australian Journal of Dairy Technology**, Werribee, v. 52, n. 2, p. 75-78, Oct. 1997.

OLIVEIRA, K. H.; SOUZA, J. A. R.; MONTEIRO, A. R. Caracterização reológica de sorvetes. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 3, p. 592-598, jul./set. 2008.

PAN, K. et al. A study of demineralization of whey by nanofiltration membrane. **Desalination**, Amsterdam, v. 267, n. 2/3, p. 217-221, Feb. 2011.

PATEL, M. R.; BAER, R. J.; ACHARYA, M. R. Increasing the protein content of ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 89, n. 5, p. 1400-1406, May 2006.

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, 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 and Technology**, Berlin, v. 232, n. 6, p. 1093-1102, May 2011.

PEREZ, A. A. et al. Milk whey proteins and xanthan gum interactions in solution and at the air-water interface: a rheokinetic study. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, Amsterdam, v. 81, n. 1, p. 50-57, Feb. 2010.

PUANGMANEE, S. et al. Application of whey protein isolate glycated with rare sugars to ice cream. **Food Science and Technology Research**, Wageningen, v. 14, n. 5, p. 457-466, Sept. 2008.

R DEVELOPMENT CORE TEAM. **R**: a language and environment for statistical computing. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, 2007. Software.

REGAND, A.; GOFF, H. D. Effect of biopolymers on structure and ice recrystallization in dynamically frozen ice cream model systems. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 85, n. 11, p. 2722-2732, Nov. 2002.

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

_____. Structure and ice recrystallization in frozen stabilized ice cream model systems. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 17, n. 1, p. 95-102, Feb. 2003.

RUGER, P. R.; BAER, R. J.; KASPERSON, K. M. Effect of double homogenization and whey protein concentrate on texture of ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 85, n. 7, p. 1684-1692, July 2002.

SAWYER, W. H.; COULTER, S. T.; JENNESS, R. Role of sulfhydryl groups in the interaction of κ -casein and β -lactoglobulin. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 46, n. 6, p. 564-565, June 1963.

SOFJAN, R. P.; HARTEL, R. W. Effects of overrun on structural and physical characteristics of ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v. 14, n. 3, p. 255-262, Mar. 2004.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory evaluation practices**. 3rd ed. London: Elsevier, 2004. 377 p.

SWORN, G. Xanthan gum. In: PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. (Ed.). **Handbook of hydrocolloids**. 2nd ed. Cambridge: Woodhead, 2009. p. 186-205.

WANG, Q.; WOOD, P. J. Carbohydrates: physical properties. In: HUI, Y. H. (Ed.). **Handbook of food science, technology and engineering**. Boca Raton: CRC, 2006. p. 1-18.

WANG, S. Y.; DAMODARAM, S. Ice-structuring peptides derived from bovine collagen. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 57, n. 12, p. 5501-5509, June 2009.

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.

ZAVAREZE, E. R.; MORAES, K. S.; SALAS-MELLADO, M. L. M. Qualidade tecnológica e sensorial de bolos elaborados com soro de leite. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 30, n. 1, p. 100-105, jan./mar. 2010.

CAPÍTULO 3

Efeitos da adição de uma mistura de estabilizante com emulsificante sobre a qualidade de sorvete elaborado com retentado de soro doce proveniente de nanofiltração

RESUMO

Diversos estudos têm sido realizados no intuito de minimizar alterações na microestrutura do sorvete durante o armazenamento e todo o processo logístico, até chegar ao consumo, sendo estabilizantes, emulsificantes e compostos proteicos os principais focos. A adição de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração ao sorvete mostrou-se promissora com as concentrações de estabilizante e emulsificante utilizadas. A presença de emulsificantes e estabilizantes em formulações é imprescindível para a formação e a estabilização da estrutura do sorvete. Embora com mecanismos de ação diferentes na formação e na estabilização da estrutura de sorvetes, algumas vezes, misturas de estabilizantes com emulsificantes são patenteadas. Nesse contexto, o trabalho foi realizado com o objetivo de avaliar os efeitos de diferentes níveis da mistura estabilizante emulsificante em sorvete elaborado com retentado de soro doce proveniente de nanofiltração. Para tal, foi utilizada uma formulação de sorvete com 10% de gordura láctea, 11% de sólidos não gordurosos do leite (50% proveniente do retentado de soro doce de nanofiltração), 12% de sacarose e 4% de xarope de milho. Foram elaboradas cinco formulações de misturas base de sorvete com diferentes níveis (0,1%, 0,2%, 0,225%, 0,3% e 0,4%) de uma mistura estabilizante/emulsificante (E/M). Todas as misturas base de sorvete apresentaram comportamento pseudoplástico, tendo a elevação dos níveis de mistura estabilizante/emulsificante (mistura E/M) resultado na redução do índice de comportamento de fluxo e elevação do índice de consistência. Quando os níveis de mistura E/M foram elevados nos sorvetes, os valores de firmeza instrumental e taxa de recristalização dos cristais de gelo foram reduzidos e os valores de *overrun* e tempo de derretimento inicial (primeira gota) foram elevados. Nos testes sensoriais, o sorvete que apresentou melhor aceitação e intenção de compra foi aquele com 0,2% de mistura E/M.

Palavras-chave: Sorvete. Retentado de soro doce proveniente de nanofiltração. Mistura estabilizante/emulsificante. Características físicas. Aceitação sensorial e intenção de compra do consumidor.

ABSTRACT

Several studies have been conducted in order to minimize changes in the microstructure of ice cream during storage and the whole of the logistics process till it reaches the consumer, stabilizers, emulsifiers and protein compounds being the main focuses. The addition of nonfat solids coming from nanofiltration sweet whey retentate proved promising with the concentrations of stabilizer and emulsifier used in the ice cream. The presence of stabilizers and emulsifiers in formulations is essential to both the formation and stabilization of the structure of ice cream. Although with different mechanisms of action in the formation and stabilization of ice cream, sometimes mixtures of stabilizers and emulsifiers are patented. In this context, the work was conducted with the purpose of evaluating the effects of different levels of the stabilizer / emulsifier mixture in ice cream made with sweet whey retentate coming from nanofiltration. To this end, an ice cream formulation containing 10% milk fat, 11% non-fat milk solids (50% coming from the nanofiltration sweet whey retentate), 12% sucrose, 4% corn syrup was used. Five formulations of base mixes of ice-cream were prepared with different levels (0.1; 0.2; 0.225; 0.3 and 0.4%) of a stabilizer / emulsifier mixture (S/E). All the base mixes of ice-cream showed pseudoplastic rheological behavior, the rise of the levels of the stabilizer / emulsifier blend (E / M mixture) having resulted into the reduction of the flow behavior index and elevation of the consistency index. When the levels of the E / M mixture were elevated in ice creams, the values of instrumental hardness and growth rate of ice crystals were reduced and the values of overrun and time of initial melting (first drop of melted ice cream) were elevated. In the sensory tests, the ice cream that presented the best consumer acceptance and purchase intention was that with 0.2% E / M mixture.

Keywords: Ice cream with nanofiltration sweet whey retentate. Stabilizer / emulsifier mixture. Physical characteristics. Sensory acceptance and consumer purchase intention.

1 INTRODUÇÃO

O sorvete, segundo Goff, Verespej e Smith (1999), é um coloide alimentício complexo, contendo glóbulos de gordura, células de ar e cristais de gelo dispersos em uma solução crioconcentrada de proteínas, sais, polissacarídeos e açúcares. A formação da microestrutura do sorvete, a estabilidade e a qualidade após o seu processamento e durante o armazenamento e o transporte, até ser consumido, dependem da formulação, dos tipos de ingredientes, das condições de processo e da temperatura de armazenamento e transporte.

Estudos têm sido realizados no intuito de minimizar alterações na microestrutura do sorvete, sendo os estabilizantes, os emulsificantes e os compostos proteicos os principais focos.

A adição de sólidos lácteos não gordurosos provenientes de retentado de soro doce da nanofiltração ao sorvete mostrou-se promissora com as concentrações de estabilizante e emulsificante utilizadas. A presença de estabilizantes e emulsificantes em formulações é imprescindível para a formação e a estabilização da estrutura do sorvete. Algumas vezes, emulsificantes são misturados com estabilizantes em misturas patenteadas para a aplicação em formulações de sorvetes.

O modo de ação do emulsificante está relacionado à sua atividade nas interfaces ar/solução aquosa e gordura/solução aquosa (HARTEL, 1996). Como mecanismo de ação, eles reduzem a tensão interfacial gordura/solução aquosa na mistura base de sorvete. A adsorção de moléculas surfactantes na superfície dos glóbulos de gordura leva ao deslocamento de proteínas da superfície que, por sua vez, reduz a estabilidade do glóbulo de gordura. A redução da estabilidade dos glóbulos de gordura facilita a coalescência parcial destes durante o processo de batimento e congelamento. Assim, a formação dessa estrutura agregada de

gordura no produto congelado contribuirá para propriedades de textura e derretimento (GOFF, 2006b, 2011b).

As interações entre polissacarídeos e proteínas podem ser prejudiciais ou benéficas para a qualidade do produto final, dependendo da sua natureza e das propriedades desejadas do produto final. Algumas vezes, essas interações estão relacionadas ao aumento da viscosidade em misturas bases de sorvete. Geralmente, o aumento da viscosidade na mistura base de sorvete resulta no aumento da viscosidade da matriz não congelada no sorvete. Esse aumento de viscosidade na matriz não congelada pode levar à maior estabilidade do sorvete durante o armazenamento e as flutuações de temperatura.

Estabilizantes têm propriedades reconhecidas por melhorar a estabilidade do sorvete, cujo mecanismo de ação está relacionado, principalmente, aos seus efeitos sobre os cristais de gelo e a matriz não congelada. Cada estabilizante tem suas próprias características, porém, frequentemente, apresenta efeitos sinérgicos. Assim, são utilizados com frequência em combinação de dois ou mais, para melhorar a sua eficácia geral. Por exemplo, de acordo com BeMiller e Whistler (1996) e Sworn (2009), a interação sinérgica da goma xantana com galactomananas, como a goma guar, resulta em aumento na viscosidade da solução.

Em função disso, o objetivo foi avaliar os efeitos de uma mistura elaborada com estabilizante e emulsificante em diferentes níveis de adição sobre as características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais em sorvete elaborado com retentado de soro lácteo doce nanofiltrado.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Ingredientes

Para o preparo das misturas base de sorvete foram utilizados os ingredientes descritos:

- a) creme de leite (74,00% de gordura, Laticínios Verde Campo, Lavras, Brasil);
- b) leite em pó integral (96,36% de sólidos, Cotochés, Itumbiara, Brasil);
- c) retentado de soro doce de nanofiltração (13,48% de sólidos, Laticínios Verde Campo, Lavras, Brasil), proveniente da fabricação de queijos prato, minas padrão, padrão curado e minas frescal;
- d) sacarose (Usina Caeté, Conceição das Alagoas, Brasil);
- e) xarope de milho (97,57% de sólidos, 38-40 DE, Corn Products International, São Paulo, Brasil);
- f) mistura E/M (1:1:1, goma guar, goma xantana e monoacilglicerol, Gemacom Tech, Juiz de Fora, Brasil);
- g) aroma artificial de baunilha (Dr. Oetker, São Paulo, Brasil).

O retentado de soro doce de nanofiltração, ao chegar à Planta Piloto do Laboratório de Laticínios, foi submetido ao processo de termização (63 °C, por 15 segundos). Esse processo foi necessário para evitar a acidificação do retentado durante as análises de composição química e física dos ingredientes e os cálculos das formulações.

2.2 Delineamento experimental

Foram elaboradas cinco formulações de sorvete, das quais 50% dos sólidos lácteos não gordurosos eram provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração, utilizando, como fator de estudo, os diferentes níveis (0,1%, 0,2%, 0,225%, 0,3% e 0,4%) de adição de mistura E/M.

O experimento foi realizado utilizando-se o delineamento inteiramente casualizado (DIC), com três repetições. O efeito dos diferentes níveis de mistura E/M foi avaliado sobre as características químicas, físicas, microestruturais e sensoriais dos sorvetes elaborados com retentado de soro doce nanofiltrado.

2.3 Etapas de produção dos sorvetes

A produção da mistura base de sorvete foi realizada no Instituto de Laticínios Cândido Tostes – EPAMIG, em Juiz de Fora, MG. Em seguida, a produção do sorvete foi completada na Planta Piloto do Laboratório de Laticínios do Departamento de Ciência dos Alimentos, na Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG.

As misturas bases de sorvete foram padronizadas com 10% de gordura láctea (proveniente de creme de leite, leite em pó integral e retentado de soro doce nanofiltrado), 11% de sólidos lácteos não gordurosos (provenientes do creme de leite, leite em pó integral e retentado de soro doce nanofiltrado), 12% de sacarose, 4% de xarope de milho, 0,2% de aroma artificial de baunilha e mistura E/M em diferentes níveis (0,1%, 0,2%, 0,225%, 0,3% e 0,4%). É importante ressaltar que 50% dos sólidos lácteos não gordurosos eram provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração.

A formulação utilizada para cada nível de mistura E/M na mistura base de sorvete é mostrada na Tabela 1.

Tabela 1 Formulação da mistura base de sorvete

Ingredientes (kg)	Níveis de mistura E/M ¹				
	0,10%	0,20%	0,225%	0,30%	0,40%
Sacarose	2,400	2,400	2,400	2,400	2,400
Xarope de milho	0,820	0,820	0,820	0,820	0,820
Mistura E/M ²	0,020	0,040	0,045	0,060	0,080
Aroma	0,040	0,040	0,040	0,040	0,040
Creme de leite	2,061	2,061	2,061	2,061	2,061
Leite em pó integral	1,536	1,536	1,536	1,536	1,536
Retentado de soro	8,607	8,607	8,607	8,607	8,607
Água	4,516	4,496	4,491	4,476	4,456
Total	20	20	20	20	20

¹ Níveis de mistura: 0,1% de mistura E/M, 0,2% de mistura E/M, 0,225% de mistura E/M, 0,3% de mistura E/M, 0,4% de mistura E/M

² Mistura estabilizante/emulsificante, na proporção 1:1:1 de goma guar, goma xantana e monoacilglicerol, respectivamente

Para a produção do sorvete, foi utilizada uma adaptação do método proposto por Clarke (2004) (Figura 1).

Para o preparo da mistura base, todos os ingredientes foram dispersos em água e retentado de soro doce de nanofiltração previamente aquecidos a 50 °C, sob agitação de 3.500 rpm, em um agitador industrial (Refrigas, Bauru, Brasil). A mistura E/M foi anteriormente adicionada à sacarose para facilitar a solubilização. A mistura base foi, então, pasteurizada a 72 °C/15 minutos e, em seguida, submetida à homogeneização, em um processo de dois estágios (Manton-Gaulin DJ4, Manton-Gaulin Manufacturing Company, Everett, USA), a 17,5 e a 3,5 MPa, para o primeiro e o segundo estágios, respectivamente. A mistura foi, então, resfriada a 10 °C e maturada fisicamente, a 4 °C, por 24 horas.

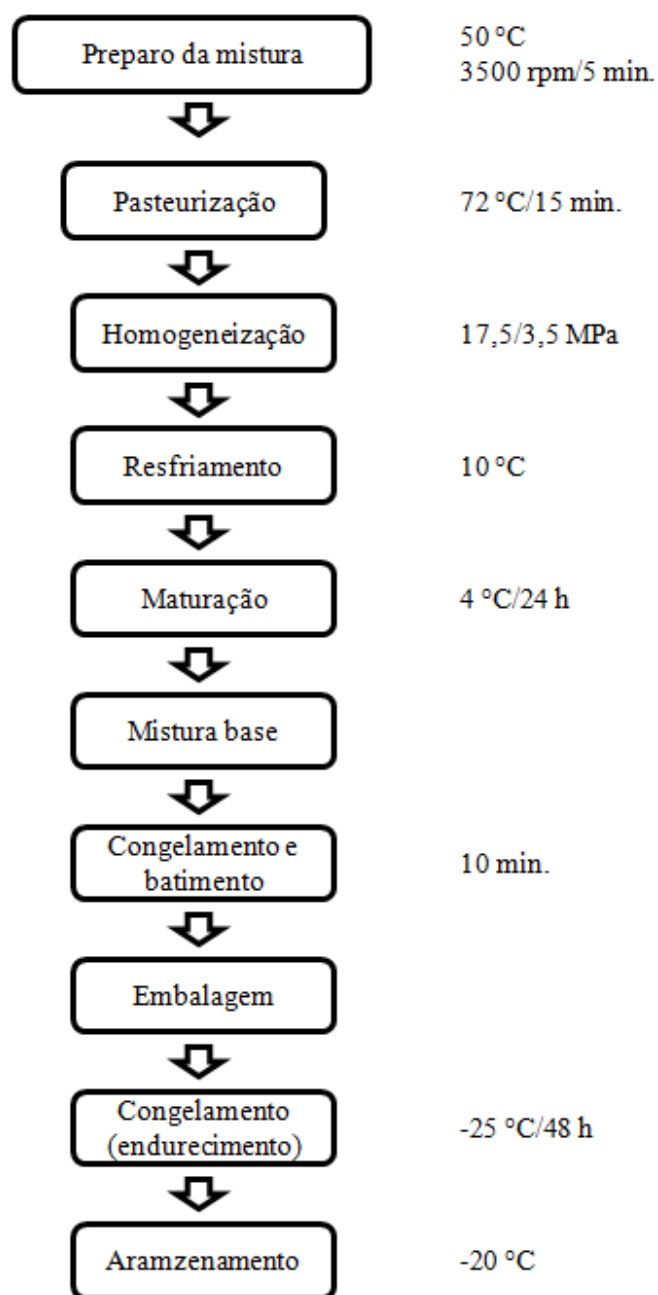


Figura 1 Fluxograma de fabricação de sorvete

Todas as formulações de mistura base foram submetidas às mesmas condições de congelamento, que ocorreu em uma produtora descontínua horizontal (Refrigás, Bauru, Brasil), com tempo de batimento total de 10 minutos. Posteriormente, o sorvete foi acondicionado em embalagens adequadas e imediatamente foi submetido ao congelamento com ar forçado, em uma câmara de congelamento a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, onde permaneceu por 48 horas, para completar a fase de endurecimento. Posteriormente, os sorvetes foram armazenados a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, aguardando a realização das análises.

2.4 Características físicas e químicas da mistura base

2.4.1 pH

Utilizou-se o método eletrométrico para a determinação do pH, com o auxílio de um pHmetro digital (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

2.4.2 Acidez

A determinação da acidez foi realizada pela titulação do teor de ácido láctico presente na amostra por uma solução alcalina na presença de indicador, com adaptação ao método de leite fluido para o retentado de soro (BRASIL, 2006).

2.4.3 Sólidos totais

Os sólidos totais foram determinados por meio do método gravimétrico. Utilizou-se banho-maria para a perda inicial de umidade e, em seguida, estufa a

100 °C, até peso constante, segundo técnica descrita pela Association of Official Analytical Chemists - AOAC (2005).

2.4.4 Gordura

A determinação da gordura foi realizada pelo método de extração de Rose-Gottlieb, segundo metodologia da AOAC (2005).

2.4.5 Compostos nitrogenados

Os compostos nitrogenados das amostras foram digeridos em meio ácido, na presença de calor e catalisadores. Em seguida, foram destilados em aparelho MicroKjedahl (AOAC, 2005) e titulados, por solução padrão de ácido clorídrico. Para a determinação de proteínas totais e solúveis, utilizou-se o fator 6,38.

O teor de nitrogênio solúvel foi considerado a fração solúvel em pH 4,6 e o teor de nitrogênio não proteico (NNP) foi considerado a fração solúvel em ácido tricloroacético.

2.4.6 Cinzas

A fração de cinzas ou resíduo mineral fixo foi determinada por meio gravimétrico, a 550 °C, em mufla (AOAC, 2005).

2.4.7 Lactose

O teor de lactose da mistura foi determinado por diferença, ou seja, a concentração de sólidos totais foi subtraída do somatório dos teores de gordura,

proteína total, cinzas e as concentrações de sacarose e xarope de milho utilizadas nas formulações das misturas base, conforme descrito por Patel, Baer e Acharya (2006).

2.5 Características físicas da mistura base e do sorvete

2.5.1 Comportamento reológico

O comportamento reológico foi analisado por meio de um viscosímetro rotacional de cilindros concêntricos Brookfield DVIII Ultra (Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA), com o auxílio de um sensor de cisalhamento coaxial SC4-25 (4,73 mm de diâmetro e 100,41 mm de comprimento; Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA). Um banho ultratermostato (Nova Ética, Vargem Grande Paulista, Brasil) foi acoplado ao viscosímetro para controlar a temperatura das amostras (5 °C), as quais foram analisadas após o período de maturação. As amostras foram submetidas a uma rampa crescente de taxa de deformação que variou linearmente de 2,2 a 50,6 s⁻¹, durante 6 minutos de ensaio, sendo tomados 12 pontos.

Com os valores da tensão de cisalhamento (τ) e taxa de deformação ($\dot{\gamma}$), foram calculados os parâmetros reológicos pelo modelo da Lei da Potência (Equação 1), utilizando-se o software Reocalc (versão V.3.1, Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA) para a captura dos dados.

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (1)$$

em que

τ = tensão de cisalhamento (Pa);

k = índice de consistência (Pa s);

γ = taxa de deformação (s^{-1});

n = índice de fluxo.

2.5.2 *Overrun*

O *overrun* foi calculado conforme o método descrito por Whelan et al. (2008). Os volumes iguais (50 mL) da mistura base e do sorvete foram pesados e o *overrun* foi determinado de acordo com a Equação 2:

$$\text{Overrun (\%)} = \frac{\text{peso da mistura base} - \text{peso do sorvete}}{\text{peso do sorvete}} \times 100 \quad (2)$$

2.5.3 Textura

Para a análise de textura, utilizou-se, como parâmetro, a firmeza, a qual foi mensurada em um texturômetro (TA-XT2i, Texture Tech. Corp., Scarsdale, USA), utilizando-se como acessório *Knife Edge* (HDP/BS0). 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 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 24 horas. Adotaram-se as seguintes condições de análise: distância de penetração de 60 mm; velocidade da probe durante a penetração de 2 mm s^{-1} , velocidade da probe antes da penetração de 2 mm s^{-1} e velocidade da probe após a penetração de 10 mm s^{-1} . Todos os dados obtidos foram analisados com o auxílio do software Exponent Lite Express (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).

2.5.4 Comportamento de derretimento

Antes da realização dos testes, as amostras foram transferidas para um congelador, a $-15\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 12 horas. As amostras de sorvete (51 g) foram removidas de seus respectivos potes e colocadas em uma peneira de aço (abertura de 0,3 cm x 0,3 cm) no topo de um funil, o qual foi anexado a uma proveta. Os testes foram realizados em uma sala com temperatura controlada ($20\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$). O peso do material que passou por meio da peneira foi anotado a cada 5 minutos, durante um intervalo de 60 minutos. Além disso, também foi observado o tempo da primeira gota de sorvete derretido. Posteriormente, por meio da adaptação ao método utilizado por Alvarez et al. (2005), Garcia, Marshall e Heymann (1995), Muse e Hartel (2004) e Puangmanee et al. (2008), obteve-se a taxa de derretimento. O peso do material (g) derretido foi plotado graficamente em função do tempo (min), apresentando comportamento sigmoidal, tendo a inclinação linear do evento de derretimento principal (região com taxa de derretimento máxima) sido obtida como a taxa de derretimento.

2.6 Características microestruturais do sorvete

2.6.1 Tamanho dos cristais de gelo

Para mensurar o tamanho médio dos cristais de gelo, amostras de sorvete, a $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$, foram transferidas para outro congelador, a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Então, cubos com aproximadamente 1 cm^3 foram obtidos do núcleo do sorvete, com o auxílio de uma faca afiada. Uma fatia fina deste cubo ($\sim 1\text{ mm}$) foi retirada com uma lâmina fina de aço inoxidável afiada e colocada sobre uma gota de álcool isoamílico, em uma lâmina de vidro para microscopia. As lâminas foram cobertas com lamínulas, introduzidas em um recipiente contendo nitrogênio

líquido e, em seguida, foram imediatamente encaminhadas ao *cold stage* (Physitemp TS-4 controller, Physitemp Instruments Inc., Clifton, USA), a $-17\text{ }^{\circ}\text{C}$ (COSTA et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; REGAND; GOFF, 2006). Todos os utensílios e reagentes utilizados na preparação da amostra foram pré-resfriados, a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. As imagens dos cristais de gelo foram capturadas utilizando-se 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). Diferentes campos em cada lâmina foram fotomicrografados para a obtenção de 300 cristais de gelo por repetição, com um total de 900 cristais por amostra. Os tamanhos dos cristais de gelo foram analisados por meio do software de análise de imagens Sigma Scan Pro 5.0 (Systat Software Inc., San Jose, USA). Os diâmetros dos cristais de gelo foram distribuídos em uma curva de frequência para obter a mediana (X_{50}), conforme modelo apresentado por Flores e Goff (1999).

2.6.2 Recristalização

Para simular a recristalização, cinco embalagens de cada amostra de sorvete foram transferidas do armazenamento ($-25\text{ }^{\circ}\text{C}$) para um congelador a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ e cada amostra foi submetida a um ciclo programado de aquecimento e resfriamento. Durante este ciclo, o congelador foi mantido a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 12 horas, aquecido a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 12 horas, resfriado a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 12 horas e novamente aquecido a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$, por 12 horas. Este ciclo de resfriamento/aquecimento durou 48 horas e foi repetido sete vezes, em todas as amostras (COSTA et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; REGAND; GOFF, 2006).

A captura e a análise das imagens foram realizadas de forma similar à avaliação do tamanho dos cristais de gelo. A taxa de crescimento dos cristais de

gelo foi calculada conforme Regand e Goff (2002), a qual está representada na Equação 3:

$$\text{Taxa de crescimento (\%)} = \frac{(N_{50} \text{ após o ciclo} - N_{50} \text{ antes do ciclo})}{N_{50} \text{ antes do ciclo}} \times 100 \quad (3)$$

em que X_{50} equivale ao diâmetro circular mediano dos cristais de gelo.

2.7 Análise sensorial

Após uma semana de armazenamento (-25 °C), foi realizada a análise sensorial das amostras. Para tal, foi utilizado o teste de aceitação e intenção do consumidor em uma única sessão, com 105 consumidores.

Para a realização dos testes sensoriais, as amostras foram mantidas a -15 °C, por 24 horas, antes do início dos testes. As amostras (0,1%, 0,2%, 0,225%, 0,3% e 0,4% de mistura E/M) foram apresentadas em um recipiente de plástico branco (50 mm de diâmetro) codificado com um número aleatório de três dígitos. Cada amostra continha aproximadamente 30 g à temperatura entre -8 e -10 °C (KEMP; HOLLOWOOD; HORT, 2009; STONE; SIDEL, 2004). A temperatura foi estritamente monitorada para manter a consistência.

Para o teste de aceitação e intenção de compra dos consumidores foi utilizada a ficha de avaliação apresentada na Figura 2.

As amostras foram apresentadas de forma balanceada, monódica e em sessão única. Os provadores avaliaram a aceitação das amostras em relação aos atributos (aparência, aroma, sabor, textura e impressão global) e, simultaneamente, sua intenção (intenção de compra) em relação ao produto.

Avaliação Sensorial de Sorvete de Baunilha

Nome: _____ Data: _____ Sexo: () Feminino () Masculino

Faixa etária: () 15 a 30 anos; () 31 a 45 anos; () 45 a 60 anos; () mais que 60 anos

Por favor, avalie segundo a escala abaixo e indique o quanto você gostou ou desgostou do sorvete em relação aos atributos **aparência, aroma, sabor, textura e impressão global**. Lave a boca antes de provar cada amostra.

- 9 – Gostei extremamente
8 – Gostei muito
7 – Gostei moderadamente
6 – Gostei ligeiramente
5 – Nem gostei/nem desgostei
4 – Desgostei ligeiramente
3 – Desgostei moderadamente
2 – Desgostei muito
1 – Desgostei extremamente

N° amostra	Aparência	Aroma	Sabor	Textura	Impressão global

Comentários: _____

Agora avalie, de acordo com a escala abaixo, a intenção de compra dos sorvetes.

- 5 – Certamente compraria
4 – Provavelmente compraria
3 – Tenho dúvidas se compraria
2 – Provavelmente não compraria
1 – Certamente não compraria

N° amostra	Intenção de compra

Comentários: _____

Figura 2 Ficha de avaliação sensorial das amostras de sorvete

2.8 Análise estatística

Os dados experimentais obtidos foram submetidos à análise de variância (ANAVA) para avaliar se houve diferença significativa em relação aos diferentes níveis da mistura E/M na mistura base e no sorvete com retentado de soro de nanofiltração.

Para as variáveis em que houve diferença significativa na análise de variância, foi realizada análise de regressão para avaliar o efeito dos diferentes níveis da mistura E/M sobre essas variáveis. Na análise de regressão foram testados diversos modelos, sendo o critério de seleção baseado na significância dos coeficientes de regressão e coeficiente de determinação R^2 . Os dados foram analisados com o software R (R DEVELOPMENT CORE TEAM, 2007).

Para as variáveis em que não houve diferença significativa na ANOVA, foram apresentados médias, desvio padrão ou gráfico de frequência.

Para a variável tamanho de cristais de gelo, além das análises acima, foi realizada também análise de frequência dos dados de tamanho de cristais de gelo, antes e após os ciclos de variação de temperatura.

Os dados foram analisados com o *software* R (R DEVELOPMENT CORE TEAM, 2007).

Os dados de aceitação em relação a aparência, aroma, sabor, textura, impressão global e intenção de compra foram analisados em conjunto pelo método PARAFAC (do inglês *parallel factor analysis*), de acordo com Nunes, Pinheiro e Bastos (2011), utilizando-se o *software* Matlab (The Math Works Inc., Natick, MA).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Características físicas e químicas da mistura base

As médias referentes a pH, acidez, sólidos totais, gordura, proteínas totais, proteínas solúveis, NNP e cinzas são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 Características físicas e químicas da mistura base de sorvete

Características físicas e químicas ¹	Mistura E /M ²				
	0,100%	0,200%	0,225%	0,300%	0,400%
pH	6,46	6,44	6,44	6,43	6,45
Acidez	0,22	0,22	0,22	0,22	0,22
Sólidos totais	37,01	36,94	36,90	36,85	36,90
Gordura	10,12	10,13	10,08	10,06	10,05
Proteínas totais	4,13	4,11	4,18	4,20	4,15
Proteínas solúveis	1,94	2,00	2,03	1,99	2,02
NNP	0,17	0,15	0,15	0,17	0,17
Cinzas	0,86	0,86	0,85	0,87	0,88
Lactose	5,91	5,84	5,79	5,72	5,81

¹ Todas as unidades estão em percentual (m/m), exceto as leituras de pH

² Diferentes níveis da mistura E/M nas misturas base de sorvete: 0,1% de mistura E/M, 0,2% de mistura E/M, 0,225% de mistura E/M, 0,3% de mistura E/M, 0,4% de mistura E/M

Não houve diferença ($p > 0,05$) entre as características da composição física, química e físico-química das misturas base de sorvete. As diferentes concentrações da mistura E/M não influenciaram os parâmetros de composição devido à sua faixa relativamente pequena entre os níveis de adição da mistura E/M.

3.2 Características físicas da mistura base e do sorvete

3.2.1 Comportamento reológico

Os diferentes níveis de concentração da mistura E/M influenciou o comportamento reológico das misturas bases de sorvete. No Gráfico 1 está representada a relação da tensão de cisalhamento e a taxa de deformação nos diferentes níveis da mistura E/M, conhecida como curva de fluxo ou cisalhamento (HIDALGO; ZAMORA, 2006).

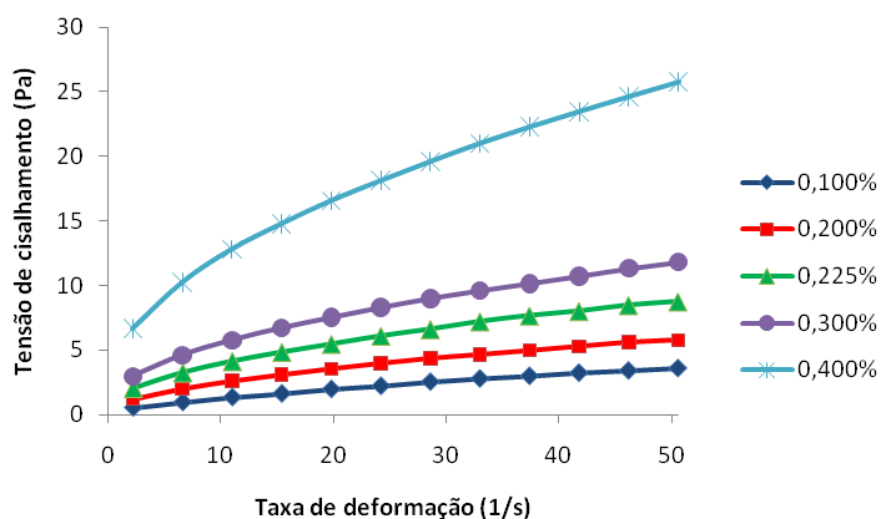


Gráfico 1 Relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação das misturas base de sorvete elaboradas com retentado de soro doce nanofiltrado a 5 °C

* Níveis de mistura E/M: 0,1% de mistura E/M, 0,2% de mistura E/M, 0,225% de mistura E/M, 0,3% de mistura E/M, 0,4% de mistura E/M

Observa-se uma relação de não linearidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Essa relação é um comportamento típico de um fluido não-newtoniano pseudoplástico, de acordo com Chhabra e Richardson (2008) e Clarke (2004).

No Gráfico 2 está apresentada a relação entre a viscosidade e a taxa de deformação nas misturas base de sorvete.

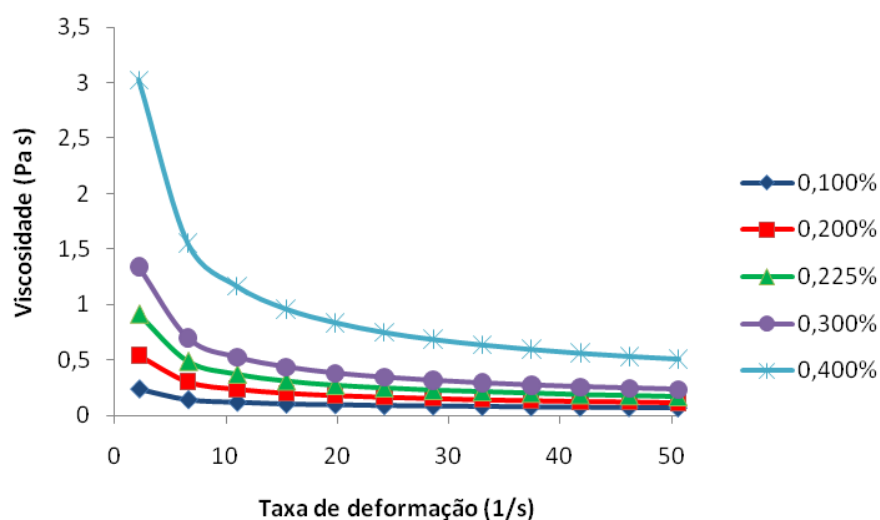


Gráfico 2 Relação entre a viscosidade e a taxa de deformação das misturas base de sorvete elaboradas com retentado de soro doce nanofiltrado, a 5 °C

* Níveis de mistura E/M: 0,1% de mistura E/M, 0,2% de mistura E/M, 0,225% de mistura E/M, 0,3% de mistura E/M, 0,4% de mistura E/M

Por meio dessa relação (Gráfico 2) é possível confirmar o comportamento pseudoplástico das misturas base de sorvete, em que a viscosidade aparente diminui quando a taxa de deformação aumenta. De acordo com Bahramparvar, Razavi e Khodaparast (2010) e Wang e Wood (2006), o comportamento pseudoplástico é resultado da orientação progressiva das moléculas constituintes com o cisalhamento crescente no sistema testado.

Geralmente, tanto soluções diluídas de polissacarídeos rígidos quanto misturas base de sorvete contendo gomas naturais exibem um comportamento de fluxo não-newtoniano, como o apresentado no presente trabalho (BAHRAMPARVAR; RAZAVI; KHODAPARAST, 2010; WANG; WOOD, 2006).

De acordo com Bahramparvar, Razavi e Khodaparast (2010), existem vários modelos para descrever a reologia de fluidos não-newtonianos e o modelo da Lei da Potência, provavelmente, é o mais utilizado para descrever líquidos não-newtonianos. Além disso, de acordo com Oliveira, Souza e Monteiro (2008) e Pereira (2010), o modelo da Lei da Potência é o mais utilizado para misturas base de sorvete, por apresentar resultados com relação aos parâmetros reológicos. Do mesmo modo, o modelo da Lei de Potência foi utilizado devido ao fato de seus dois parâmetros, índice de comportamento de fluxo (n) e índice de consistência (K), terem apresentado boa representação dos dados, para todos os intervalos das taxas de deformação nesse trabalho.

Os parâmetros de índice de consistência e índice de comportamento de fluxo para o modelo da Lei da Potência relacionando as misturas base de sorvete são apresentados nos Gráficos 3 e 4, respectivamente.

Houve diferença nos índices de consistência ($p < 0,05$) e nos índices de comportamento de fluxo ($p < 0,05$) das misturas bases de sorvete. O índice de consistência fornece uma indicação das propriedades de escoamento da mistura e o índice de comportamento de fluxo significa a proximidade de a mistura ser um fluido newtoniano (BAHRAMPARVAR; RAZAVI; KHODAPARAST, 2010; MUSE; HARTEL, 2004). Observa-se, com a elevação dos níveis de mistura E/M, que ocorreu elevação do índice de consistência e redução do índice de comportamento de fluxo. Esse comportamento indica a elevação da viscosidade quando os níveis de mistura E/M foram elevados nas misturas base de sorvete (LIM et al., 2008).

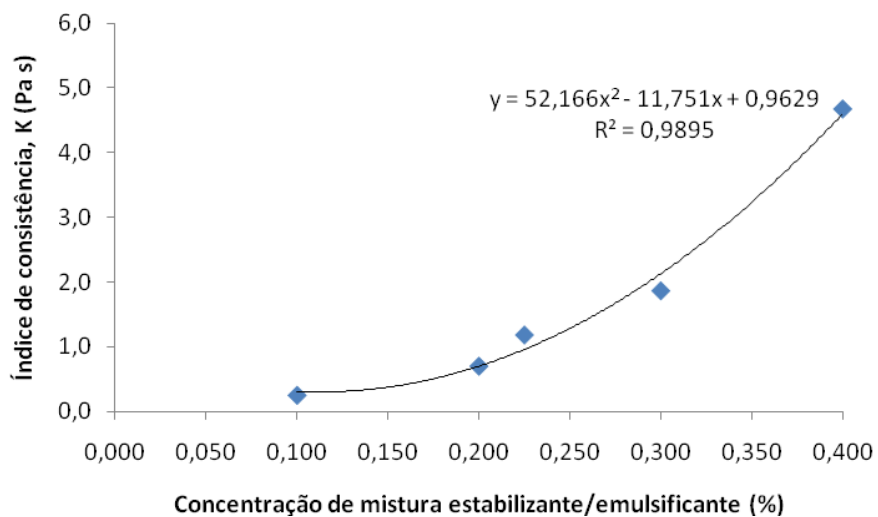


Gráfico 3 Equação de regressão e coeficiente de determinação do índice de consistência para os diferentes níveis da mistura E/M nas misturas bases de sorvete

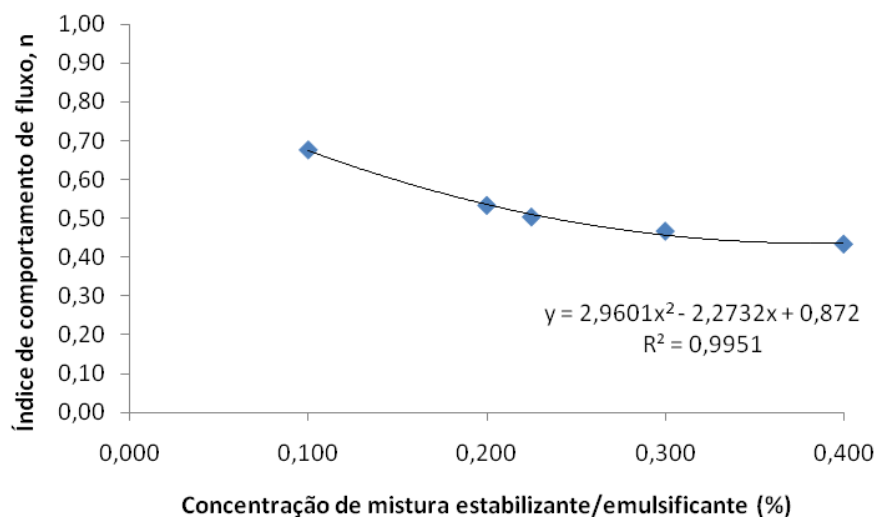


Gráfico 4 Equação de regressão e coeficiente de determinação do índice de comportamento de fluxo para os diferentes níveis da mistura E/M nas misturas bases de sorvete

A elevação da viscosidade com maiores níveis de mistura E/M foi influenciada, principalmente, pela elevação das concentrações de polímeros de elevado peso molecular (gomas guar e xantana) presentes na mistura E/M. Embora, com a elevação dos níveis da mistura E/M, os níveis de emulsificante também tenham se elevado, esse, provavelmente, pouco ou nada influenciou a viscosidade das misturas base de sorvete.

Segundo observações realizadas por Chang e Hartel (2002a), concentrações de emulsificantes não tiveram nenhum efeito sobre a viscosidade aparente durante o congelamento dinâmico descontínuo. No entanto, estabilizantes têm propriedades reconhecidas pelo aumento de viscosidade em soluções. Segundo Hagiwara e Hartel (1996), estabilizantes afetam a viscosidade da fase contínua e outras propriedades reológicas de misturas base de sorvete.

Além da elevação das concentrações de gomas guar e xantana, a viscosidade das misturas base também pode ter sido influenciada pelo aumento da interação dos polímeros em si e pelas interações entre os polímeros presentes (gomas guar e xantana) e as proteínas do soro, quando os níveis da mistura E/M foram elevados.

Quando goma guar foi adicionada em baixas concentrações (~0,05-0,10% em peso) em soluções com isolado proteico de soro (WPI), Fitzsimons, Mulvihill e Morris (2008) concluíram que as interações segregativas, entre goma guar e WPI nas misturas monofásicas promovem agregação de proteínas do soro desnaturadas e o aumento da agregação de moléculas de proteínas desnaturadas aumenta a resistência do gel do WPI. Em concentrações mais elevadas, provocam a agregação excessiva (precipitação incipiente), resultando em perda da força do gel.

De acordo com Bryant e McClements (2000), devido às interações benéficas entre as proteínas do soro e goma xantana, é possível formular alimentos que exibem grande variedade de diferentes características de textura e

aparência. Segundo os autores, em baixas concentrações, a goma xantana, adicionada a uma solução de WPI desnaturado pelo calor, pode causar um aumento apreciável na sua opacidade, na taxa de gelificação e na rigidez final. Os autores postulam que o mecanismo físico responsável por este efeito é a incompatibilidade termodinâmica da goma xantana e o WPI desnaturado pelo calor, o que leva à separação de fases e à formação de uma emulsão água em água.

Benichou et al. (2007) detectaram um sinergismo nas propriedades de superfície de misturas WPI/goma xantana. Os autores concluíram que conjugados WPI-goma xantana exibem um efeito significativo sobre a redução da tensão superficial da água nas razões WPI/polissacarídeo entre 8 e 20, sendo esses indicados como sendo potencialmente adequados para aumentar a hidrofobicidade da superfície da proteína, a fim de melhorar o seu poder emulsificante.

Portanto, de acordo com os resultados apresentados no presente trabalho, as influências principais da elevação na viscosidade das misturas bases com níveis da mistura E/M elevados foram a elevação das concentrações dos estabilizantes (gomas guar e xantana) e o aumento das interações entre os biopolímeros κ -caseína/ β -lactoglobulina/gomas guar-xantana.

3.2.2 Overrun

A geração de espuma pode ser considerada um processo dinâmico entre as forças de dispersão e coalescência. O ar incorporado em uma fase fluida é instável e sujeito à distorção adicional devido às forças de cisalhamento no misturador. A distribuição do tamanho da célula de ar de uma espuma em um misturador do tipo rotor é influenciada por vários parâmetros, incluindo a

velocidade do rotor, o tempo de residência, a proporção gás-líquido e a viscosidade da fase líquida (CHANG; HARTEL, 2002a).

Os resultados de *overrun* referentes aos diferentes níveis de mistura E/M estão apresentados no Gráfico 5.

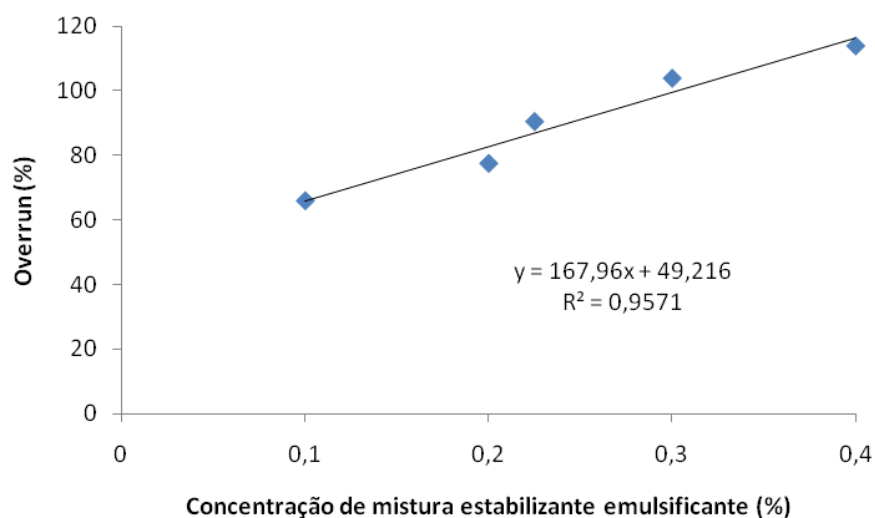


Gráfico 5 *Overrun* do sorvete com diferentes níveis de mistura E/M

Os valores do *overrun* foram diferentes ($p < 0,05$) entre os sorvetes. Os *overruns* foram elevados em função da maior incorporação de mistura E/M, principalmente devido ao aumento de viscosidade da matriz não congelada e às condições de processo.

Existem inúmeros fatores que influenciam o desenvolvimento de células de ar no sorvete. No congelamento, forças de cisalhamento durante a mistura “quebram” células maiores em menores, devido à elevada tensão de cisalhamento local. Esta tensão de cisalhamento é governada pelo impulsor de mistura e viscosidade da suspensão de sorvete (SOFJAN; HARTEL, 2004).

Chang e Hartel (2002a), ao adicionarem estabilizantes em mistura base de sorvete, correlacionaram o aumento da viscosidade a redução no tamanho das células de ar durante o congelamento em congeladores descontínuo. Fatores de formulação, como teor de gordura e concentração e tipo de emulsificante, não tiveram nenhum efeito sobre o tamanho das células de ar, embora os níveis de desestabilização de gordura tenham sido diferentes.

A elevação dos níveis de mistura E/M aumentou a viscosidade das misturas base de sorvete. Além disso, a elevação dos níveis da mistura E/M também elevou a viscosidade da fase de matriz não congelada (crioconcentrada) durante o congelamento dinâmico, quando a temperatura do sistema diminuiu.

Este aumento na viscosidade possibilitou maior incorporação de ar nos sorvetes. Além do maior *overrun*, o aumento na viscosidade da matriz também leva ao maior nível de microdispersão e estabilização das células de ar (CHANG; HARTEL, 2002b; EISNER; WILDMOSER; WINDHAB, 2005; PEREIRA et al., 2011).

Porém, no presente trabalho, todas as misturas base de sorvete foram submetidas ao mesmo tempo de batimento e congelamento (10 minutos). Conseqüentemente, as amostras com níveis mais elevados da mistura E/M tenderam a reter o ar mais rápido, enquanto aquelas com níveis menores ainda estavam incorporando ar.

Misturas base, quando submetidas às forças cisalhantes, incorporam ar e, se as forças cisalhantes continuam a agir, o sistema atinge um pico máximo de incorporação e começa a entrar em colapso, reduzindo a quantidade de ar incorporado (ADAPA et al., 2000b). De acordo com Chang e Hartel (2002a), no congelamento em congelador de superfície raspada descontínuo, o *overrun* aumenta até um ponto máximo e depois diminui, durante os últimos estágios de congelamento, ao longo do batimento. Segundo Baer, Wolkow e Kasperson (1997), em geral, à medida que aumenta a viscosidade, a resistência ao

derretimento e a suavidade do corpo aumentam, mas a taxa de batimento diminui. Pereira et al. (2011) também observaram ponto de *overrun* máximo ao substituir parcialmente o leite em pó desnatado por extrato hidrossolúvel de soja em formulações de sorvete com o mesmo tempo de batimento e congelamento. Portanto, como resultado das mesmas condições de processamento dos sorvetes e aumento da viscosidade das misturas base de sorvete no presente trabalho, quando os níveis da mistura E/M foram elevados, o *overrun* foi elevado.

Assim, segundo Chang e Hartel (2002a), a formação das bolhas de ar é governada principalmente pelas propriedades reológicas e pelas forças cisalhantes no processo.

3.2.3 Textura

Os dados referentes ao comportamento de cada mistura base durante as análises texturométricas são apresentados no Gráfico 6, na qual o pico máximo da força de compressão foi determinado como os valores da firmeza instrumental apresentados no Gráfico 7.

De acordo com Kaya e Tekin (2001) e Muse e Hartel (2004), a textura do sorvete pode ser influenciada por diversos fatores, como, por exemplo, estado de agregação dos glóbulos de gordura, *overrun*, tamanho das células de ar, propriedades reológicas da mistura base e tamanho e estado de agregação dos cristais de gelo.

Os valores da firmeza instrumental foram diferentes ($p < 0,05$) entre os sorvetes. Em níveis de mistura E/M mais elevados, a firmeza foi proporcionalmente menor. O *overrun* (Gráfico 5), cujos valores têm relação inversa com a firmeza, foi o principal fator que influenciou a textura (GOFF et al., 1995; MUSE; HARTEL, 2004; SOFJAN; HARTEL, 2004), e, além disso, provavelmente, o índice de comportamento de fluxo (Gráfico 4), o qual fornece

uma indicação de quão próximo uma mistura base de sorvete é um fluido newtoniano, também influenciou a firmeza dos sorvetes. O índice de comportamento de fluxo está relacionado diretamente com a viscosidade aparente, segundo observações de Muse e Hartel (2004). Como o índice foi reduzido, a viscosidade aparente aumentou e a firmeza reduziu.

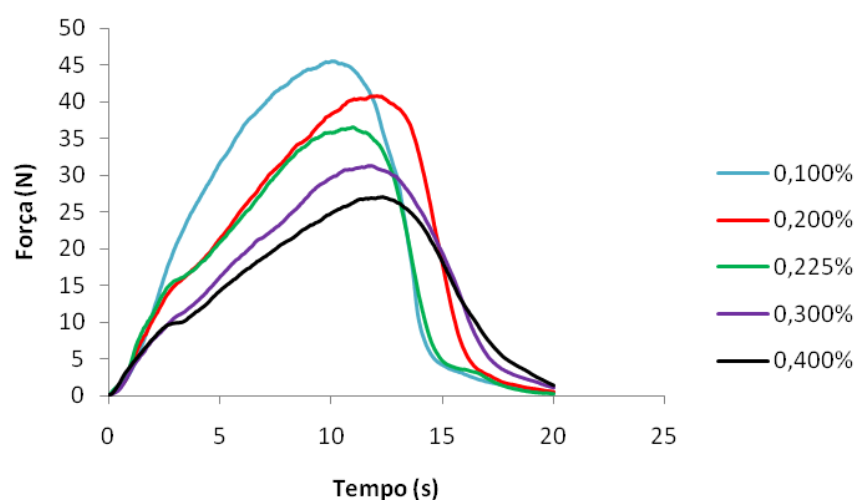


Gráfico 6 Curvas obtidas para textura instrumental dos sorvetes
Níveis: 0,1% de mistura E/M, 0,2% de mistura E/M, 0,225% de mistura E/M, 0,3% de mistura E/M, 0,4% de mistura E/M

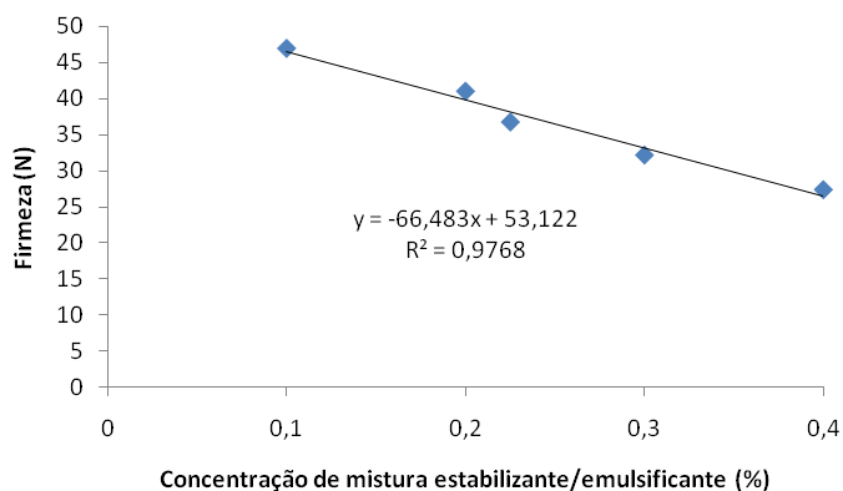


Gráfico 7 Textura instrumental do sorvete, medida como firmeza

Embora a firmeza também esteja relacionada ao tamanho dos cristais de gelo, no presente trabalho, a firmeza não foi influenciada pelo tamanho dos cristais (ver seção 3.3.1).

3.2.4 Comportamento de derretimento

O derretimento de sorvetes pode ser influenciado por diversos fatores, entre eles teor de proteínas (BEST, 1991 citado por KOEFERLI; PICCINALI; SIGRIST, 1996), desestabilização da gordura, *overrun*, natureza dos cristais de gelo e coeficiente de consistência (SOFJAN; HARTEL, 2004). No Gráfico 8 estão apresentados os comportamentos de derretimento dos sorvetes com diferentes níveis da mistura E/M.

Não houve diferença ($p > 0,05$) entre taxas de derretimento dos sorvetes, tendo essas variado de 1,28 a 1,23 g min⁻¹ de sorvete derretido, para os sorvetes com 0,1% e 0,4 % da mistura E/M, respectivamente. Os tempos necessários para a primeira gota de sorvete derretido ocorrer foram diferentes ($p < 0,05$), porém,

não foi possível ajustar nenhum dos modelos de regressão aos dados. Estes variaram de 16,45 a 23,26 minutos, para os sorvetes com 0,225% e 0,4% da mistura E/M, respectivamente.

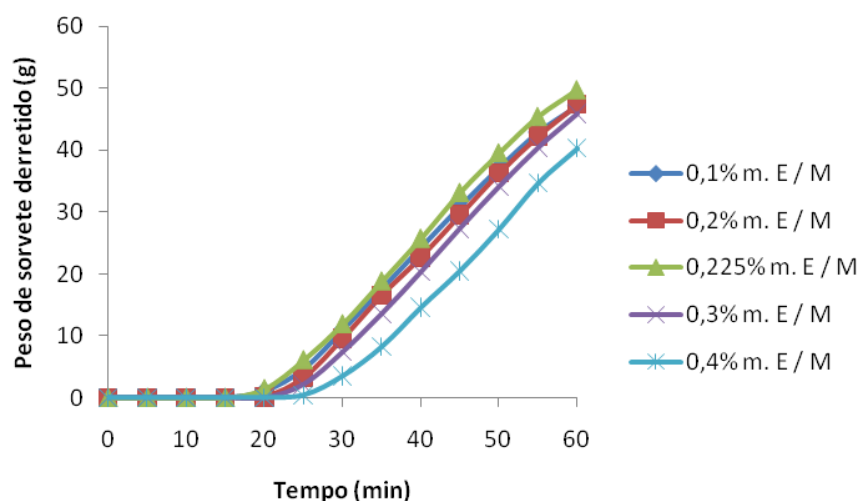


Gráfico 8 Comportamento dos sorvetes durante o derretimento

A maior resistência do derretimento inicial em função de níveis superiores da mistura E/M está relacionada aos valores elevados de *overrun* e viscosidade da matriz e, possivelmente, de desestabilização da gordura.

A quantidade de ar incorporada e sua distribuição contribuem para as propriedades de derretimento dos sorvetes (FRANK; PEI; SCHMIDT, 2010). Sofjan e Hartel (2004) relataram que o *overrun* elevado levou a sorvetes ligeiramente mais macios (menor firmeza) e ligeiramente mais resistentes ao derretimento (taxa de derretimento menor). Quando o sorvete derrete, ocorre a transferência de calor do ar quente que envolve o produto para derreter os cristais de gelo. Inicialmente, o gelo derrete no exterior do sorvete e há um efeito de resfriamento do local. A água proveniente do gelo derretido deve difundir-se na fase viscosa da matriz não congelada e, então, essa solução diluída flui,

devido à gravidade por meio dos elementos estruturais (glóbulos desestabilizadas gordura, células de ar e cristais de gelo restantes) gotejando. Durante o derretimento, o fluxo dessa solução diluída é, inicialmente, no exterior do sorvete. Quando ocorre penetração de calor suficiente, inicia também o derretimento dos cristais de gelo no interior do sorvete. A taxa de derretimento menor em sorvetes com maior *overrun* é atribuída não apenas à taxa reduzida de transferência de calor devido ao maior volume de ar, mas também devido ao caminho mais tortuoso por meio do qual o fluido derretido deve fluir (MUSE; HARTEL, 2004).

Para uma primeira aproximação, segundo Muse e Hartel (2004), a viscosidade da mistura base pode ser tomada como uma medida da viscosidade da matriz não congelada (fase crioconcentrada) no sorvete. Quando os cristais de gelo derretem, a água deve difundir-se nesta fase não congelada. Os mesmos autores observaram que sorvetes com coeficiente de consistência elevado tiveram maior resistência ao fluxo de derretimento. Em geral, segundo Baer, Wolkow e Kasperson (1997), à medida que aumentam a viscosidade e a resistência ao derretimento e a suavidade do corpo aumenta.

Embora não tenha sido mensurada a desestabilização da gordura no presente trabalho, provavelmente, em níveis superiores da mistura E/M ocorreu maior desestabilização devido à elevação da concentração do emulsificante nas misturas base (CHANG; HARTEL, 2002a). A maior agregação de gordura em sorvetes está correlacionada com a resistência do derretimento (MUSE; HARTEL, 2004; SEGALL; GOFF, 2002; SMET et al., 2010), portanto, também pode ter influenciado a resistência do derretimento inicial dos sorvetes no presente trabalho.

3.3 Características microestruturais do sorvete

3.3.1 Tamanho dos cristais de gelo e recristalização

Quanto menor o tamanho de cristal de gelo, melhor será a qualidade do sorvete. A textura final do sorvete é altamente afetada pelo tamanho dos cristais formados durante o processo de congelamento. Cristais de gelo grande causam textura áspera, granulosa e fria em sorvetes (ADAPA et al., 2000a).

Os estabilizantes são conhecidos por não afetar diretamente a formação dos cristais (BOLLIGER et al., 2000; COOK; HARTEL, 2010; GOFF, 1997), eles não alteraram nem a termodinâmica da mistura base de sorvete e nem a cinética de nucleação do gelo (COOK; HARTEL, 2010); por outro lado, no congelador de superfície raspada, segundo Cook e Hartel (2010), emulsificantes têm demonstrado diminuir o tamanho médio dos cristais de gelo. Geralmente, segundo Flores e Goff (1999), *overruns* elevados reduzem o tamanho dos cristais de gelo. Porém, no presente trabalho, a elevação da mistura E/M não influenciou o tamanho dos cristais de gelo e não houve diferença ($p > 0,05$) entre o tamanho dos cristais de gelo nos sorvetes, mesmo com valores elevados do *overrun*.

O ciclo de variação de temperatura utilizado para simular essas flutuações de temperatura nas amostras de sorvetes resulta na elevação de tamanho dos cristais de gelo (COSTA et al., 2008; PEREIRA et al., 2011; REGAND; GOFF, 2006). As flutuações de temperatura às quais os sorvetes são submetidos causam aumento de tamanho dos cristais de gelo, afetando diretamente a qualidade do produto. Os dados referentes ao tamanho dos cristais após o ciclo de variação de temperatura nos sorvetes com diferentes níveis da mistura E/M são apresentados no Gráfico 9.

Após serem submetidos ao ciclo de variação de temperatura, os sorvetes apresentaram tamanho de cristais de gelo diferentes ($p < 0,05$). Quando os níveis da mistura E/M foram elevados, o tamanho dos cristais foi reduzido.

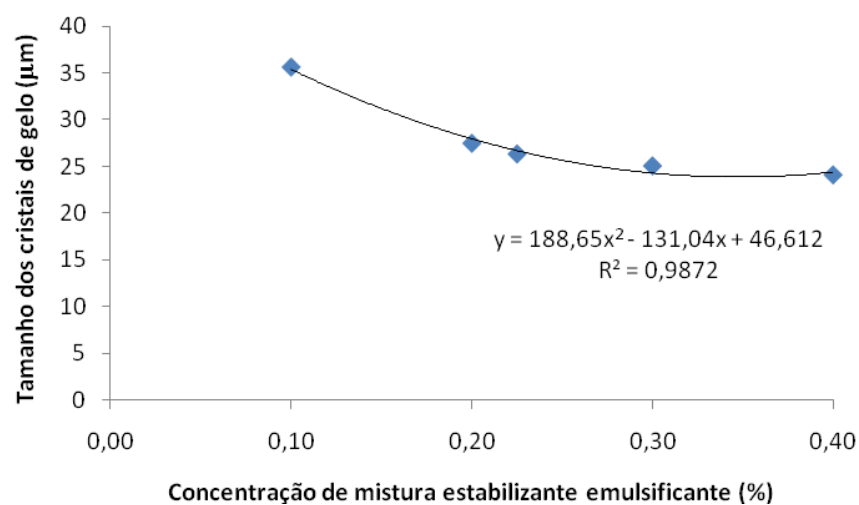


Gráfico 9 Diâmetros equivalentes circulares medianos dos cristais de gelo (X_{50}) após o ciclo de variação de temperatura dos sorvetes com diferentes níveis da mistura E/M

A recristalização, basicamente, envolve pequenos cristais desaparecendo e cristais grandes surgindo, além do derretimento de cristais em conjunto. No Gráfico 10 observa-se a taxa de crescimento dos cristais de gelo, após os sorvetes serem submetidos ao ciclo de variação de temperatura.

Quando os níveis de mistura E/M foram elevados, a taxa de crescimento dos cristais de gelo reduziu, principalmente devido à elevação da viscosidade nas misturas base de sorvete (ver seção 3.2.1). Em estudos anteriores há relatos bem feitos sobre a capacidade de estabilizantes atenuarem os efeitos da recristalização (BOLLIGER et al., 2000; COOK; HARTEL, 2010; GOFF, 1997).

Os estabilizantes, segundo Miller-Livney e Hartel (1997), são conhecidos por aumentar a viscosidade da matriz não congelada em torno dos cristais de gelo. Uma rede de estabilizantes pode ocorrer na matriz não congelada. Essa estrutura afeta a taxa que a água pode difundir para a superfície de um cristal em crescimento durante a flutuação da temperatura ou a velocidade a que solutos e macromoléculas podem difundir para fora da superfície de um cristal de gelo em crescimento (GOFF et al., 1993; REGAND; GOFF, 2003). Além disso, como visto anteriormente neste trabalho (ver capítulo 2, seção 3.3.1), a elevação das gomas guar e xantana, utilizadas como estabilizantes neste trabalho, também podem aumentar as interações com as proteínas solúveis. Essas interações resultam no aumento da viscosidade da matriz (ver seção 3.2.1), resultando numa menor mobilidade das partículas. Portanto, segundo Pereira et al. (2011), é difícil, para os cristais de gelo que derreteram, cristalizar sobre os cristais maiores.

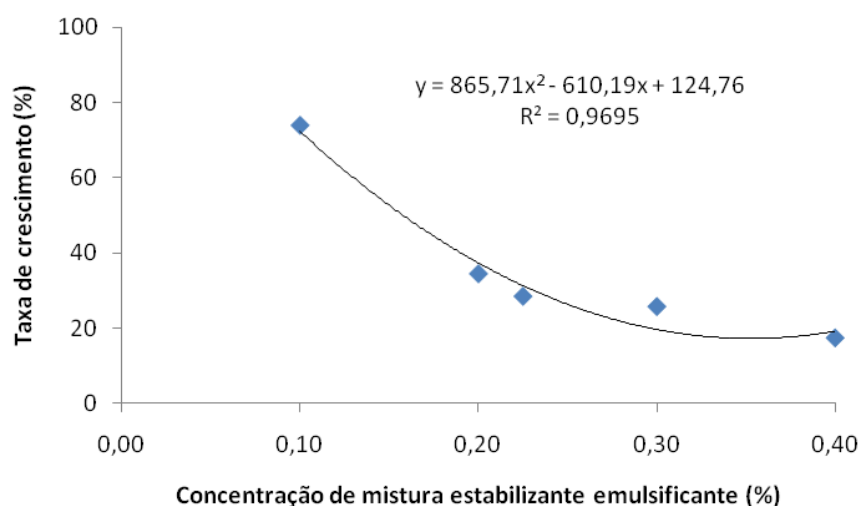


Gráfico 10 Taxa de crescimento de cristais de gelo após o ciclo de variação de temperatura dos sorvetes com diferentes níveis de da mistura E/M

Outro mecanismo também foi proposto por Damodaran (2007), Regand e Goff (2006) e Wang e Damodaran (2009), ao analisarem o efeito da inibição da recristalização em sorvetes produzidos com proteína do trigo de inverno, polipeptídios do colágeno bovino e polipeptídios da gelatina, respectivamente. Esse mecanismo, que também foi citado por Pereira et al. (2011), relaciona a inibição do crescimento dos cristais de gelo em sorvetes à adsorção de proteínas ou polipeptídios na interface gelo-solução, por meio de ligações de hidrogênio.

Embora os sorvetes submetidos ao ciclo de variação de temperatura tenham aumentado o tamanho dos cristais de gelo, todas as amostras apresentaram cristais de gelo com diâmetro circular mediano inferior a 50 μm . Os cristais de gelo, segundo Drewett e Hartel (2007), devem estar abaixo do limiar de detecção sensorial no momento do consumo, ou seja, abaixo de 50 μm .

Nos Gráficos 11 e 12 é apresentada a distribuição de tamanho dos cristais de gelo antes e após o ciclo de variação de temperatura, respectivamente.

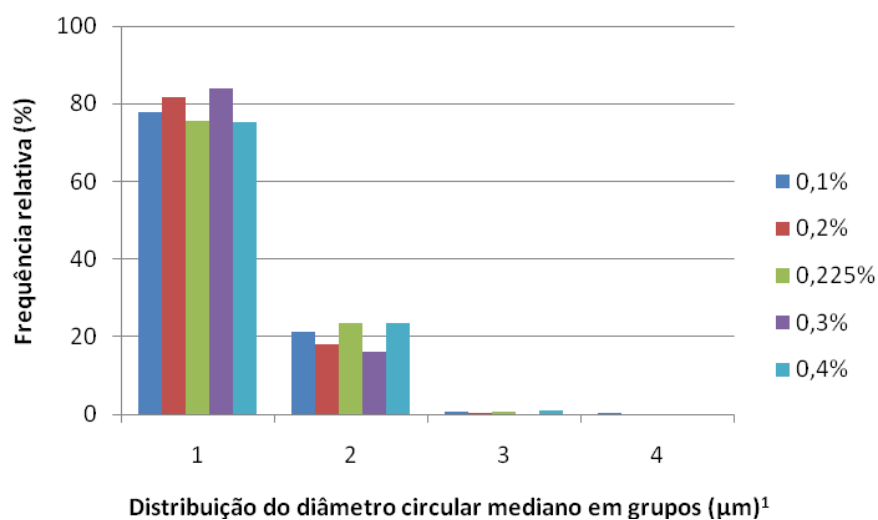


Gráfico 11 Frequência relativa da distribuição de tamanho dos cristais de gelo em diferentes categoriais de tamanho, antes do ciclo de variação de temperatura

¹ Categorias de tamanho dos cristais de gelo: 1 = [10-25 μm], 2 = [25-40 μm], 3 = [40-55 μm], 4 = ≥ 55 μm

* Legenda: 0,1%-0,1% de mistura E/M, 0,2%-0,2% de mistura E/M, 0,225%-0,225% de mistura E/M, 0,3%-0,3% de mistura E/M, 0,4%-0,4% de mistura E/M

A distribuição de tamanho dos cristais de gelo também é um parâmetro importante para avaliar a qualidade de sorvetes. O diâmetro circular mediano dos cristais de gelo foi dividido em quatro categorias e, então, a frequência relativa foi calculada para cada amostra de sorvete (PEREIRA et al., 2011; RUGER; BAER; KASPERSON, 2002).

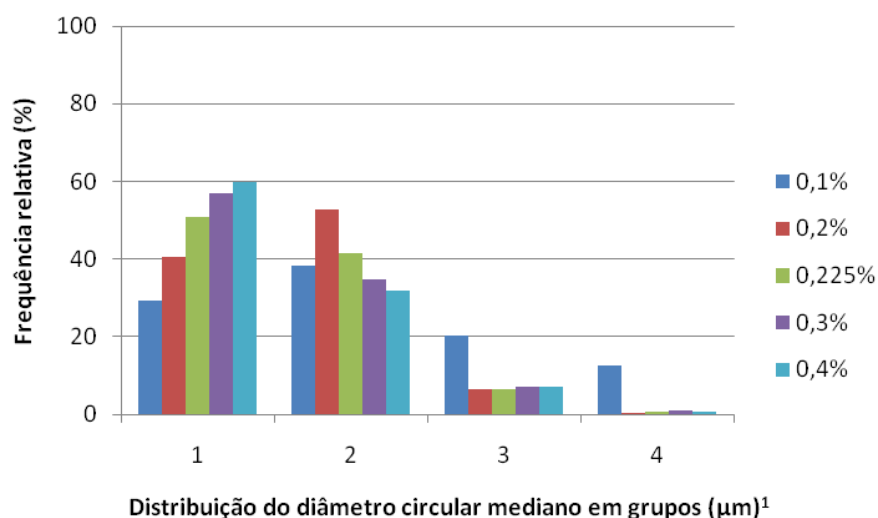


Gráfico 12 Frequência relativa da distribuição de tamanho dos cristais de gelo em diferentes categoriais de tamanho, após o ciclo de variação de temperatura

¹ Categorias de tamanho dos cristais de gelo: 1 = [10-25 μm], 2 = [25-40 μm], 3 = [40-55 μm], 4 = ≥ 55 μm

* Legenda: 0,1%-0,1% de mistura E/M, 0,2%-0,2% de mistura E / M, 0,225%- 0,225% de mistura E/M, 0,3%-0,3% de mistura E/M, 0,4%-0,4% de mistura E/M

Antes do ciclo de variação de temperatura, os sorvetes com diferentes níveis de mistura E/M apresentaram distribuições do tamanho de cristais de gelo bem semelhantes entre si, nas quais grande parte dos cristais estava na categoria 1 e uma pequena parte, na categoria 2.

Após o ciclo de variação de temperatura, as distribuições de tamanho de cristais de gelo foram alteradas; quando o nível de mistura E/M foi elevado, a distribuição na categoria 1 também foi elevada. Os sorvetes com níveis de mistura E/M acima de 0,1% (0,2%, 0,225%, 0,3% e 0,4%) apresentaram maior parte (~ 99 %) dos cristais de gelo nas categorias 1, 2 e 3, ou seja, entre 10 e 55 μm .

Embora todos sorvetes com diferentes níveis de mistura E/M tenham apresentado o diâmetro circular mediano abaixo de 50 μm e maior parte da

distribuição de tamanho de cristais entre 10 e 55 μm , o sorvete com 0,1% de mistura E/M apresentou parte (~12,5%) de seus cristais na categoria 4 ($\geq 55 \mu\text{m}$), acima do limiar de detecção. Portanto, o sorvete com 0,1% de mistura E/M não apresentou resistência adequada à recristalização e, em breve, sua textura se tornaria mais arenosa, resultando na perda de qualidade e na rejeição pelo consumidor.

3.4 Análise sensorial

Os atributos da aceitação sensorial e intenção de compra dos consumidores foram correlacionados entre si e com os sorvetes de diferentes níveis de mistura E/M. Essa correlação é apresentada no Gráfico 13.

Observa-se que todos os atributos de aceitação e intenção de compra estão mais próximos do sorvete com 0,2% de mistura E/M, o que indica que esse sorvete foi o que obteve maior pontuação em relação a esses atributos e à intenção de compra.

O sorvete com 0,4% de mistura E/M foi a amostra mais longe de todos os atributos e intenção de compra, o que indica menor aceitação do consumidor em relação a esses atributos e menor intenção de compra.

Os sorvetes com 0,1%, 0,225% e 0,3% de mistura E/M obtiveram notas intermediárias de aceitação e intenção de compra do consumidor.

Além disso, pelos vetores no Gráfico 13, também se pode observar que, embora alguns consumidores tenham tido boa aceitação e intenção de compra com relação aos sorvetes com 0,1%, 0,225% e 0,3% de mistura E/M, a maioria dos vetores está direcionada para o lado superior direito, onde o sorvete com 0,2% de mistura E/M está ancorado. A extremidade de cada vetor indica a localização das notas de aceitação e intenção de compra de cada consumidor e quanto maior o feixe de vetores apontado para a direção da amostra, maiores

serão a aceitação e a intenção de compra do consumidor em relação a essa amostra.

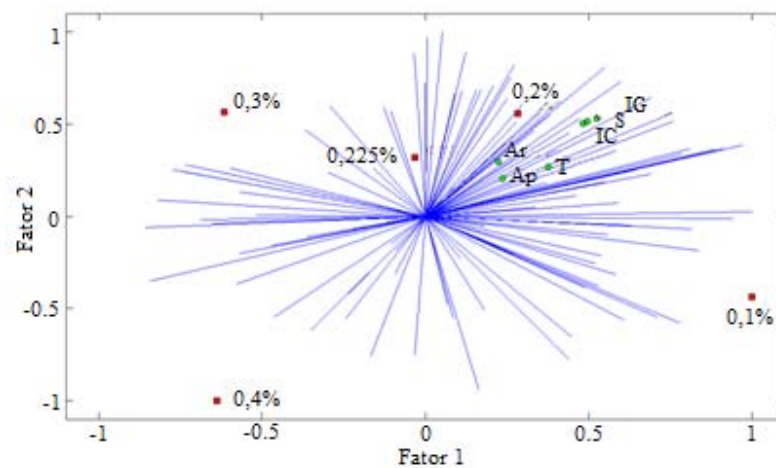


Gráfico 13 Análises de fatores paralelos dos atributos da aceitação sensorial e intenção de compra dos consumidores com sorvetes de diferentes níveis de mistura E/M

* Legenda: Ap – aparência; Ar – aroma; S – sabor; T – textura; IG – impressão global; IC – intenção de compra

As médias das notas referentes aos atributos de aceitação e intenção de compra do consumidor são apresentadas na Tabela 3.

Tabela 3 Médias das notas dos atributos de aceitação e intenção de compra do consumidor

Atributos ¹	Níveis ²				
	0,1%	0,2%	0,225%	0,3%	0,4%
Aparência	7,93	8,05	7,92	7,95	7,79
Aroma	7,27	7,39	7,27	7,22	7,06
Sabor	7,64	7,83	7,59	7,26	6,86
Textura	7,75	8,14	7,70	7,73	7,69
Impressão global	7,79	7,90	7,68	7,54	7,27
Intenção de compra ³	4,38	4,45	4,21	4,07	3,78

¹ Escala hedônica (1 = desgostei extremamente; 9 = gostei extremamente)

² Níveis de mistura E/M: 0,1%-0,1% de mistura E/M, 0,2%-0,2% de mistura E/M, 0,225%-0,225% de mistura E/M, 0,3%-0,3% de mistura E/M, 0,4%-0,4% de mistura E/M

³ Escala hedônica (1 = certamente não compraria; 5 = certamente compraria)

Os dados observados no Gráfico 13 podem ser comprovados na Tabela 3, em que as maiores notas de todos os atributos de aceitação e intenção de compra dos consumidores foram dos sorvetes com 0,2% de mistura E/M e as menores notas foram para aquele com 0,4% de mistura E/M.

4 CONCLUSÃO

Todas as misturas base apresentaram comportamento reológico pseudoplástico e a elevação das misturas estabilizante/emulsificante resultou na redução do índice de comportamento de fluxo e na elevação do índice de consistência das misturas bases de sorvete.

O *overrun* elevou-se quando os níveis de misturas estabilizante/emulsificante foram superiores.

Quando os níveis de misturas estabilizante/emulsificante foram elevados, o valor de firmeza instrumental foi reduzido.

A elevação dos níveis da mistura estabilizante/emulsificante aumentou o tempo de derretimento inicial (primeira gota).

O tamanho inicial dos cristais de gelo não foi influenciado pelos diferentes níveis da mistura estabilizante/emulsificante, porém, a recristalização foi reduzida quando os níveis foram elevados.

O sorvete com melhor aceitação sensorial e intenção de compra foi aquele com 0,2% de mistura estabilizante/emulsificante.

Portanto, a melhor formulação de sorvete foi a de 0,2% de mistura estabilizante/emulsificante, tanto pela aceitação sensorial e intenção de compra quanto pela resistência à recristalização.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A elevação de sólidos lácteos não gordurosos provenientes do retentado de soro doce de nanofiltração influenciou a composição e as características físicas e microestruturais nos sorvetes, mas não influenciou a aceitação do consumidor.

As principais alterações na composição foram em relação aos teores de proteínas totais, proteínas solúveis e lactose. Do ponto de vista fisiológico, a elevação de componentes provenientes do soro doce, principalmente teor de proteínas solúveis, resulta em sorvetes com propriedades benéficas.

Do ponto de vista tecnológico, era esperada perda de qualidade do sorvete com a redução do teor de proteínas totais, porém, surpreendentemente, a elevação do teor de proteínas solúveis resultou em misturas base de sorvete com propriedades reológicas desejadas. Embora não totalmente elucidada, essa alteração nas propriedades reológicas pode ser devido, principalmente, a interações entre as gomas guar e xantana e proteínas solúveis.

A associação de goma guar, goma xantana e monoacilglicerol como *blend* de estabilizante/emulsificante para utilização em sorvetes com adição de retentado de soro doce de nanofiltração foi promissora para a obtenção de desejáveis propriedades reológicas e recristalização. Além disso, é possível inferir que a utilização de produtos derivados do soro doce em pó dessalinizado como base para o *blend* estabilizante/emulsificante (monoacilglicerol e gomas guar e xantana) também pode ser promissora em sorvetes convencionais, porém, mais estudos são necessários para tal confirmação.

Também foi possível observar que a homogeneização a alta pressão em mistura base de sorvete resultou em sorvetes com melhor incorporação de ar e resistência ao derretimento; por outro lado, a viscosidade da mistura base de

sorvete foi reduzida, o que influenciou a taxa de crescimento dos cristais de gelo após o ciclo de variação de temperatura.

Por meio de observações no presente experimento, é possível afirmar que algumas características físicas e microestruturais nos sorvetes com adição de rentado de soro doce de nanofiltração podem ser melhoradas simplesmente por modificar o tempo de batimento e congelamento durante o processo.

De acordo com os resultados apresentados neste experimento, a utilização do rentado de soro doce de nanofiltração como fonte parcial dos sólidos lácteos não gordurosos em sorvetes leva a uma série de vantagens a indústria de sorvete, como: (1) o rentado de soro doce de nanofiltração é uma fonte de sólidos lácteos não gordurosos de baixo custo; (2) maior concentração de sólidos provenientes do soro; (3) redução de energia devido ao menor tempo de batimento; (4) melhoria na qualidade do sorvete, devido à maior resistência de recristalização e (5) contribuição ao meio ambiente, oferecendo mais uma alternativa de aplicação, por utilizar um produto derivado do soro.

REFERÊNCIAS

- ADAPA, S. et al. Mechanisms of ice crystallization and recrystallization in ice cream: a review. **Food Reviews International**, New York, v. 16, n. 3, p. 259-271, July 2000a.
- _____. Rheological properties of ice cream mix and ice creams containing fat and fat replacers. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 83, n. 10, p. 2224-2229, Oct. 2000b.
- AIME, D. B. et al. Textural analysis of fat reduced vanilla ice cream products. **Food Research International**, Ontario, v. 34, n. 2/3, p. 237-246, Mar./Apr. 2001.
- ALVAREZ, V. B. et al. Physical properties of ice cream containing milk protein concentrates. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 88, n. 3, p. 862-871, Mar. 2005.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of the Official Analytical Chemists**. 18th ed. Gaithersburg, 2005. 1141 p.
- BAER, R. J.; WOLKOW, M. D.; KASPERSON, K. M. Effect of emulsifiers on the body and texture of low fat ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 80, n. 12, p. 3123-3132, Dec. 1997.
- BAHRAMPARVAR, M.; RAZAVI, S. M. A.; KHODAPARAST, M. H. H. Rheological characterization and sensory evaluation of a typical soft ice cream made with selected food hydrocolloids. **Food Science and Technology International**, London, v. 16, n. 1, p. 79-88, Feb. 2010.
- BEMILLER, J. N.; WHISTLER, R. L. Carbohydrates. In: FENNEMA, O. R. (Ed.). **Food chemistry**. 3rd ed. New York: M. Dekker, 1996. p. 157-224.
- BENICHO, A. et al. Formation and characterization of amphiphilic conjugates of whey protein isolate (WPI)/xanthan to improve surface activity. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 21, n. 3, p. 379-391, May 2007.
- BOLLIGER, S. et al. Relationships between ice cream mix viscoelasticity and ice crystal growth in ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v. 10, n. 11, p. 791-797, 2000.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. **Instrução Normativa nº 68**, de 12 de dezembro de 2006. Oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos, para controle de leite e produtos lácteos. Brasília, 2006. Disponível em:

<http://www.cidasc.sc.gov.br/html/servico_animal/Inspecao%20Animal/ORIENTA%C7%D5ES%20SOBRE%20ROTULAGEM/LEITE%20E%20DERIVADOS/IN%2068_06_an%Elises%20oficiais%20leite%20e%20produtos%20l%E1cteos.pdf>. Acesso em: 10 maio 2012.

BRYANT, C. M.; MCCLEMENTS, D. J. Influence of xanthan gum on physical characteristics of heat-denatured whey protein solutions and gels. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 14, n. 4, p. 383-390, July 2000.

CHANG, Y.; HARTEL, R. W. Development of air cells in a batch ice cream freezer. **Journal of Food Engineering**, London, v. 55, n. 1, p. 71-78, Nov. 2002a.

_____. Stability of air cells in ice cream during hardening and storage. **Journal of Food Engineering**, London, v. 55, n. 1, p. 59-70, Nov. 2002b.

CHHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. **Non-Newtonian flow and applied rheology: engineering applications**. 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2008. 518 p.

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**, Chicago, v. 9, n. 2, p. 213-222, Mar. 2010.

COSTA, F. F. et al. Effect of calcium chloride addition on ice cream structure e quality. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 91, n. 6, p. 2165-2174, June 2008.

DAMODARAN, S. Inhibition of ice crystal growth in ice cream mix by gelatin hydrolysate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 55, n. 26, p. 10918-10923, Dec. 2007.

DREWETT, E. M.; HARTEL, R. W. Ice crystallization in a scraped surface freezer. **Journal of Food Engineering**, London, v. 78, n. 3, p. 1060-1066, Feb. 2007.

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.

FITZSIMONS, S. M.; MULVIHILL, D. M.; MORRIS, E. R. Large enhancements in thermogelation of whey protein isolate by incorporation of very low concentrations of guar gum. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 22, n. 4, p. 576-586, June 2008.

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 1999.

FRANK, E. X.; PEI, Z. J.; SCHMIDT, K. A. Ice cream: foam formation and stabilization: a review. **Food Reviews International**, New York, v. 26, n. 2, p. 122-137, Feb. 2010.

GARCIA, R. S.; MARSHALL, R. T.; HEYMANN, H. Low fat ice creams from freeze-concentrated versus heat-concentrated nonfat milk solids. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 78, n. 11, p. 2345-2351, Nov. 1995.

GOFF, H. D. Colloidal aspects of ice cream: a review. **International Dairy Journal**, Barking, v. 7, n. 6/7, p. 363-373, June/July 1997.

_____. Ice cream and desserts: ice cream and frozen desserts: product types. In: FUQUAY, J. W.; FOX, P. F.; MCSWEENEY, P. L. H. (Ed.). **Encyclopedia of dairy sciences**. 2nd ed. London: Academic, 2011. v. 2, p. 893-898.

_____. Quality and safety of frozen dairy products. In: SUN, D. W. (Ed.). **Handbook of frozen food processing and packaging**. Boca Raton: CRC, 2006. p. 441-458.

GOFF, H. D. et al. Influence of polysaccharides on the glass transition in frozen sucrose solutions and ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 76, n. 5, p. 1268-1277, May 1993.

_____. Structural development in ice cream-dynamic rheological measurements. **Journal of Texture Studies**, Westport, v. 26, n. 5, p. 517-536, Dec. 1995.

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.

HAGIWARA, T.; HARTEL, R. W. Effect of sweetener, stabilizer, and storage temperature on ice recrystallization in ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 79, n. 5, p. 735-744, May 1996.

HARTEL, R. W. Ice crystallization during the manufacture of ice cream. **Trends in Food Science and Technology**, Cambridge, v. 7, p. 315-321, Oct. 1996.

HIDALGO, F. J.; ZAMORA, R. Fats: physical properties. In: HUI, Y. H. (Ed.). **Handbook of food science, technology and engineering**. Boca Raton: CRC, 2006. chap. 9, p. 1-27.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo, 2008. 1020 p.

KAYA, S.; TEKIN, A. R. The effect of salep content on the rheological characteristics of a typical ice-cream mix. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 47, n. 1, p. 59-62, Jan. 2001.

KEMP, S. E.; HOLLOWOOD, T.; HORT, J. **Sensory evaluation: practical handbook**. Oxford: Willey-Blackwell, 2009. 196 p.

KOEFERLI, C. R. S.; PICCINALI, P.; SIGRIST, S. The influence of fat, sugar and non-fat milk solids on selected taste, flavor and texture parameters of a vanilla ice-cream. **Food Quality and Preference**, Barking, v. 7, n. 2, p. 69-79, Apr. 1996.

LIM, S. Y. et al. High hydrostatic pressure modification of whey protein concentrate for improve body and texture of low fat ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 91, n. 4, p. 1308-1316, Apr. 2008.

MILLER-LIVNEY, T.; HARTEL, R. W. Ice recrystallization in ice cream: interactions between sweeteners and stabilizers. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 80, n. 3, p. 447-456, Mar. 1997.

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

NUNES, C. A.; PINHEIRO, A. C. M.; BASTOS, S. C. Evaluating consumer acceptance tests by three-way internal preference mapping obtained by parallel factor analysis (PARAFAC). **Journal of Sensory Studies**, Westport, v. 26, n. 2, p. 167-174, Apr. 2011.

OLIVEIRA, K. H.; SOUZA, J. A. R.; MONTEIRO, A. R. Caracterização reológica de sorvetes. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 3, p. 592-598, jul./set. 2008.

PATEL, M. R.; BAER, R. J.; ACHARYA, M. R. Increasing the protein content of ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 89, n. 5, p. 1400-1406, May 2006.

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, 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 and Technology**, Berlin, v. 232, n. 6, p. 1093-1102, May 2011.

PUANGMANEE, S. et al. Application of whey protein isolate glycated with rare sugars to ice cream. **Food Science and Technology Research**, Wageningen, v. 14, n. 5, p. 457-466, Sept. 2008.

R DEVELOPMENT CORE TEAM. **R**: a language and environment for statistical computing. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, 2007. Software.

REGAND, A.; GOFF, H. D. Effect of biopolymers on structure and ice recrystallization in dynamically frozen ice cream model systems. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 85, n. 11, p. 2722-2732, Nov. 2002.

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

_____. Structure and ice recrystallization in frozen stabilized ice cream model systems. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 17, n. 1, p. 95-102, Feb. 2003.

RUGER, P. R.; BAER, R. J.; KASPERSON, K. M. Effect of double homogenization and whey protein concentrate on texture of ice cream. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 85, n. 7, p. 1684-1692, July 2002.

SEGALL, K. I.; GOFF, H. D. A modified ice cream processing routine that promotes fat destabilization in the absence of added emulsifier. **International Dairy Journal**, Barking, v. 12, n. 12, p. 1013-1018, Dec. 2002.

SMET, K. et al. Influence of milk fatty acid composition and process parameters on the quality of ice cream. **Dairy Science and Technology**, Les Ulis, v. 90, n. 4, p. 431-447, July/Aug. 2010.

SOFJAN, R. P.; HARTEL, R. W. Effects of overrun on structural and physical characteristics of ice cream. **International Dairy Journal**, Barking, v. 14, n. 3, p. 255-262, Mar. 2004.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory evaluation practices**. 3rd ed. London: Elsevier, 2004. 377 p.

SWORN, G. Xanthan gum. In: PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. (Ed.). **Handbook of hydrocolloids**. 2nd ed. Cambridge: Woodhead, 2009. p. 186-205.

WANG, Q.; WOOD, P. J. Carbohydrates: physical properties. In: HUI, Y. H. (Ed.). **Handbook of food science, technology and engineering**. Boca Raton: CRC, 2006. chap. 2, p. 1-18.

WANG, S. Y.; DAMODARAM, S. Ice-structuring peptides derived from bovine collagen. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 57, n. 12, p. 5501-5509, June 2009.

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.